

## 火焰原子荧光光谱法测定金

### 一、方法提要

试样经 650℃ 灼烧，王水分解后，于王水（1+9）介质中用泡沫塑料富集 Au，再采用硫脲溶液解脱，将试液吸入空气-煤气火焰中，用 SK-830 测金仪测定，与标准系列比较定量。

### 二、试剂及配制

盐酸（分析纯）；

硝酸（分析纯）；

硫脲溶液(10g/L): 称取 10.0g 硫脲于 1000 mL 水中，并不断搅拌至完全溶解。

王水（1+1）：取三份盐酸，四份水，一份硝酸，混合均匀。

Au 标准储备液：称取 1.0000 g 高纯 Au 于烧杯中，加入 200 mL 王水，低温加热溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，加入 80 mL 王水，用水稀释至刻度，混匀，此溶液  $\rho(\text{Au}) = 1000 \mu\text{g/mL}$ ，或直接购买已知浓度的 Au 标准溶液。

Au 标准溶液：移取 10.00 mL Au 标准储备液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）于 100 mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸，后用水稀释至刻度，此溶液  $\rho(\text{Au}) = 100 \mu\text{g/mL}$ ，此溶液可保存备用。

### 三、仪器及工作条件

SK-830 火焰法原子荧光测金仪

特制 Au 高性能空心阴极灯

灯电流：（60~80）mA

光电倍增管负高压：（-250~-450）V

燃气流量：（80~100）mL/min

载气流量：1600 mL/min

辅气流量：（600~800）mL/min

### 四、分析步骤

#### 1. 样品预处理

称取 10 g 被测样品于 50 mL 瓷坩埚中，放入高温炉中在 650℃灼烧 1 小时，冷却 1 小时，之后放入 250 mL 锥形瓶中，放入 40 mL 王水（1+1），在电热板上加热微沸 40 分钟左右，蒸至溶液剩余一半，取下冷却后，加 80 mL 水置于锥形瓶溶液中，并将溶液摇匀，待溶液完全冷却后加入一块吸金泡沫（约重 0.3g），盖上胶塞，在振荡器上振荡 30 分钟，取出泡沫，用滤纸将水分吸干，将吸附有 Au 的泡沫塑料放入已盛有 25 mL 硫脲溶液（10g/L）的比色管中，在沸水浴中保持 30 分钟，趁热用大头玻璃棒多次挤压泡沫塑料，使解脱液均匀。取出泡沫塑料，溶液冷却至室温，于过滤后进行测定。

## 2. 标准系列

准确吸取 100μg/mL 的 Au 标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL，分别置于 100 mL 容量瓶中，用硫脲溶液(10g/L)将其稀释至刻度，即标准系列为 0.00、0.50、1.00、2.00、5.00、7.00、10.00μg/mL，摇匀备用。

## 3. 测定

设置好仪器最佳条件，点火后待仪器稳定后方可进行测定。测定时，将标准系列溶液、供试液导入仪器中进行测定，测定供试液中待测元素含量。

## 五、结果计算

试样溶液测定时的计算公式：

$$\omega_B/(g/T)=\frac{\rho_B \times V_s}{m_s}$$

式中： $\omega_B$ ——被测元素的质量分数，其中 B 指被测元素，此处指金；

$\rho_B$  ——从工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度，μg/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.不同厂家和批次的泡沫塑料，对 Au 的吸附效果有所差异，同批试样宜采用同样的泡沫塑料，标准样品与试样同时吸附，可以消除部分由于泡沫塑料吸附率引起的误差。

2.泡沫塑料吸附的适宜温度为（20~35）℃之间，若室温低于 20℃，需延长吸附时间。

4.对于含量很低的样品，例如：尾矿、矿渣等在解脱时，可以进一步减小解脱液（硫脲）的体积，以及在测试过程中适当增加负高压。