

## 活性炭富集火焰法测定金

### 一、方法

试样经 650℃灼烧,王水分解、动物胶凝聚硅酸后,用活性炭动态吸附 Au,再经灰化、提取,制成 HCl(1+11)溶液。将试液吸入空气-乙炔火焰中,用 AAS 法测定 Au 的吸光度,本法适用于岩石、矿物中  $\omega(\text{Au})/10^{-6}=0.05\sim 100$  的测定。

### 二、设备及试剂配制

活性炭吸附柱:将内径为 35mm、高 90mm 的玻璃吸附柱插入抽滤孔中,柱内放一片外径为 34mm 的多孔塑料板,倾入纸浆抽滤,滤干后纸浆层厚约 3~4mm,再加入活性炭与纸浆的混合物(1+2),抽滤,抽干后厚度为 5~7mm(视 Au 含量高低而使活性炭为 0.5~1g),以水吹洗柱壁,再加一层薄纸浆。装上布氏漏斗,在漏斗上垫两张滤纸并加入少许纸浆,备用。

活性炭及其处理:活性炭的粒度应为 0.075mm,若使用的活性炭纯度不够可分别采用如下两种方法处理:(1)将活性炭置于塑料烧杯中,加入热的 40g/LNH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>,溶液浸没活性炭并放置 48h 以上,然后过滤,用 HCl(1+24)洗涤 8~10 次,再用热水洗涤 8 次,放置晾干备用,(2)将活性炭置于烧杯中、加入 HCl(1+5)浸没活性炭,加热煮沸 1h,再浸泡数小时后过滤,用水洗涤,反复处理数次,直至滤液不呈现 Fe<sup>3+</sup>的黄色为止。

金标准贮存溶液:称取 1.0000g 高纯 Au 于烧杯中,加入 20mL 王水,低温加热溶解,移入 1000mL 容量瓶中,加入 80mL 王水,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含 1000μg/mL Au。

金标准溶液:移取 25.0mL Au 标准贮存溶液于 500mL 容量瓶中。加入 40mL 王水,用水稀释至刻度混匀。此溶液含 50.0μg/mL Au。

### 三、仪器及工作条件

WFX-1B 型原子吸收光谱仪。金空心阴极灯;灯电流 3mA;波长 242.8nm;光谱通带 0.4nm;燃烧器高度 6mm;空气流量 7.0L/min;乙炔流量 1.8L/min。

### 四、分析步骤

称取 10.00~30.00g 试样于瓷坩埚中,从低温升至 650℃灼烧 2h(中途搅拌一次)。取出冷却,转入烧杯中,用水润湿,加入 80mL 王水,低温加热分解并蒸至体积约为 25mL,取下,用水冲洗表皿和杯壁,加入 10mL 10g/L 动物胶溶液,搅拌数分钟,加入 100mL 水,搅匀。将试样溶液倒入已制备好的活性炭吸附柱上的布氏漏斗中,抽滤,用热 HCl(1+19)洗涤烧杯及残渣 4~5 次,取下布氏漏斗,用 50g/LNH<sub>4</sub>F 热溶液洗涤吸附柱 7~8 次,再用热 HCl(1+19)洗涤 7~8 次,热水 7~8 次。停止抽滤,将活性炭和纸浆移入瓷坩埚中,用小张滤纸擦将残留的活性炭,合并于坩埚中,将坩埚置于电炉上,待坩埚中内容物干燥炭化后,移入 700℃马弗炉中灼烧至完全灰化并保温 10min,取出坩埚冷却。于坩埚中加入 5mL 王水,低温加热溶解并蒸至 2~3mL 时取下,移入 25mL 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。调整 AAS 仪至似定的工作条件,将试液吸入空气-乙炔火焰中,测定 Au 的吸光度。

工作曲线的绘制:分别移取含 0、25、50、75、100、150、200、250μg Au 标准溶液于一组 25mL 容量瓶中,加入 2mL 王水,用水稀释至刻度,混匀。与试样溶液同批测定。以 Au 的质量浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 五、分析结果的计算

按下式计算试样中 Au 的含量。

$$w_B/10^{-6} = \frac{(\rho_{B_2} - \rho_{B_1}) \times V_s}{m_s}$$

式中  $w_B$ ——被测元素(组分)的质量分数, 其中 B 指被测元素(组分)

$\rho_{B_2}$ ——工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$\rho_{B_1}$ ——工作曲线上查得空白试液中被测元素的质量浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V_s$ ——试样溶液的总体积, mL;

$m_s$ ——称取试样的质量, g.

## 六、注意事项

(1)试样要充分灼烧, 以除尽有机物、炭、硫等, 否则会使分析结果偏低, (2)用活性炭富集后的灰化温度不宜太高, 以防 Au 的损失, 但灰化必须完全, 否则结果偏低。(3)根据 Au 的含量高低可以扩大或缩小测定试液的体积。(4)分析含 Sb、As 高的试样时, 先用 HCl-SnCl<sub>2</sub> 分解, 经过滤分离和残渣于 700℃灼烧, 将 Sb、As 等共存干扰元素除去。再用王水分解、泡沫塑料吸附、硫脲解脱。将解脱液吸入空气-乙炔火焰中, 用 AAS 法测定 Au 的吸光度。本法适用于含 Sb、As 量高的岩石矿物中  $w(\text{As})/10^{-6}=0.1\sim30$  和测定。