

金铜分离碘量法测定活性炭中的铜

黄葡英, 陈小兰, 周志平

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510650)

摘要:用硝酸和高氯酸溶样,将金和铜分离后再用碘量法测定样品中 Cu 的含量。该法操作简单、测定快速,相对标准偏差小于 1%,适用于富集了金铜的活性炭中铜的测定。

关键词:金; 铜; 活性炭; 碘量法

中图分类号: O657.15

文献标识码: A

活性炭是一种非常优良的吸附剂,具有物理吸附和化学吸附的双重特性,可选择性地吸附气相、液相中的各种物质,以达到脱色精制、消毒除臭和去污提纯等目的。用活性炭富集金是从含金溶液中提取黄金的成熟工艺,在采用此工艺提取黄金的过程中,溶液中的铜也会被活性炭吸附。若用王水溶解吸附了金和铜的活性炭,王水会将活性炭中吸附的金溶解,在随后的碘量法测定铜的含量时,金会对铜的测定产生较大的正干扰。本文针对富集了金铜的活性炭中铜的测定,利用金不溶于硝酸和高氯酸,且在高氯酸存在的条件下,活性炭可被碳化的特性,将金与铜分离溶样。

1 实验部分

1.1 主要试剂

硝酸(1.42 g/mL);高氯酸(1.60 g/mL);乙酸铵缓冲液:pH=5,将 90 g 乙酸铵加入到 100 mL 冰乙酸中,用水稀释至 300 mL;三氯化铁溶液:100 g/L;氟化氢铵饱和溶液;碘化钾;淀粉溶液:5 g/L;硫氰酸钾溶液:400 g/L;硫代硫酸钠标准溶液(约 3 g/L)。

1.2 硫代硫酸钠标准溶液的标定

准确称取 3 份 0.1000 g 金属铜(99.99%),分别置于 3 个 300 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温溶解完全,加热至近干;取下稍冷,加

水 20 mL,加热至沸,沸腾 2 min 后,取下,冷却至室温。加入 1 mL 三氯化铁溶液,用乙酸铵缓冲液调至溶液的红色不再加深并过量 2 mL,然后用氟化氢铵饱和溶液调至溶液红色消失并过量 1 mL,摇匀。加入 2~3 g 碘化钾,摇匀,迅速用硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色,加入 5 mL 淀粉溶液,摇匀,继续用硫代硫酸钠标准溶液滴至浅蓝色,最后加入 5 mL 硫氰酸钾溶液,激烈摇振至蓝色加深,用硫代硫酸钠标准溶液滴至蓝色恰好消失即为终点。记录所消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积 V 。求出硫代硫酸钠对铜的滴定度 T 。

1.3 试验方法

取 0.5~1.0 g 样品于 300 mL 玻璃烧杯中,加入 20 mL 硝酸和 5 mL 高氯酸,加热溶解样品至冒高氯酸白烟片刻,再滴加 3 mL 硝酸,至碳化完全;取下稍冷,加入 2 mL 硝酸和 20 mL 水,加热至沸。然后,定容 100 mL。分取 20 mL 于 300 mL 锥形瓶中,加热蒸至近干;取下稍冷,加水 20 mL,加热至沸,沸腾 2 min 后,取下,冷却至室温。加入 1 mL 三氯化铁溶液,用乙酸铵缓冲液调至溶液的红色不再加深并过量 2 mL,然后用氟化氢铵饱和溶液调至溶液红色消失并过量 1 mL,摇匀。加入 2~3 g 碘化钾,摇匀,迅速用硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色,加入 5 mL 淀粉溶液,摇匀,继续用硫代硫酸钠标准溶液滴至浅蓝色,最后加入 5 mL 硫氰酸钾溶液,激烈摇振至蓝色加深,用硫代硫酸钠标准溶液滴至蓝色恰好消失即为终点。记录所

收稿日期:2009-10-26

作者简介:黄葡英(1982-),女,湖南衡阳人,助工,学士。

消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积 V ,利用式(1)计算出样品中铜的含量.

$$w(\text{Cu})\% = \frac{V \times T}{m} \times 100\%, \tag{1}$$

式(1)中: m 为称样质量,g.

2 结果与讨论

2.1 金的干扰

用碘量法测定活性炭中的铜时,若用王水溶解试样,试样中的铜会以 Cu(II) 离子存在,在弱酸性溶液中,碘化钾会将 Cu(II) 还原为 Cu(I) ,释放出一定量的碘.用淀粉做指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液与释放出的定量的碘作用,从而滴定测出铜的含量.另外,若用王水溶解试样,试样中的金会以金氯酸的状态存在,在弱酸性溶液中,碘化钾会将 Au(III) 还原为 Au(I) ,释放出碘^[1],因此,如果用王水溶样,溶液中的 Au(III) 必然会对铜的测定产生正干扰.

2.2 金铜分离

用活性炭吸附稀王水或盐酸介质中的金后,稀

王水或盐酸中的 Au(III) 被还原成 Au(0) ^[2].所以活性炭富集的金是以金属金的形式存在的.若采用硝酸和高氯酸溶解吸附了金铜的活性炭,其中的金属金不被溶解,碳被氧化除掉,而铜则留在溶液中,从而达到金和铜的分离.样品中金含量的测定结果列于表1,由表1可见,金的分离是完全的.

表1 金的测定结果

Table 1 Measurement result of Au using different methods

(硝酸+高氯酸法) $w/\%$	火试金法 $w/\%$
23.57	23.60

2.3 精密度试验

按照上述试验方法对富集了金铜的活性炭样品进行铜的测定,平行测定9次,结果列于表2.由表2可见,用本方法测定结果的重现性好,相对标准偏差小于1%.

表2 精密度试验结果

Table 2 Result of precision test

元素	测定值 $w(\text{Cu})/\%$	平均值 $w(\text{Cu})/\%$	标准偏差/ $\%$	相对标准偏差/ $\%$
Cu	35.91,35.87,36.02,35.84,36.09,35.95,36.11,35.99,36.14	35.99	0.11	0.31

2.4 加标回收试验

按1.2节步骤溶样后,加入不同量的铜标准溶液,继续按1.2节步骤操作测定铜的含量,测定结果列于表3.由表3可见,铜的回收率在99.85%~100.22%,可见此法是可行的.

表3 加标回收率

Table 3 Recoveries of standard added

元素	样品含量 $w(\text{Cu})/\%$	加入量 $w(\text{Cu})/\%$	测得值 $w(\text{Cu})/\%$	回收率/ $\%$
Cu	35.99	10	46.09	100.22
		20	55.93	99.89
		30	65.89	99.85
		40	76.11	100.16
		50	86.02	100.03

3 结 论

用本方法测定富集金铜后的活性炭中铜的含量,操作简便,测定快速,相对标准偏差小于1%,适用于富集了金铜以后的活性炭中高含量铜的测定.

参考文献:

[1] 孙淑媛,孙龄高,殷奇西,等. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京:冶金工业出版社,1990:186-187.
[2] 董守安. 现代贵金属分析[M]. 北京:化学工业出版社,2006:57.

Determination of Cu in activated carbon by iodimetry

HUANG Pu-ying, CHEN Xiao-lan, ZHOU Zhi-ping

(Analytical & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: Au and Cu are separated by decomposing sample with HNO_3 and HClO_4 solution first, then Cu can be determined by iodimetry. This method with a relative standard deviation less than 1% is fast and precise, and suitable for regular analysis in activated carbon which has enriched Au.

Key words: Au; Cu; activated carbon; iodimetry