

文章编号:1003-7837(2004)02-0151-03

活性炭富集、原子吸收分光光度法 测定工业废料中的金

李 小 玲

(广州有色金属研究院分析测试中心,广东 广州 510651)

摘 要:用活性炭富集、原子吸收分光光度法测定工业废料中的金。首先选取有代表性的试样。其次溶样时先用混合酸将样品中的有机物氧化完全,再加王水溶金;为使金富集完全分取适量试液用活性炭富集金,并用 HCl 和 NH_4HF_2 对吸附金的活性炭洗涤除杂。本法测定结果与火试金法测定结果一致,但本法分析成本低、毒性小、分析快速,相对标准偏差小于 1.20%。

关键词:原子吸收分光光度法;工业废料;金

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A

准确测定贵金属的含量,对贵金属的回收十分必要。目前,对工业废料中金的测定尚无统一的标准,金的定量分析一般采用经典的火试金法^[1],其优点是准确度高,缺点是分析时间长、手续繁琐、劳动强度大、分析成本高,且铅扣挥发污染环境。因此,选用其他方法具有重要的意义。用活性炭富集、原子吸收法测定工业废料中的金,获得了满意的分析结果。

1 试验部分

1.1 主要仪器和试剂

吸附柱(用玻璃制成,直径 31 mm,高 150 mm);动态抽滤装置;

WFX-1E3 型原子吸收分光光度计:金空心阴极灯,灯电流 3 mA、波长 242.8 nm、狭缝 0.2 nm,乙炔气流速 0.8 L/min、空气流速 5 L/min。

活性炭:将粒度 0.074 mm 的活性炭放入 20 g/L NH_4HF_2 溶液中浸泡 3 天后抽滤,然后用 2% 盐酸和水洗掉 F^- 。

纸浆:将定性滤纸放入水中浸泡,捣碎备用。

金标准溶液:称取 0.1000 g Au(纯度大于 99.95%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,加

热至金完全溶解,再加少量 HCl 蒸干,重复 3 次,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用 2 mol/L 盐酸稀释至刻度,混匀,此溶液金的质量浓度为 1 g/L。

金标准工作溶液:吸取上述金标准溶液 10.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 浓盐酸,用蒸馏水稀释至刻度,混匀,此溶液金的质量浓度为 1 mg/L。

1.2 试验方法

将称取的试样(准确至 0.1 g)置于瓷蒸发皿中,磨碎后放入马弗炉,在 650℃ 焙烧 1~2 h,然后移入 400 mL 烧杯中,用水润湿。若有机物含量高,则先加入 20 mL 混合酸(硫酸、硝酸、盐酸),加热分解 30 min,再加入 60 mL 王水(1+1);若有机物含量低,只加王水即可。继续加热煮沸,至溶液体积 30~40 mL 时取下,用水冲洗表面皿和杯壁,转入 200 mL 容量瓶中,用 HCl(1+1)定容。分取此溶液 50 mL,用装有活性炭的吸附柱和动态抽滤装置抽滤,并分别用 HCl(1+1)、热 HCl(2+98)、20 g/L NH_4HF_2 和热水各洗涤 5 次。抽干后取下吸附柱内的活性炭和纸浆块,放入 50 mL 瓷坩埚中,置于马弗炉内从低温升至 700℃,灼烧 1 h,灰化完全后,冷却,滴加 2~3 滴 200 g/L NaCl 溶液,加入 3 mL 王水,在水浴中溶解蒸发至湿盐状,移入容量瓶中,用 HCl(1+20)稀释至刻

度混匀,随同标准溶液一起用原子吸收分光光度计测定.

2 结果与讨论

2.1 取样的代表性

取样是否具有代表性对测定结果影响很大.在金的定量分析中,一般试样粒度越小,越均匀,代表性越好.对于形状各异,金含量高且分布不均匀的工业废料,试验中发现选取有代表性的样品时先称重,再磨碎,比将样品先磨碎、混匀,再取样称重的代表性好.

2.2 溶样条件的选择

高温焙烧往往不能使工业废料中的有机物完全分解,如直接用王水溶解样品,溶液中的金会被未分解的有机物吸附,在过滤的过程中,被吸附的金与有机物和不溶残渣就会被一起过滤除去,导致部分金损失.因此,焙烧后,先用混合酸(硫酸、硝酸、盐酸)处理试样,当溶液蒸干且白烟冒尽时,说明试样中的有机物氧化完全,然后加入王水,金完全溶解^[2].

2.3 共存离子的影响

将制取的样品试液用装有活性炭的吸附柱抽滤,经过滤及用 HCl 和 NH₄HF₂ 等洗涤后,大量的金属元素已被分离去除.灰化灼烧时,也可消除少量杂质,剩余部分对金的测定无影响.

2.4 金的吸附

工业废料中金的含量较高,若将样品试液全部倒入活性炭中吸附,一方面溶液中的金不易被吸附完全,另一方面活性炭柱必须很高,这样使抽滤时间很长,而且灰化时间变长.若分取部分溶液用活性炭抽滤,不仅有利于金的吸附完全,而且提高了抽滤速度.

2.5 纸浆与活性炭比例的选择

试验表明,纸浆与活性炭的质量比为(1~5):1时,吸附率均可达到 98% 以上,纸浆的比例大可使滤液过滤的厚度增加,活性炭分散在纸浆上的表面积增大,有利于金吸附完全.本试验选择纸浆与活性炭的质量混合比为 3:1.

2.6 样品测定的精密度

按试验方法,对样品进行 5 次测定,其结果列于表 1.从表 1 可知,该方法精密度较高.

表 1 样品中金的测定结果

Table 1 Determination results of gold in samples

样品	Au 含量/(g·t ⁻¹)	平均值/(g·t ⁻¹)	相对标准偏差/%
A	1998.2, 2003.9, 2012.3, 2005.8, 1996.4	2003.3	0.32
B	2450.6, 2448.2, 2458.3, 2461.2, 2452.8	2454.2	1.19

2.7 方法对照

为了检验本方法的可靠性,用火试金法对样品进行测定,结果列于表 2.由表 2 可知,本法测定结果与火试金法测定结果一致.

表 2 分析结果对照

Table 2 Comparson between analytical results

样品	本方法 $\mu(Au)/\%$	火试金法 $\mu(Au)/\%$
B	0.2454	0.2466
C	11.57	11.44

3 结 论

用活性炭富集、原子吸收分光光度法测定工业废料中的金,成本低,操作简便,准确度高.本法测定结果与火试金法测定结果一致,相对标准偏差小于 1.20%.

参考文献:

[1] 中国有色金属工业总公司鑫达金银开发中心. 金银技术监督手册[M]. 北京:冶金工业出版社,1997.
[2] 薛光. 金的分析化学[M]. 北京:宇航出版社,1990.

Determination of gold in industrial waste by activated carbon concentration and atomic absorption spectrophotometry

LI Xiao-ling

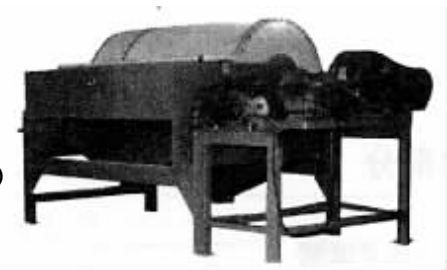
(Analytical and Testing Research Center , Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals , Guangzhou 510651 , China)

Abstract : Gold in industry waste is determined by activated carbon concentrationa and atomic absorption spectrophotometry. First , sample must be selected. Secondary , organism in the sample is oxidized with mixed acid , and gold in it is dissolved with aquaregia. A part of test solution is taken in order to concentrate gold completly with activated carbon. The activated carbon adsorpted gold is washed with HCl and NH₄HF₂ , and meantime some impurities in it are removed. The results of this method are in conformity with the those of fire assaying. But the method is characterized with a low analytical cost , little pollution , fast analysis and relative standard deviation less than 1.20% .

Key words : atomic absorption spectrophotometry ; industrial waste ; gold

ZCT 系列弱、中磁筒式磁选机

ZCT系列筒式磁选机具有磁系设计合理、磁感应强度高、梯度高、磁性能稳定、设备重量轻、分选精度和回收率高等特点.磁选机分选槽体有三种类型 顺流型(S) 逆流型(N) 和半逆流型(B) 给矿粒度分别为 0 ~ 0.6mm ,0 ~ 2.0mm 和 0 ~ 0.2mm.磁选机磁场强度见下表.



强度等级		0	A	B	C	D	E	F	G
磁感应强度/mT	平均值	100	150	250	350	450	500	600	700
	最高值	180	300	350	450	580	650	750	850

应用范围 :磁铁矿、假象赤铁矿、风化磁铁矿、磁黄铁矿和焙烧磁铁矿等的矿物分选 ;作为强磁选前的把关设备 ,除掉强磁性矿物和铁杂 ,以防堵塞 ;非金属矿的除铁提纯 ,磁性重介质的回收再利用 ;适用于从弱磁选尾矿中再回收有用矿物 ,扩大资源的综合利用率 ;也可用于钢铁厂、发电厂的水处理 .

本产品已成系列 ,并可根据用户需求设计、制造各种规格类型 的弱、中磁磁选机 ,磁滑轮以及选矿的工艺流程的实验研究 .

地址 :广州市天河区长兴街广州有色金属研究院选矿所 邮编 :510651
网址 :http ://www .gzrnm .com
电话 :020 - 37239066 ,61086392 ,37239220 ,37239221 传真 020 - 37238535