

文章编号:1673-9981(2014)04-0282-04

# 火试金富集—重量法测定吸金树脂中的金

肖红新

广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院),广东 广州 510650

**摘要:**吸金树脂试样经配料、高温熔融后,通过熔铅捕集样品中的金,熔铅冷却后形成铅扣,试料中的其它物质与熔剂形成熔渣.利用铅扣与熔渣的比重差异将其分离,铅扣经高温灰吹后得到银合粒,以稀硝酸溶解银合粒分金,用重量法测定金量.本法测定结果与灼烧灰化—原子吸收光谱法测定结果一致,且操作简单,相对标准偏差小于0.2%,加标回收率大于98%.

**关键词:**火试金富集;吸金树脂;金;重量法

**中图分类号:** O657.31

**文献标识码:** A

吸金树脂是一种球形阴离子交换树脂,分为强、弱碱性阴离子交换树脂、混合型阴离子交换树脂及其他人工合成树脂等,其结构类似于塑料结构,粒度在0.2~1.2 mm之间,广泛应用于溶液中金的回收与富集,所以准确测定吸金树脂中的金量对贸易和回收都具有重要意义.吸金树脂基体由苯乙烯和对二乙烯苯的共聚物组成,具有高机械强度和耐腐蚀性,这样试料很难化学溶解,给检测造成极大的困难.目前,吸金树脂检测前的处理方法有离子交换法<sup>[1]</sup>、火试金法<sup>[2]</sup>、灼烧灰化法和湿法<sup>[3]</sup>,但离子交换法流程长、操作繁琐,灼烧法会造成有毒烟尘环境污染,湿法检测结果不稳定.目前,样品中金的富集方法有试剂萃取<sup>[4]</sup>、吸附<sup>[5]</sup>、液膜分离富集<sup>[6]</sup>、离子交换<sup>[1]</sup>及火试金法<sup>[7]</sup>;金的测试方法有经典的重量法<sup>[7]</sup>、容量法<sup>[8]</sup>、分光光度法<sup>[1]</sup>、原子吸收光谱法<sup>[9]</sup>、等离子发射光谱法<sup>[10]</sup>、等离子质谱法<sup>[11]</sup>、极谱法<sup>[12]</sup>、原子荧光<sup>[13]</sup>、中子活化<sup>[14]</sup>及X射线荧光光谱法<sup>[15]</sup>等.本方法采用经典的铅试金富集—重量法测定吸金树脂中的金,测定结果准确稳定、且操作简单.

## 1 实验部分

### 1.1 试剂与仪器

碳酸钠(工业纯,粉状);氧化铅(工业纯,粉状,

$w_{Au} < 0.02 \text{ g/t}$ );硼砂(工业纯,粉状);二氧化硅(工业纯,粉状);无水硫酸钠(工业纯,粉状);面粉;硝酸(分析高纯);盐酸(分析纯);(1+7)硝酸溶液;(1+1)硝酸溶液;醋酸(分析纯);纯金( $w_{Au} > 99.99\%$ ).

金标准溶液(1mg/mL):称取0.1000 g纯金( $w_{Au} > 99.99\%$ )置于100 mL烧杯中,加15 mL王水,再加2滴质量分数5%氯化钠溶液,低温加热溶解,冷至室温后移入100 mL容量瓶,添加5 mL盐酸,以去离子水定容、摇匀.

超微量电子天平(感量0.001 mg);试金电炉(最高加热温度1200℃);灰吹炉(最高加热温度1000℃);耐火粘土坩埚(容积300 mL);镁砂灰皿(取85份磨细煅烧镁砂(要求有63%以上通过0.074 mm的筛孔)和15份水泥,混合均匀后,加入8%~12%的水,用灰皿机压成灰皿或手工制造,阴干一个月后使用);试样粉碎机;300 mL磨口玻璃瓶;电烘箱(带数字显示).

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 样品的制备

将吸金树脂样品在100℃恒温箱中烘干,冷却后装入塑料袋密封,并存于干燥器中.

1.2.2 配料

按照表 1 称取试料与试剂,放入混样磨口玻璃瓶内,混匀,然后转入试金坩埚中,以少量无水硫酸钠清洗混样磨口玻璃瓶并转入试金坩埚中,最后在上面再覆盖一层无水硫酸钠.

表 1 试剂配比  
Table 1 Reagent ratio

称样量/g	试剂量/g			
	碳酸钠	二氧化硅	硼砂	氧化铅
0.2~3.0	20	10	10	100

1.2.3 熔融

将坩埚放入 900 ℃的试金炉中,升温 35 min 至 1100 ℃,保温 10 min 出炉,在石棉板上轻敲几下,冷却后,将铅扣与熔渣分离,除去铅扣表面粘附的残渣.

1.2.4 灰吹

将铅扣放入预先在 900 ℃预热 30 min 的灰皿中,关闭炉门 1~2 min,待铅扣熔化,铅液表面黑色膜脱去,炉温降至 830 ℃灰吹.当合粒出现闪光后,将灰皿移至炉门口,放置 2 min 后取出,冷却后从灰皿中取出合粒.

1.2.5 分金

将银合粒锤扁,清除银合粒表面粘附的残渣后,放入 100 mL 烧杯中,加体积分数 20% 醋酸溶液 30 mL,加热煮沸 10 min,冷却后取下.先用自来水冲洗干净,再以去离子水将烧杯和银合粒洗干净.加入 50 mL (1+7)硝酸溶液,置于电热板低温微沸溶解 30 min,待反应停止后(如银没完全溶解,可补加 (1+7)硝酸溶液继续溶解),将溶液倒出.再加入 (1+1)硝酸溶液 20 mL,置于电热板低温微沸溶解 20 min,取下冷却,倒出溶液.用去离子水清洗金 3 次,再置于电热板上加热烘干 20 min,取下冷却后,称重,精确至 0.001 mg.

2 结果与讨论

2.1 样品的前处理

吸金后的树脂易潮湿,样品各部分的湿度存在差异.试验表明:由于称样量较少,如果称取潮湿样品直接进行测定,会导致结果不稳定,其标准偏差

大于干燥样品标准偏差.故测定前应先将样品在 100 ℃恒温箱中烘干,烘干的样品比较均匀,称取的试料更有代表性.烘干的吸金树脂吸水性强,冷却后应装入塑料袋密封,并存于干燥器中.

2.2 称样量

称取不同质量的同一样品,按照上述试验方法和操作步骤进行测定,测定结果列于表 2.

表 2 称样量对测定结果的影响

Table 2 The influence of sample weight on determination results							
称样量/g	0.2	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0	相对平均偏差/%
金测定结果/%	6.431	6.439	6.437	6.428	6.426	6.448	0.10

由表 2 可知,0.2~3.0g 称样量对测定结果无明显影响,6 次单独测定的相对平均偏差为 0.10%.在实际测定过程中,可根据样品含金量的高低确定称样量.含金量低,可增加称样量;含金量高,可减少称样量.但称样量过少,试料代表性差;称样量过大,高温有机物反应剧烈,样品容易外溢损失,所以称样量一般控制 0.2~3.0 g.

2.3 硅酸度的影响

火试金富集是根据试样性质选择不同的硅酸度,而硅酸度则通过调整试剂的配比来调节.吸金树脂主体大部分为有机物,只是吸附少量的金属离子,其中有机物在高温条件下全部灰化,对硅酸度无明显影响.在碳酸钠 20 g、硅酸钠 10 g、无水硼砂 10 g 的条件下,通过添加不同质量的氧化铅来调节硅酸度.称取相同质量的同一试样 5 份,在不同硅酸度的条件下进行测定,测试结果列于表 3.

表 3 硅酸度对测定结果的影响

Table 3 The influence of silicate degree on determination results						
氧化铅质量/g	80	100	120	150	200	相对平均偏差/%
金测定结果 w/%	2.531	2.525	2.535	2.528	2.525	0.13

由表 3 可知,5 次测定结果的相对平均偏差为 0.13%,测定结果无明显差异.为节约成本,减少铅污染,确定氧化铅质量为 100 g.

2.4 银添加量

在火试金富集金的过程中需添加银,金属银起

载体和灰吹保护作用.但对于金银合金,如果银量小于三倍的金量,则银不能溶解于硝酸,需要再添加部分银,以铅皮包裹,重新灰吹.银量可按以下公式粗略计算: $3\times m\times 15\%$ (其中 $m$ 为试料质量,15%为吸金树脂含金量; $3$ 为3倍试料中的金量).

2.5 覆盖剂的添加量

对于吸金树脂,主体大部分为有机物,熔融过程会产生大量气泡,为防止熔体飞溅,需在坩埚上增加覆盖剂无水硫酸钠,故对覆盖剂的用量进行了试验.试验结果表明,测定结果随覆盖剂用量增加而增大,当覆盖剂用量达到50 g时,结果恒定.

2.6 还原力试验

火试金铅扣质量一般要求30 g左右,过小富集不完全,过大灰吹时间长、金损失增加,而且灰皿容量有限.通过还原力试验,可调整面粉加入量,控制铅扣的大小.分别称取试样1 g、碳酸钠20 g、硅酸10 g、无水硼砂10 g、氧化铅100 g进行还原力试验,按照火试金法,得到铅扣质量约为8 g,则面粉加入量为 $(30-8\times m)/12$ (其中30为铅扣质量,8为吸金树脂还原力, $m$ 为试料质量,12为面粉还原力).

2.7 熔渣分析

通过对残渣的二次试金分析,可以判断火试金富集效果.二次试金试验方法如下:去掉坩埚表层硫酸钠覆盖剂,将熔渣和灰皿砸碎磨细,加入40 g碳酸钠、10 g硼砂、20 g二氧化硅和3.0 g淀粉,混匀后转入坩埚,上面覆盖一层10 mm厚无水硫酸钠,然后进行试金、灰吹和溶解,最后通过火焰原子吸收光谱法测定其中的金.通过对三个样品试金后残渣的二次试金分析,试验结果列于表4.

表 4 二次试金试验结果

Table 4 Results of the secondary assay test

试验号	1	2	3
称样量/g	2.6853	2.9763	2.5874
残留金质量/ $\mu\text{g}$	11.4	22.6	25.3

由表4可知,残留于残渣中的金均小于30  $\mu\text{g}$ ,表明金残留低,富集效果好,相对于高含量的吸金树脂残留金可以忽略不计,结果无需二次试金补正.

2.8 回收试验

将2份质量相同的同一试料分别盛于2只试金坩埚中,在其中一个坩埚中加入一定量的标准溶液,

按照实验步骤进行测定,根据两个测定结果计算回收率.分别对两个试样进行回收试验,试验结果列于表5所示.

表 5 回收试验结果

Table 5 Results of recovery test

试验号	样品金量 /mg	金加入量 /mg	测定金总量 /mg	回收量 /mg	回收率 /%
1	25.30	10.0	35.10	9.8	98.0
2	64.35	30.0	94.15	29.8	99.3

由表5可知,加标回收率均大于98%,回收率高,说明该方法准确可靠.

2.9 比对试验

采用火试金富集—重量法及灼烧灰化—AAS法分别对2个样品进行测定,测定结果列于表6所示.

表 6 方法比对试验结果

Table 6 Results of methods comparison test

样品编号	测定结果 $w_{\text{Au}}/\%$	
	火试金富集—重量法	灼烧灰化—AAS法
1	2.535	2.542
2	6.432	6.438

由表6可知,本法的测定结果与灼烧灰化—AAS法测定结果无明显差异,结果一致.

2.10 精密度试验

按照试验方法与步骤分别测定2个不同的样品,每个样品分别平行测定8次,测定结果列于表7.

表 7 精密度试验结果

Table 7 Results of precision test

样品 编号	测定结果 $w_{\text{Au}}/\%$				平均值 $w_{\text{Au}}/\%$	相对标准 偏差/%
1	2.531	2.526	2.536	2.528	2.530	0.17
	2.535	2.524	2.533	2.530		
2	6.443	6.432	6.440	6.433	6.435	0.09
	6.430	6.438	6.437	6.425		

由表7可知,对2个样品分别进行8次平行测定,相对标准偏差均小于0.2%,说明该法可靠,测定结果稳定.

### 3 结 论

采用火试金富集—重量法测定吸金树脂中的金,测定结果与灼烧灰化—AAS法的测定结果一致,无杂质干扰,结果准确稳定,且操作简单.本法测定的相对标准偏差小于0.2%,加标回收率大于98%.

#### 参考文献:

- [1] 贺仕军. PVC—尼龙6树脂分离富集TMK光度法测定金的改进及应用[J]. 湖南有色金属, 2009, 25(1): 45-48.
- [2] 李小红. 火试金法测定树脂中的金[J]. 黄金, 2010, 31(4): 54-55.
- [3] 杨平平, 田新娟, 李波, 等. 灼烧法与硝酸—高氯酸法处理火焰原子吸收光谱法测定树脂中的金[J]. 冶金分析, 2013, 33(6): 23-26.
- [4] 郑若锋, 陈万年, 孙中华. 萃取还原重量法测铂钯物料中的金[J]. 四川化工与腐蚀控制, 2004, 3(4): 3-5.
- [5] 李小红, 储臻, 张蕾. 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中痕量金[J]. 资源环境与工程, 2006, 20(3): 229-331.

- [6] 王献科, 李莉芬. 液膜分离富集金[J]. 湖南冶金, 2006, 36(6): 24-26.
- [7] 甘建壮, 管有祥, 李楷中, 等. 火试金法测定金锡合金中金含量[J]. 贵金属, 2008, 29(4): 34-36.
- [8] 袁文明, 黄树茂. 容量法测定金合金中的金[J]. 贵金属, 2006, 27(3): 50-53.
- [9] 肖红新. 湿法分离—火焰原子吸收光谱法测定杂铜中的金[J]. 贵金属, 2013, 34(1): 67-68.
- [10] 杨丽飞, 陈焱, 马德起. 改性木质素富集—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜精矿中金、铂、钯[J]. 理化检验—化学分册, 2011, 47(3): 339-341.
- [11] 李小红, 储臻, 张蕾. 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中痕量金[J]. 资源环境与工程, 2006, 20(3): 229-331.
- [12] 张利, 朱化丽, 宋光良. 极谱络合吸附波测定痕量金的研究[J]. 理化检验—化学分册, 2005, 41(10): 748-750.
- [13] 李洪芳, 高树林. 原子荧光光谱仪在黄金矿山金测定中应用[J]. 吉林地质, 2011, 31(4): 89-92.
- [14] 王晶雯, 肖度元. 中子活化分析法测定金属矿床中金含量[J]. 同位素, 1997, 10(2): 93-96.
- [15] 吴奕阳, 叶晓珉, 方名戊. 波长色散X射线荧光光谱法测定纯金中金[J]. 理化检验—化学分册, 2003, 39(1): 639-641.

## Determination of gold in absorption gold resin by fire assay enrichment-weight method

XIAO Hongxin

Guangdong General Research Institute for Industrial Technology (Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals), Guangzhou 510650, China

**Abstract:** The gold was collected from molten lead trapped gold, through batching and absorption gold resin melted by high temperature. After cooling, lead button extracted from molten was produced, the other substances and flux are kept in the form of ashes. The lead button trapped gold was separated after high temperature ash blowing differs with weight. These particles containing silver was dissolved into nitric acid and determined by weight method. The results show that burning ash and atomic absorption spectrometry test methods are very similar and simplified operation. Standard deviation below 0.2%, recovery is greater than 98%.

**Key words:** fire assay enrichment; absorption gold resin; gold; weight method