

## 6.2.1.1 活性炭动态吸附原子吸收光谱法测定矿石中金量

### (1) 方法提要

矿样经焙烧后，用王水和氟化物分解，活性炭动态吸附分离金，分离物经灼烧后再用王水溶解金。在 5%(V/V)盐酸溶液中用火焰原子吸收光谱法测定金量。

本法测定范围： $w(\text{Au}) > 0.05 \times 10^{-6}$ 。

### (2) 试剂

王水溶液：1+1，3 体积盐酸、1 体积硝酸与 4 体积水混匀，临用前配制。

氟化氢铵。

氢氟酸。

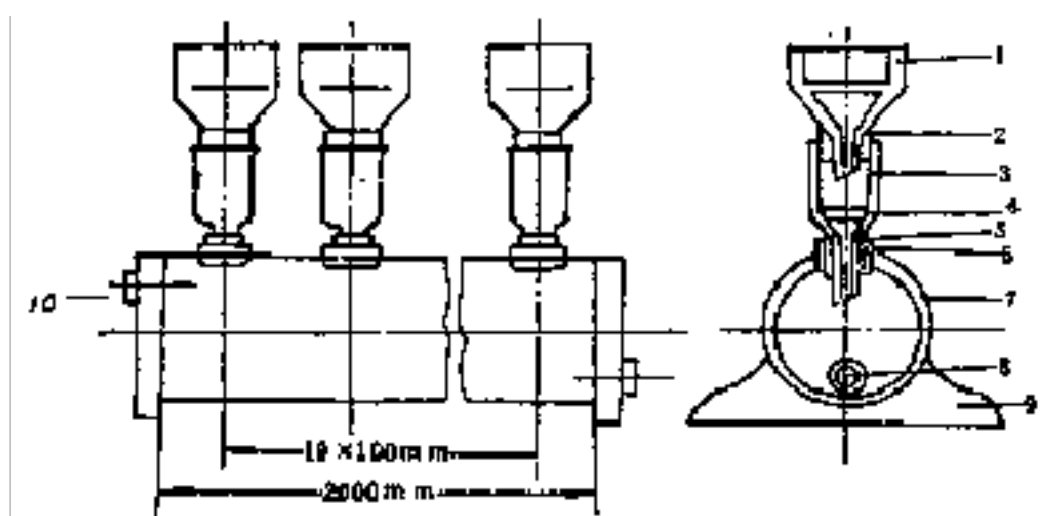
盐酸溶液：5%(V/V)。

活性炭：粒度小于 160 目。用含有 30g/L 氟化氢铵和 5%(V/V)盐酸的溶液于塑料桶中浸泡 7 天左右。以 5%(V/V)盐酸溶液充分洗涤，最后用水洗至中性。低温干燥或风干。灰份应降至 $<0.1\%$ 。

氯化钾溶液：200g/L。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.500 0g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1 000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，以水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

金标准溶液：吸取 100mL  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 烧杯中，加入 3mL 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干。取下，以 5%(V/V)盐酸溶液移入 500mL 容量瓶中，冷却至室温，以 5%(V/V)盐酸溶液定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。



活性炭吸附抽滤装置图

1 - 布氏漏斗( $\Phi 80\text{mm}$ )；2 - 胶塞(7号)；3 - 吸附柱(内  $\Phi 32\text{mm}$ ，H60mm)；

---

4 - 多孔滤板( $\Phi$ 30mm) ; 5 - 胶塞(6号) ; 6 - 吸附柱插孔( $\Phi$ 30mm) ;

7 - 抽滤筒( $\Phi$ 150mm) ; 8 - 排液孔( $\Phi$ 8mm) ; 9 - 抽滤筒座 ; 10 - 抽气孔( $\Phi$ 8mm)。

### (3) 仪器与装置

密闭水浴溶样器。

耐酸塑料溶样瓶 : 300 ~ 400mL。

活性炭吸附抽滤装置。

真空泵 : 抽气速率 1 ~ 2L/s。

洗气装置 : 5L 抽滤瓶 , 内盛约 1L 50g/L 氢氧化钠溶液 , 加入适量甲基橙溶液 , 溶液呈黄色。抽滤瓶上口塞胶塞 , 胶塞上带有一支玻璃管 , 其下端插入氢氧化钠溶液中 (接近抽滤瓶底) , 其上端与抽滤筒的抽气孔 10 用厚壁胶管相连 , 抽滤瓶边管与真空泵抽气管用厚壁胶管相连。使用过程中液面接近玻璃管下口时 , 应补加水 , 若甲基橙指示剂变为红色 , 说明溶液已呈酸性 , 应更换氢氧化钠溶液。(洗气装置的作用是中和抽滤时由抽滤筒中带出的酸气 , 以防酸气腐蚀真空泵)。

原子吸收光谱仪。

金空心阴极灯。

### (4) 分析步骤

称取 20.00 ~ 30.00g 矿样于 50mL 或 100mL 瓷坩埚中 , 置箱式电炉中 , 于 650°C 焙烧 1 ~ 2h。焙烧过程稍开启炉门 , 以保证炉内氧气充足。硫化矿应增加焙烧时间 , 含砷量高的矿样应在 400°C 焙烧 2h 后再升至 650°C 焙烧。取出冷却 , 用常压热分解法或增压热分解法分解矿样。

常压法 : 将矿样移入 300mL 烧杯中 , 加入 80mL 1 + 1 王水溶液、1 ~ 2g 氟化氢铵 , 盖表皿。碳酸盐含量高的样品应分次加入王水 , 以防反应剧烈试液溢出。将烧杯置电砂浴上加热至沸腾 , 并保持在微沸状态下使矿样中金分解完全。取下烧杯 , 用水冲洗表皿和杯壁 , 加水稀释至 150mL 左右。冷却至 50°C 以下。用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

增压法 : 将矿样移入 300 ~ 400mL 耐酸塑料溶样瓶中 , 加入 50mL 1 + 1 王水溶液、2mL 氢氟酸(或 1.5g 氟化氢铵) , 旋紧瓶盖。置于密闭水浴溶样器中煮沸 30 ~ 40min。取出 , 冷却 , 启盖 , 用水冲洗瓶盖和瓶壁 , 加水稀释至 150mL 左右 , 用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

吸附抽滤装置按以下方法装填：在吸附柱多孔滤板上放一张滤纸，铺 2~3mm 厚滤纸浆，吸紧，压平。放入混有活性炭的纸浆(内含 0.3~0.5g 活性炭和 1.5~2g 干纸浆)，吸紧，用水冲洗吸附柱内壁，压平。上面放一张滤纸，再铺一层 1~2mm 厚的纸浆，吸紧。连接布氏漏斗，在布氏漏斗中放一张滤纸，并沿漏斗内壁加入适量滤纸浆，吸紧。

将试液连同残渣一起倒入布氏漏斗中，试液流净后，用 5%(V/V)盐酸溶液洗净烧杯或溶样瓶，并洗涤残渣 7~8 次。移去布氏漏斗，用 5%(V/V)盐酸溶液洗涤吸附柱内活性炭纸浆层 7~8 次。最后用水洗涤 5~6 次，吸干。将滤饼移入 30~50mL 瓷坩埚中，坩埚置于 650℃箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化。

取出坩埚，冷却至室温。加入 3~4 滴 200g/L 氯化钾溶液、3mL 新配制的王水，置水浴上溶解并蒸发至干。取下，冷却至室温。视金量以 5%(V/V)盐酸溶液移入适当容积的容量瓶中，并以 5%(V/V)盐酸溶液定容。

标准系列配制：分取 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mL  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准溶液分别置于一组 100mL 容量瓶中，以 5%(V/V)盐酸溶液定容。此标准系列金的质量浓度  $\rho(\text{Au})$  分别为 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

选择波长 242.795nm 分析线，用空气-乙炔贫燃火焰，其它条件按所用仪器性能调至最佳工作状态。吸喷金标准系列溶液，用浓度直读法绘制标准曲线。在相同条件下分别吸喷试液，测定试液金含量。

$$w(\text{Au})/10^{-6} = \frac{\rho(\text{Au}) \times V}{m}$$

式中： $w(\text{Au})$ ——金的质量分数， $10^{-6}$ ；

$\rho(\text{Au})$ ——测得试液金的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V$ ——试液总体积，mL；

$m$ ——称样量，g。

## 6.2.1.2 泡沫塑料静态吸附原子吸收光谱法测定矿石中金量

### (1) 方法提要

---

矿样经焙烧后，用王水和氟化物分解，泡沫塑料静态吸附分离金，分离物经灼烧后再用王水溶解金。在 5%(V/V)盐酸溶液中用火焰原子吸收光谱法测定金量。

本法测定范围： $w(\text{Au}) > 0.05 \times 10^{-6}$ 。

## (2) 试剂

王水溶液：1+1，3 体积盐酸、1 体积硝酸与 4 体积水混匀。临用前配制。

氟化氢铵。

盐酸溶液：5%(V/V)。

聚氨酯泡沫塑料：软质聚醚型，密度  $0.02\text{g/cm}^3 \sim 0.03\text{g/cm}^3$ ，灰分  $< 0.2\%$ 。

氯化钾溶液：200g/L。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.500 0g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1 000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，以水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g/mL}$ 。

金标准溶液：吸取 100mL  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g/mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 烧杯中，加入 3mL 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干。取下，以 5%(V/V)盐酸溶液移入 500mL 容量瓶中，冷却至室温，以 5%(V/V)盐酸溶液定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g/mL}$ 。

## (3) 仪器与装置

密闭水浴溶样器。

耐酸塑料溶样瓶：300 ~ 400mL。

康氏振荡器。

原子吸收光谱仪。

金空心阴极灯。

## (4) 分析步骤

称取 20.00 ~ 30.00g 矿样于 50mL 或 100mL 瓷坩埚中，置箱式电炉中，于  $650^\circ\text{C}$  焙烧 1 ~ 2h。焙烧过程稍开启炉门，以保证炉内氧气充足。硫化矿应增加焙烧时间，含砷量高的矿样应在  $400^\circ\text{C}$  焙烧 2h 后再升至  $650^\circ\text{C}$  焙烧。取出冷却，用常压热分解法或增压热分解法分解矿样。

常压法：将矿样移入 300mL 锥形瓶中，加入 80mL 1 + 1 王水溶液，1 ~ 2g 氟化氢铵，盖表皿。碳酸盐含量高的样品应分次加入王水，以防反应剧烈试液溢出。将烧杯置电砂浴上加热至沸腾，并保持在微沸状态下使矿样中金分解完全。取下锥形瓶，用水冲洗瓶壁，加水稀释至 150mL 左右。冷却至 50℃以下。用泡沫塑料静态吸附分离金。

增压法：将矿样移入 300 ~ 400mL 耐酸塑料溶样瓶中，加入 50mL 1 + 1 王水溶液，2mL 氢氟酸(或 1.5g 氟化氢铵)，旋紧瓶盖。置于密闭水浴溶样器中煮沸 30 ~ 40min。取出，冷却，启盖，用水冲洗瓶盖和瓶壁，加水稀释至 150mL 左右，用泡沫塑料静态吸附分离金。

向瓶中投入 0.5g 泡塑，旋紧瓶塞。置振荡器上振荡 25min。取出泡塑，以水冲洗除去矿渣和伴存离子。挤压除去水分，用滤纸包裹，放入 50mL 瓷坩埚中。将坩埚置于 650℃箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化。

取出坩埚，冷却至室温。加入 3 ~ 4 滴 200g/L 氯化钾溶液、3mL 新配制的王水，置水浴上溶解并蒸发至干。取下，冷却至室温。视金量以 5%(V/V)盐酸溶液移入适当容积的容量瓶中，并以 5%(V/V)盐酸溶液定容。

标准系列配制：分取 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mL  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准溶液分别置于一组 100mL 容量瓶中，以 5%(V/V)盐酸溶液定容。此标准系列金的质量浓度  $\rho(\text{Au})$  分别为 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

选择波长 242.795nm 分析线，用空气乙炔贫燃火焰，其它条件按所用仪器性能调至最佳工作状态。吸喷金标准系列溶液，用浓度直读法绘制标准曲线。在相同条件下分别吸喷试液，测定试液金含量。

$$w(\text{Au})/10^{-6} = \frac{\rho(\text{Au}) \times V}{m}$$

式中：w(Au)——金的质量分数， $10^{-6}$ ；

$\rho(\text{Au})$ ——测得试液金的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

V——试液总体积，mL；

m——称样量，g。

### 6.2.1.3 活性炭动态吸附碘量法测定矿石中金量

## (1) 方法提要

矿样经焙烧后，用王水和氟化物分解，活性炭动态吸附分离金，分离物经灼烧后再用王水溶解金。在稀乙酸溶液中，加入氟化氢铵和 EDTA 掩蔽干扰元素。加入碘化钾与金(Ⅲ)反应析出等质量的碘，以淀粉溶液为指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，间接求得金量。

本法测定范围： $w(\text{Au}) > 1 \times 10^{-6}$ 。

## (2) 试剂

王水溶液：1+1，3 体积盐酸 1 体积硝酸与 4 体积水混匀。临用前配制。

氟化氢铵。

盐酸溶液：5%(V/V)。

活性炭：粒度小于 160 目。用含有 30g/L 氟化氢铵和 5%(V/V)盐酸的溶液于塑料桶中浸泡 7 天左右。用 5%(V/V)盐酸溶液充分洗涤，最后用水洗至中性。低温干燥或风干。灰分应降至  $< 0.1\%$ 。

氯化钾溶液：200g/L。

乙酸溶液：7%(V/V)。

乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液：25g/L(加热溶解)。

碘化钾。

淀粉溶液：10g/L，将 1g 可溶性淀粉用少量水调成糊状，在不断搅拌下加入 100mL 热水，并适当加热使淀粉完全溶解。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.5000g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，加水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

金标准溶液：吸取 50mL  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 容量瓶中，以 10%(V/V)王水溶液定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

硫代硫酸钠标准贮备溶液：称取 2.5g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  溶解于煮沸 10min 冷却的水中，加入 0.1g 无水碳酸钠，移入 1000mL 棕色容量瓶中，以相同水定容。此溶液 1mL 约相当于 1mgAu。

硫代硫酸钠标准溶液：分取 25、50、100mL 上述标准溶液分别置于 1 000mL 棕色容量瓶中，各加入 0.1g 无水碳酸钠，用同样煮沸过的水定容。1mL 硫代硫酸钠标准溶液分别约相当于 25、50、100 $\mu$ gAu。经标定后使用。

标定：分别吸取  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$  金标液 5、10、20mL 各数份于 50mL 瓷坩埚中，加入 5~6 滴 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干。沿坩埚壁每次加入 1mL 盐酸重复蒸干两次。加入 5mL7%(V/V)乙酸溶液，温热溶解，冷却。加入约 0.1g 碘化钾，搅拌，视金量分别用不同浓度硫代硫酸钠标准溶液滴定至微黄色，加入 5 滴 10g/L 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失。

$$T_{\text{Au}} = \frac{\rho(\text{Au}) \times V}{V_1}$$

式中： $T_{\text{Au}}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$\rho(\text{Au})$ ——金标准溶液的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V$ ——吸取金标准溶液的体积，mL；

$V_1$ ——滴定金标准溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL。

### (3) 仪器与装置

密闭水浴溶样器。

耐酸塑料溶样瓶：300~400mL。

活性炭吸附抽滤装置。

真空泵。

洗气装置同 6.2.1.1(3)。

### (4) 分析步骤

称取 20.00~30.00g 矿样于 50mL 或 100mL 瓷坩埚中，置箱式电炉中，于 650 $^{\circ}\text{C}$  焙烧 1~2h。焙烧过程稍开启炉门，以保证炉内氧气充足。硫化矿应增加焙烧时间，含砷量高的矿样应在 400 $^{\circ}\text{C}$  焙烧 2h 后再升至 650 $^{\circ}\text{C}$  焙烧。取出冷却，用常压热分解法或增压热分解法分解矿样。

常压法：将矿样移入 300mL 烧杯中，加入 80mL1+1 王水溶液，1~2g 氟化氢铵，盖表皿。碳酸盐含量高的样品应分次加入王水，以防反应剧烈试液溢出。将烧杯置电砂浴上加热至沸腾，并保持在微沸状态下使矿样中金分解完全。取下烧杯，用水冲洗

表皿和杯壁，加水稀释至 150mL 左右。冷却至 50℃以下。用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

增压法：将矿样移入 300~400mL 耐酸塑料溶样瓶中，加入 50mL 1+1 王水溶液，2mL 氢氟酸(或 1.5g 氟化氢铵)，旋紧瓶盖。置于密闭水浴溶样器中煮沸 30~40min。取出，冷却，启盖，用水冲洗瓶盖和瓶壁，加水稀释至 150mL 左右，用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

吸附抽滤装置按以下方法装填：在吸附柱多孔滤板上放一张滤纸，铺 2~3mm 厚滤纸浆，吸紧，压平。放入混有活性炭的纸浆(内含 0.3~0.5g 活性炭和 1.5~2g 干纸浆)，吸紧，用水冲洗吸附柱内壁，压平。上面放一张滤纸，再铺一层 1~2mm 厚的纸浆，吸紧。连接布氏漏斗，在布氏漏斗中放一张滤纸，并沿漏斗内壁加入适量滤纸浆，吸紧。

将试液连同残渣一起倒入布氏漏斗中，试液流净后，用 5%(V/V)盐酸溶液洗净烧杯，并洗涤残渣 7~8 次。移去布氏漏斗，用 5%(V/V)盐酸溶液洗涤吸附柱内活性炭纸浆层 7~8 次。最后用水洗涤 5~6 次，吸干。将滤饼移入 30~50mL 瓷坩埚中，坩埚置于 650℃箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化。

取出坩埚，冷却至室温。加入 3 滴 200g/L 氯化钾溶液、3mL 王水于水浴上蒸干后，沿坩埚壁每次加入 1mL 盐酸重复蒸干两次。加入 5mL 7%(V/V)乙酸溶液，温热溶解，冷却。视铁量加入 0.05~0.2g 氟化氢铵，摇匀。视铜量加入 0.2~2mL 25g/L EDTA 溶液，立即加入约 0.1g 碘化钾，搅拌。用适当浓度硫代硫酸钠标准溶液滴定至微黄色，加入 5 滴 10g/L 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失。

$$w(\text{Au})/10^{-6} = \frac{T_{\text{Au}} \times V}{m}$$

式中：w(Au)——金的质量分数， $10^{-6}$ ；

$T_{\text{Au}}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

m——称样量。

#### 6.2.1.4 泡沫塑料静态吸附碘量法测定矿石中金量

##### (1) 方法提要

---

矿样焙烧后，用王水和氟化物分解，泡塑静态吸附分离金，分离物经灼烧后再用王水溶解金。在稀乙酸溶液中，加入氟化氢铵和 EDTA 掩蔽干扰元素。加入碘化钾与金(Ⅲ)反应析出等质量的碘，以淀粉溶液为指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘，间接求得金量。

本法测定范围： $w(\text{Au}) > 1 \times 10^{-6}$ 。

## (2) 试剂

王水溶液：1+1，3 体积盐酸、1 体积硝酸与 4 体积水混匀。临用前配制。

氟化氢铵。

盐酸溶液：5%(V/V)。

聚氨酯泡沫塑料：软质聚醚型，密度  $0.02\text{g/cm}^3 \sim 0.03\text{g/cm}^3$ ，灰分  $< 0.2\%$ 。

氯化钾溶液：200g/L。

乙酸溶液：7%(V/V)。

乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液：25g/L (加热溶解)。

碘化钾。

淀粉溶液：10g/L，将 1g 可溶性淀粉用少量水调成糊状，在不断搅拌下加入 100mL 热水，并适当加热使淀粉完全溶解。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.500 0g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，加水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au}) = 500\mu\text{g/mL}$ 。

金标准溶液：吸取 50mL  $\rho(\text{Au}) = 500\mu\text{g/mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 容量瓶中，以 10%(V/V) 王水溶液定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au}) = 100\mu\text{g/mL}$ 。

硫代硫酸钠标准溶液：称取  $2.5\text{gNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  溶解于煮沸 10min 冷却的水中，加入 0.1g 无水碳酸钠，移入 1 000mL 棕色容量瓶中，以相同水定容。此溶液 1mL 相当于 1mgAu。分取 25、50、100mL 上述标准溶液分别置于 1 000mL 棕色容量瓶中，各加入 0.1g 无水碳酸钠，用同样煮沸过的水定容。1mL 硫代硫酸钠标准溶液分别相当于 25、50、100 $\mu\text{gAu}$ 。经标定后使用。

标定：分别吸取  $\rho(\text{Au}) = 100\mu\text{g/mL}$  金标液 5、10、20mL 各数份于 50mL 瓷坩埚中，加入 5~6 滴 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干。沿坩埚壁每次加入 1mL 盐酸重复蒸干两次。加入 5mL 7%(V/V) 乙酸溶液，温热溶解，冷却。加入约 0.1g 碘化钾，搅

拌，视金量分别用不同浓度硫代硫酸钠标准溶液滴定至微黄色，加入 5 滴 10g/L 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失。

$$T_{\text{Au}} = \frac{\rho(\text{Au}) \times V}{V_1}$$

式中： $T_{\text{Au}}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$\rho(\text{Au})$ ——金标准溶液的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V$ ——吸取金标准溶液的体积， $\text{mL}$ ；

$V_1$ ——滴定金标准溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积， $\text{mL}$ 。

### (3) 仪器与装置

密闭水浴溶样器。

耐酸塑料溶样瓶：300 ~ 400mL。

康氏振荡器。

### (4) 分析步骤

称取 20.00 ~ 30.00g 矿样于 50mL 或 100mL 瓷坩埚中，置箱式电炉中，于 650°C 焙烧 1 ~ 2h。焙烧过程稍开启炉门，以使炉内氧气充足。硫化矿应增加焙烧时间，含砷量高的矿样应在 400°C 焙烧 2h 后再升至 650°C 焙烧。取出冷却，用常压热分解法或增压热分解法分解矿样。

常压法：将矿样移入 300 ~ 400mL 锥形瓶中，加入 80mL 1 + 1 王水溶液，1 ~ 2g 氟化氢铵，盖表皿。碳酸盐含量高的样品应分次加入王水，以防反应剧烈试液溢出。将烧杯置电砂浴上加热至沸腾，并保持在微沸状态下使矿样中金分解完全。取下锥形瓶，用水冲洗瓶壁，加水稀释至 150mL 左右。冷却至 50°C 以下。用泡沫塑料静态吸附分离金。

增压法：将矿样移入 300mL 耐酸塑料溶样瓶中，加入 50mL 1 + 1 王水溶液，2mL 氢氟酸(或 1.5g 氟化氢铵)，旋紧瓶盖。置于密闭水浴溶样器中煮沸 20 ~ 40min。取出，冷却，启盖，用水冲洗瓶盖和瓶壁，加水稀释至 150mL 左右，用泡沫塑料静态吸附分离金

向瓶中投入 0.5g 泡塑，塞紧瓶塞。置振荡器上振荡 25min。取出泡塑，以水冲洗除去矿渣和伴存离子。挤压除去水分，用滤纸包裹，放入 50mL 瓷坩埚中。将坩埚置于

650℃箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化。

取出盛有灰分的坩埚，冷却，加入 3 滴 200g/L 氯化钾溶液、3mL 王水于水浴上蒸干后，沿坩埚壁每次加入 1mL 盐酸重复蒸干两次。加入 5mL7%(V/V)乙酸溶液，温热溶解，冷却。视铁量加入 0.05~0.2g 氟化氢铵，摇匀。视铜量加入 0.2~2mL25g/L EDTA 溶液，立即加入约 0.1g 碘化钾，搅拌。用适当浓度硫代硫酸钠标准溶液滴定至微黄色，加入 5 滴 10g/L 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失。

$$w(\text{Au})/10^{-6} = \frac{T_{\text{Au}} \times V}{m}$$

式中：w(Au)——金的质量分数， $10^{-6}$ ；

$T_{\text{Au}}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

m——称样量。

### 6.2.1.5 活性炭动态吸附氢醌滴定法测定矿石中金量

#### (1) 方法提要

矿样焙烧后，用王水和氟化物分解，活性炭动态吸附分离金，灼烧分离物，用王水溶解金。在磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液中，以联苯胺为指示剂，用氢醌标准溶液直接滴定 Au。

本法适用范围： $w(\text{Au}) > 1 \times 10^{-6}$ 。

#### (2) 试剂

王水溶液：1+1，3 体积盐酸、1 体积硝酸与 4 体积水混匀。临用前配制。

氟化氢铵。

盐酸溶液：5%(V/V)。

活性炭：粒度小于 160 目。用含有 30g/L 氟化氢铵和 5%(V/V)盐酸的溶液于塑料桶中浸泡 7 天左右。用 5%(V/V)盐酸溶液充分洗涤，最后用水洗至中性。低温干燥或风干。灰分应降至 $<0.1\%$ 。

氯化钾溶液：200g/L。

磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液：pH2 ~ 2.5，称取 50g 磷酸二氢钾溶于 450mL 水中，加入 15mL 磷酸。用磷酸和氢氧化钾调节 pH 值为 2 ~ 2.5，加水稀释至 500mL，混匀。若缓冲溶液中含有还原性物质，应加入饱和氯水直至有氯气味为止，再煮沸除去过量氯。取此溶液 5mL，加入 1 滴 1g/L 联苯胺溶液不显黄色为合格。冷却后用水稀释至 500mL。

联苯胺溶液：1g/L，称取 0.1g 联苯胺溶解于数滴冰乙酸中，加水稀释至 100mL，混匀。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.500 0g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1 000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，加水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

金标准溶液：吸取 50mL  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 容量瓶中，以 10%(V/V)王水定容。此溶液  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

氢醌标准贮备溶液：称取对苯二酚 0.837 5g 溶解于约 400mL 水中，加入 8.3mL 盐酸，加水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 约相当于 1mg 金。

氢醌标准溶液：分取 25mL、50mL、100mL 氢醌标准贮备溶液，分别置于 1 000mL 容量瓶中，各加入 8mL 盐酸，以水定容。此三种标准溶液对于金的滴定度分别为  $T_{\text{Au}} \approx 25\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $T_{\text{Au}} \approx 50\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $T_{\text{Au}} \approx 100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

标定：分别吸取 2.5mL、5mL、10mL 金标准溶液各数份于 50mL 烧杯中，加入 3 滴 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干，取下。加入 5mL 磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液，摇匀，分别用相应浓度的氢醌标准溶液滴定至金(III)黄色几乎退去，加入 3 滴 1g/L 联苯胺溶液，继续滴定至黄色消失。

$$T_{\text{Au}} = \frac{\rho(\text{Au}) \times V}{V_1}$$

式中： $T_{\text{Au}}$ ——氢醌标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$\rho(\text{Au})$ ——金标准溶液的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V$ ——吸取金标准溶液体积，mL；

$V_1$ ——滴定金标准溶液消耗氢醌标准溶液体积，mL。

### (3) 仪器与装置

密闭水浴溶样器。

---

耐酸塑料溶样瓶：300 ~ 400mL。

活性炭吸附抽滤装置。

真空泵。

洗气装置同 6.2.1.1(3)。

#### (4) 分析步骤

称取 20.00 ~ 30.00g 矿样于 50mL 或 100mL 瓷坩埚中，置箱式电炉中，于 650°C 焙烧 1 ~ 2h。焙烧过程稍开启炉门，以保证炉内氧气充足。硫化矿应增加焙烧时间，含砷量高的矿样应在 400°C 焙烧 2h 后再升至 650°C 焙烧。取出冷却，用常压热分解法或增压热分解法分解矿样。

常压法：将矿样移入 300mL 烧杯中，加入 80mL 1 + 1 王水溶液，1 ~ 2g 氟化氢铵，盖表皿。碳酸盐含量高的样品应分次加入王水，以防反应剧烈试液溢出。将烧杯置电砂浴上加热至沸腾，并保持在微沸状态下使矿样中金分解完全。取下烧杯，用水冲洗表皿和杯壁，加水稀释至 150mL 左右。冷却至 50°C 以下。用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

增压法：将矿样移入 300 ~ 400mL 耐酸塑料溶样瓶中，加入 50mL 1 + 1 王水溶液，2mL 氢氟酸(或 1.5g 氟化氢铵)，旋紧瓶盖。置于密闭水浴溶样器中煮沸 30 ~ 40min。取出，冷却，启盖，用水冲洗瓶盖和瓶壁，加水稀释至 150mL 左右，用活性炭吸附抽滤装置分离残渣和吸附金。

吸附抽滤装置按以下方法装填：在吸附柱多孔滤板上放一张滤纸，铺 2 ~ 3mm 厚滤纸浆，吸紧，压平。放入混有活性炭的纸浆(内含 0.3 ~ 0.5g 活性炭和 1.5 ~ 2g 干纸浆)，吸紧，用水冲洗吸附柱内壁，压平。上面放一张滤纸，再铺一层 1 ~ 2mm 厚的纸浆，吸紧。连接布氏漏斗，在布氏漏斗中放一张滤纸，并沿漏斗内壁加入适量滤纸浆，吸紧。

将试液连同残渣一起倒入布氏漏斗中，试液流净后，用 5% (V/V) 盐酸溶液洗净烧杯，并洗涤残渣 7 ~ 8 次。移去布氏漏斗，用 5%(V/V) 盐酸溶液洗涤吸附柱内活性炭纸浆层 7 ~ 8 次。最后用水洗涤 5 ~ 6 次，吸干。将滤饼移入 30 ~ 50mL 瓷坩埚中，坩埚置于 650°C 箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化。

取出盛有灰分的坩埚，冷却，加入 3 滴 200g/L 氯化钾溶液、3mL 王水，置水浴上溶解并蒸发至干，取下。加入 5mL 磷酸一磷酸二氢钾缓冲溶液，搅拌均匀。用适当浓

度氢醌标准溶液滴定至金(Ⅲ)黄色几乎消失，加入 3 滴联苯胺溶液，继续滴定至黄色消失。

$$w(\text{Au})/10^{-6} = \frac{T_{\text{Au}} \times V}{m}$$

式中： $w(\text{Au})$ ——金的质量分数， $10^{-6}$ ；

$T_{\text{Au}}$ ——氢醌标准溶液对于金的滴定度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V$ ——滴定试液消耗氢醌标准溶液体积， $\text{mL}$ ；

$m$ ——称样量， $\text{g}$ 。

### 6.2.1.6 原子吸收光谱法测定载金炭中金量

#### (1) 方法提要

试样经灼烧灰化后，用王水溶解金。用火焰原子吸收光谱法测定金量。

本法测定范围： $w(\text{Au}) > 1 \times 10^{-6}$ 。

#### (2) 所需试剂

王水：3 体积盐酸与 1 体积硝酸混匀。临用前配制。

氯化钾溶液：200g/L。

盐酸溶液：5%(V/V)。

金标准贮备溶液：称取纯金 0.500 0g 于 150mL 烧杯中，加入 20mL 王水，盖表皿，加热溶解。移入 1 000mL 容量瓶中，再加入 80mL 王水，冷却至室温，以水定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

金标准溶液：吸取 100mL  $\rho(\text{Au})=500\mu\text{g}/\text{mL}$  金标准贮备溶液于 250mL 烧杯中，加入 3mL 200g/L 氯化钾溶液，在水浴上蒸发至干。取下，以 5%(V/V) 盐酸溶液移入 500mL 容量瓶中，冷却至室温，以 5%(V/V) 盐酸溶液定容。此溶液金的质量浓度  $\rho(\text{Au})=100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

#### (3) 分析步骤

称取 0.100 0 ~ 1.000 0g 试样于 50mL 瓷坩埚中，将坩埚置于 650°C 箱式电炉中，关闭炉门，待灼烧至不能发生明火时，稍开启炉门继续灼烧至完全灰化(为防止粉末状炭样飘逸损失，细粒试样称样后应混入少量纸浆，烘干后再灼烧灰化)。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/155112111210011221>