

XRF法测定矿石及二次阳极泥中金

赵尔燕 邱林友

(云南省纤维检验所) (昆明工学院)

【摘要】在酸性介质中,以汞为内标兼载体沉积痕量金,制成薄样,用X射线荧光光谱法测定了矿样及二次阳极泥中的痕量金。

【关键词】矿石 二次阳极泥 痕量金 X射线荧光光谱

薄试样法由于选择性高、检测限低和准确度高等优点,已用于砷^[1~3]、铋^[4]、硫氰酸根^[5]等的测定。笔者发现,在2~4mol/L HCl介质中,亚锡能定量还原汞和金,单体汞与金形成金汞齐后,以微孔滤膜过滤成薄样,可用X射线荧光光谱(XRF)测定。所拟方法的检测限为0.20μg/g,0~500μg的金服从线性,用于矿样及二次阳极泥中金的测定,结果满意。

1 实验内容

1.1 仪器和试剂

Rigaku3080型X射线荧光光谱仪,铑靶端窗X光管;M-50型玻璃过滤器及0.45μm微孔滤膜。

金标液:0.1000g高纯金溶于适量王水中,蒸至近干,用HCl(1+1)溶解残渣,配制含HCl1mol/L的金标液(含Au100μg/mL),金标液用1mol/LHCl稀至含金为10μg/mL。

汞标液:500μg/mL Hg的Hg(NO₃)₂溶液;

SnCl₂溶液:0.1mol/L SnCl₂的HCl(3mol/L)溶液,用锡粒作稳定剂;10g/L NaF溶液。试剂为分析纯,水为蒸馏水。

1.2 测量条件

采用AuLα和HgLα线为分析线,LiF200分光晶体,FS探测器,电压和电流为50kV—50mA,其他条件见表1。

1.3 分析方法

取金标液或试液于100mL聚四氟乙烯烧

表1 测量条件

元素	分析线	峰2θ	时间/s	背景2θ	时间/s
Au	AuLα	36.96	50	36.50	20
Hg	HgLα	35.92	50	35.40	20

杯中,加入HCl至酸度为2~4mol/L。准确加入1.00mL汞标液,在不断搅拌下加入2.50mL NaF,1.00mL SnCl₂,静置10min。将上述溶液倾入玻璃过滤器中,抽滤于微孔滤膜(φ50mm)上,无水乙醇30mL洗涤3次。将滤膜粘贴于有机玻璃上,自然凉干,按所拟条件测定金与汞的净强度比值。

2 结果与讨论

2.1 载体的选择

在酸性介质中用SnCl₂还原金产生的其他元素单质不多,具有较高的选择性。试验了硒、碲、银和汞元素为载体,而以汞易与金结合形成汞齐且又可兼作测定时的内标最为理想。试验结果表明,500μg的汞能产生足够的荧光强度,相比之下,样品中所含的微量汞对强度的影响可以忽略不计。

2.2 酸度的影响

亚锡在盐酸介质中的还原能力较佳,2~4mol/L HCl介质中,其还原金和汞的速度趋于稳定且能定量还原。将盐酸浓度控制在3mol/L左右,还原效果理想。

2.3 还原剂的用量

试验发现,金和汞须在亚锡过量的情况下方可被定量还原。以500 μg金和汞计,SnCl₂(0.1 mol/L)加入量在0.8~1.2 mL即可,试验加入量为1.00 mL。同时还发现,有F⁻存在时,亚锡的还原能力大为增强,故加入2.50 mL的NaF溶液(10 g/L)以增强反应的能力。

2.4 精度试验

取100 μg的金标液10份,分别制样和测定,其相对标准偏差为2.6%,制样精度满意。

对同一样片在24 h内测定9次,其最大值偏差小于3.0%,未见金的明显损失。

2.5 检测限和线性范围

经试验发现,0~500 μg的金,其净强度的比值与含量呈线性关系(相关系数优于0.9998)。用公式 $L.L.D = (3\sqrt{2}/m)\sqrt{I_b/T}$ ^[6](其中 m 为每微克金的净强度, I_b 为背景强度, T 为峰背总测量时间),计算得金的检测下限为0.20 μg/g。

2.6 共存元素的干扰

对于100 μg金的测定,若净强度不产生大于5%的误差,则大多数常见离子不产生干扰。其他离子的允许量为:100倍Ag⁺、As³⁺;50倍的Pt(IV)、Pd(II);20倍的Pb²⁺、Se(IV)、Te(IV);10⁻³ mol/L NO₃⁻。

3 样品测定

3.1 工作曲线制作

取0.0, 10.0, 20.0, ..., 100, 200, 300, 400, 500 μg Au标液于100 mL聚四氟乙烯烧杯中,按1.3的分析方法测定,以金含量对金和汞的净强度比值绘制工作曲线。

3.2 矿样中金的测定

取1.000 0g试样,按常规灼烧,王水分解,蒸至近干。2 mol/L HCl 5 mL溶解干渣,过滤,洗涤,收集滤液合并洗液。浓缩至10 mL左右,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中,按1.3的分析方法测定金,结果列于表2。

3.3 二次阳极泥中金的测定

取0.200 0g样,加入5 mL HCl, 2 mL H₂O₂,加热至溶解完全并蒸至近干。加入5 mL HCl,再次蒸至近干。以2 mol/L HCl 2 mL溶解,水稀至10 mL左右。以下按1.3分析方法测定,结果见表2。

表2 金的测定结果(n=3)

样号	标准值	本法值	RSD/%
C ₂ Au-7	87±4 μg/g	87.6 μg/g	2.6
Au-1	600 μg/g	613 μg/g	3.2
1*	0.12%	0.11%	1.8
2*	0.16%	0.18%	2.4

*取样为0.500 0g。

4 结 语

(1)用本法测定矿及二次阳极泥中的金,操作简便、分析速度快,具有较好的选择性和较高的精度及准确度。

(2)本法的检测限低,是测定金较为灵敏的方法之一。

参 考 文 献

- 1 邱林友,赵尔燕. 湖南冶金, 1993; (2): 49
- 2 邱林友,赵尔燕. 矿物岩石, 1992; 12(4): 109
- 3 邱林友. 重庆环境科学, 1991; 13(4): 57
- 4 邱林友,赵尔燕. 仪器仪表与分析监测, 1992; (3): 35
- 5 邱林友. 地质实验室, 1992; 8(5): 267
- 6 詹金斯等著,赵继良等译. 实用X射线光谱分析,光谱实验室编辑部, 1986: 201