

文章编号: 0254-5357(2014)04-0491-06

王水溶样 - 火焰原子吸收光谱法直接测定高品位金矿石的金量

葛艳梅

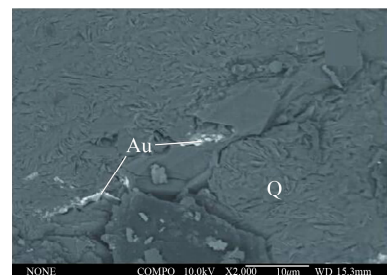
(黑龙江省地质矿产测试应用研究所, 黑龙江 哈尔滨 150036)

摘要: 原子吸收光谱法(AAS)应用于高品位金矿石中金的测定,有效地解决了火试金重量法和氰醮容量法等分析方法有毒化学试剂用量大、测试条件局限性大等诸多问题。泡沫富集-火焰原子吸收光谱法(泡沫富集-FAAS法)就能够测定金品位达到 500 $\mu\text{g/g}$ 的金矿石,但该方法在常规 FAAS 方法基础上增加了滤渣分离、滤液稀释及泡沫灰化、复溶等过程,由于操作环节的增多,分析效率不高,且引入测量误差的机率随之加大。本文建立了一种高品位金的快速分析方法,样品用王水溶解,分离残渣,滤液定容后无需分离富集直接采用 FAAS 测定金量,方法精密度(RSD)为 1.6%,优于 FAAS 本身精密度,满足了高品位金矿石样品快速分析监控的要求。通过实验对黑龙江省某岩金矿矿样(生产监控样)、金矿石外检样品及金矿石国家标准样品采用本法、泡沫富集-FAAS法、氰醮容量法、火试金重量法进行综合分析,结果表明样品基体中铁含量的高低直接影响到本法测定高品位金量的准确性。当金量为 50~110 $\mu\text{g/g}$ 时,允许样品中铁含量为 10%;金量为 110~164 $\mu\text{g/g}$ 时,允许样品中铁含量为 20%;金量为 164~218 $\mu\text{g/g}$ 时,允许样品中铁含量为 25%。研究认为,本法普遍适用于测定金品位达到 50 $\mu\text{g/g}$ 以上、铁含量小于 10% 的金矿石。铁在地壳中的平均含量为 5.63%,大部分金矿石国家标准样品的铁含量均在此平均值附近,一般金矿石的铁含量也很少达到较高水平,因此本法具备较强的应用性;且与泡沫富集-FAAS法相比,省去了泡沫富集-灰化-复溶的操作过程,大大提高了金量的分析效率。

关键词: 高品位金矿石; 金; 王水; 火焰原子吸收光谱法; 铁

中图分类号: P578.11; O657.31; O614.123

文献标识码: A



随着地质找矿工作的深入,许多高品位的金矿被陆续开发,测定金量的方法大多仍然局限于火试金重量法和氰醮容量法等传统方法,对分析测试人员工作经验的要求高、技术难度大,测试条件局限性大,有毒化学试剂用量多,操作繁琐且污染严重。原子吸收光谱法(AAS)是目前地质实验室测定金矿石中金量通常采用的最为简便的方法^[1-3]。由于金在地壳中的丰度很低且分布不均^[4],为提高测定结果的可靠性,往往在测定金含量时需较大的取样量来保证取样代表性,且采用活性炭^[5-6]或泡沫塑料^[7-8]等手段对金进行富集后进行测定。这一过程不仅实现了对金的富集,同时实现了共存干扰元素的分离,该方法在上世纪七八十年代已经成为一种成熟的分析技术手段^[9-11]。

本课题组曾研究了应用泡沫富集,火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定高品位金矿石中的金量^[3],样品经焙烧、王水溶解,滤渣分离,滤液稀释后用泡沫分离富集金,再将富集金经泡沫灰化、王水复溶后进行 FAAS 测定(以下简称“泡沫富集-FAAS法”),有效地解决了火试金重量法和氰醮容量法的诸多问题,能够测定金品位达到 500 $\mu\text{g/g}$ 的金矿石,并在实际生产中得到了很好的应用。但此方法各环节耗时较长,至少需要两个工作日才能获得分析数据报告,不能满足高品位金矿石的快速分析测试要求,同时当操作流程长、环节多时引入误差的机率就会增加,对数据结果准确度影响也较大。

本课题组在实际测试工作中发现,当取样量为 20.0 g,金矿石中的金含量达到 5 $\mu\text{g/g}$ 时,样品经王

收稿日期: 2013-11-25; 修回日期: 2014-03-22; 接受日期: 2014-06-05

作者简介: 葛艳梅,高级工程师,长期从事无机分析检测工作。E-mail: ldmgy@ sina. cn。

水溶解后,分离滤渣,滤液定容于200 mL容量瓶中,所得制备液中的金含量为0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$,应用WFX-120B型原子吸收分光光度计(北京北分瑞利分析仪器公司)所测吸光度为0.0400左右,满足FAAS线性范围要求,可以省去泡沫灰化-王水复溶的操作,直接对制备液进行FAAS测定,提高金测试的分析效率。但在取样量 ≥ 20.0 g时,共存元素多的情况下,应用王水溶解FAAS法直接测定金能否得到可靠的结果,是实现高品位金快速分析亟待研究的问题。本文研究了高品位金快速分析测定的可行性及基体干扰情况,建立了一种高品位金的快速分析方法,样品用王水溶解,分离滤渣,滤液定容后直接采用AAS测定金量(王水溶样-FAAS法,以下简称“本法”)。通过分析黑龙江省某岩金矿矿样(Au-1)、金矿石外检样品、金矿石一级国家标准样品验证了方法的可行性,针对样品基体中铁的干扰情况进行全面分析,确定了该方法的适用范围。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

WFX-120B型原子吸收分光光度计(北京北分瑞利分析仪器公司),采用氘灯、自吸效应双重背景校正。仪器工作参数见表1。

表1 仪器工作参数

Table 1 Working parameters of the AAS instrument

工作参数	设定条件	工作参数	设定条件
波长	242.8 nm/267.6 nm	燃气流量	45 L/h
灯电流	5 mA	积分方式	Repeated mean
狭缝宽度	0.2 nm	积分时间	3 s
燃烧器高度	6 mm	延迟时间	10 s

1.2 标准溶液和主要试剂

金标准溶液:配制 $\rho(\text{Au}) = 10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的金标准溶液。

50%王水:100 mL水中加入75 mL盐酸和25 mL硝酸,充分混匀。现用现配。

250 g/L氯化铁溶液:称取250 g水合氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于400 mL烧杯中,加入200 mL浓硝酸,用水稀释至1 L。

10 g/L聚环氧乙烷溶液:称取1 g聚环氧乙烷溶于100 mL蒸馏水中,放置过夜,搅拌使其充分溶解,备用。

1.3 王水溶样-FAAS分析方法

称取20.0 g试样置于瓷方舟中,放入高温炉,

微开炉门,由低温升至650~700 $^{\circ}\text{C}$ 焙烧试样,保温1.5~2.0 h,冷却后将试样扫入250 mL三角瓶中,用少量水润湿,加50%王水80 mL,在低温电热板上微沸1 h后取下,趁热滴入10滴10 g/L聚环氧乙烷(絮凝作用,有利于过滤操作),摇匀,待试样冷却后用快速定性过滤,滤液用250 mL容量瓶承接(可根据样品含量选择不同规格的容量瓶),并用5%王水洗涤三角瓶及残渣多次,直至残渣中的黄色全部褪去为止,将滤液用水定容至刻度,火焰原子吸收光谱仪进行测定。

1.4 标准曲线

分取0.00、2.00、4.00、6.00、12.00、16.00、20.00 mL的10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 金标准溶液于50 mL容量瓶中,加入10 mL 50%的王水,用水定容至刻度,摇匀,备用。

2 王水溶样-FAAS分析方法的可行性验证

选取黑龙江省某岩金矿石矿样(Au-1)、外检金矿石样品、金矿石一级国家标准样品作为研究对象,按照1.3节实验步骤采用王水溶样,FAAS直接分析金量,与泡沫富集-FAAS法^[3]和化学方法(氰醌容量法、火试金重量法)的测定结果进行对照,以验证王水溶样-FAAS分析方法(本法)的可行性。

2.1.1 黑龙江省某岩金矿石样品分析

黑龙江省某岩金矿石样品(Au-1)是一种典型的高品位碲金矿原矿样品,金含量为547 $\mu\text{g}/\text{g}$,其制备液中金的浓度满足AAS测定金的线性范围。Au-1作为生产监控样,由黑龙江省地质矿产测试应用研究所、武警黄金地质研究所测试中心、沈阳地质矿产研究所测试中心、北京矿冶研究总院、国家黄金管理局黄金测试中心五家单位分别采用泡沫富集-FAAS法^[3]、氰醌容量法和火试金重量法等多种方法共同进行定值分析。

为探究高品位金矿石样品应用王水溶样-FAAS法的可行性,以Au-1为测试样品,溶矿后溶液不进行富集操作,在Au 242.8 nm波长下用FAAS直接测定,并与其他方法(泡沫富集-FAAS法^[3]、氰醌容量法、火试金重量法)的测定结果进行比较,对比试验结果见表2。对Au-1样品而言,本法与其他方法所得测量值一致,且无明显干扰元素的影响。岩金矿样(Au-1)无论选择哪种分析方式都能得到满意的测试结果,且王水溶样-FAAS直接测定的方法精密度优于FAAS本身的精密度,说明本法具备适用于部分原矿样品的可行性,可以简化实验流程,实现高品位金的快速分析。

表2 方法对照试验

Table 2 Comparison of analytical results of Au with aqua regia dissolution-FAAS and others analytical methods

金测定方法	金量(μg/g)			平均值	标准偏差	RSD (%)
	分次测定值					
王水溶样-FAAS法 (本法, n=12)	546	568	538	549	8.76	1.60
	542	560	547			
	550	539	543			
	555	546	549			
泡沫富集-FAAS法 ^[3] (n=5)	550	550	540	547	7.56	1.38
	538	556				
氰酞容量法 (n=11)	565	561	559	551	10.98	1.99
	569	552	544			
	546	544	537			
	540	542				
火试金重量法 (n=10)	544	543	546	551	5.42	0.98
	552	549	555			
	557	557	554			
	556					

2.1.2 金矿石外检样品分析

两批外检样品 2012B15 与 2013B68, 客户推荐为高品位金矿石, 其含量范围为几十到几百 μg/g, 满足本法的测定条件。

为进一步验证王水溶样-FAAS法(本法)的可行性, 实验采用本法和泡沫富集-FAAS法^[3]同时进行分析, 从表3可以看出, 两种方法的分析结果出现了明显的差异。对于两批外检样品, 泡沫富集-FAAS法^[3]测定时所选监控样品值均与推荐值相符, 但外检样品未达到客户的推荐含量, 而本法测得金的含量虽达到了客户的推荐含量要求, 测定时所选监控样品值也出现了异常偏高。根据上述情况分析, 泡沫富集-FAAS法^[3]所得结果更为可靠, 而本法出现的测量值偏高异常, 可能是由于未进行分离操作, 溶液中存在大量共存元素, 在用FAAS进行测定时, 对金的测定产生了光谱干扰^[12], 吸收峰值增加而使测量结果偏高。

2.1.3 金矿石国家一级标准样品分析

金矿石国家一级标准样品一般采用火试金法、AAS法等多种经典方法联合定值, 其标准值是多种方法定值的结果。实验选择多个金矿石标准样品, 采用王水溶样-FAAS法(本法)和泡沫富集-FAAS法^[3]进一步验证, 判断本法的可靠程度。从表4数据可以看出, 所得数据情况与2.1.2节的外检样品分析结果近似, 泡沫富集-FAAS法^[3]测定值与标准值吻合, 而本法的测定值与标准值偏差较大, 不难确定本法在测定时产生了明显的谱线干扰。

多组试验证实由于基体元素的干扰, 本方法对高品位金的测定存在局限性。

表3 外检样品的金量分析结果对比

Table 3 Comparison of analytical results of Au in inspection samples

外检样品 批号	样品 编号	金量测定值(μg/g)	
		泡沫富集-FAAS法 ^[3]	王水溶样-FAAS法 (本法)
2012B15	1	0.20	92.4
	1	3.49	15.81
2013B68	2	3.66	19.66
	3	0.09	14.60
	4	0.09	6.24

表4 金矿石国家一级标准样品的金量分析结果

Table 4 Analytical results of Au in gold ore national standard samples

标准物质 编号	金量(μg/g)		
	标准值	泡沫富集-FAAS法 ^[3] 测定值	王水溶样-FAAS法 (本法)测定值
GBW 07809	10.6	10.52	17.15
GBW 07205	14.0	13.83	19.74
GBW 07297	18.3	18.46	20.49
GBW 07206	19.4	19.40	25.24
GBW 07803	20.9	21.20	32.83
GBW 07802	37.3	37.15	56.52
GBW 07801	57.2	57.14	71.20

3 金矿石基体中铁的谱线干扰研究

金在矿石中常与银、锑、砷、铁、硫、碳等伴生^[13-17], 其中一部分挥发性元素对金测定过程中样品的溶解和分析测定结果影响很大^[18], 然而许多试验已经证明, 用不同的灼烧方法与温度对金矿石样品灼烧即可减少挥发性元素在测定金时所产生的干扰^[19]。

文献[12]指出, 在测定黑色金属矿样中低含量金属元素时, 由于背景吸收的存在, 其测量值会呈现系统偏高的情况, 金在元素周期表中占据着亲铜和亲铁元素之间的边缘位置, 与铜、银属于同一副族, 在还原地质环境下, 金的地球化学行为与相邻元素相似, 表现了更强的亲铁性^[20]。

通过2.1.2节和2.1.3节的可行性试验可知, 样品基体元素的谱线干扰的可能性较大。通常测定金量的最灵敏线为 Au 242.795 nm, 此波长附近有 Os 242.7900 nm, W 242.7813 nm, Mn 242.7753 nm, V 242.7745 nm, Fe 242.820 nm, Ag 242.8196 nm, Mo 242.818 nm, Sr 242.8095 nm, Pt 242.8035 nm。其中, Os、W、Mn、V、Ag、Mo、Sr、Pt 的含量一般都不

很高,在王水溶解样品的情况下,这些元素的溶出量有限,且 Au 242.795 nm 附近都是其次灵敏线,谱线强度很低,所以对金量的测定不会产生明显的谱线干扰。Fe 242.820 nm 虽也是次灵敏线,但它的背景含量较高,王水溶解时溶出率也较大,以下选择铁作为重点考察的干扰元素。

3.1 铁的谱线干扰试验

在仪器测量条件相同情况下,将狭缝宽度由0.4 nm 设置为0.2 nm,选用最灵敏线 Au 242.795 nm 及次灵敏线 Au 267.595 nm,将 250 g/L 氯化铁溶液直接进行金含量测定,测定结果列于表 5。实验结果表明,纯铁溶液在金最灵敏线 Au 242.795 nm 及次灵敏线 Au 267.595 nm 均有明显吸收,且背景强度较高,可以确定铁对金的测定存在很强的谱线干扰。

表 5 无金的铁溶液中金量测定结果

Table 5 Analytical results of Au in iron solutions without Au

测量对象	吸光度		金量测定值($\mu\text{g/g}$)	
	242.795nm	267.595nm	242.795nm	267.595nm
250 g/L 氯化铁溶液	0.1130	0.0657	2.64	1.90
	0.1269	0.0654	2.98	1.89
	0.1139	0.0672	2.67	1.94
	0.1208	0.0681	2.83	1.98
	0.1115	0.0635	2.61	1.84

3.2 基体中的铁含量对金量测定的影响试验

为了研究样品中含铁量的高低与测定所得的金量是否存在必然联系,本实验分别在同一浓度的金标准溶液中加入不同含量的铁剂(氯化铁固体试剂),测定金量,并对国家一级标准物质中铁含量进行了分析测试,从而判断铁含量对金量测定的干扰程度。

表 6 为在 0.80 $\mu\text{g/mL}$ 金标准溶液中分别加入相当于总铁(TFe)含量 0.5%、1%、5%、10% 的铁剂溶液(氯化铁溶液),采用金标准工作系列溶液测定的金量。表 7 为某岩金矿石样品 Au-1 与 7 个金矿石国家标准样品的 TFe 含量测定值。从两组实验数据来看,样品的含铁量很大程度上影响了金量的测定结果。表 6 表明,在同一浓度的金标准溶液中,加入的铁量越高,测定的金量也随之增大。然而,从表 4 和表 7 数据综合分析,在含铁量相近的情况下,随着金量的增加,铁对金量测定的影响反而越小。Au-1 样品的金量在 500 $\mu\text{g/g}$ 以上,其含铁量不足 2%,通常高含量段的误差范围相对较大,用本法测定 Au-1 样品时,铁对金量测定的影响已不足以影响分析测试结果。为此,可以找到一个金量与含铁量的临界点来确

定王水溶样-FAAS 法(本法)的适用范围。

表 6 加标试验结果

Table 6 Analytical results of addition standard

测量对象	加 TFe 含量(%)	金量测定值($\mu\text{g/g}$)
0.80 $\mu\text{g/mL}$ 金标准溶液	0	0.79
	0.5	1.10
	1	1.45
	5	3.42
	10	5.65

表 7 Au-1 样品与金矿石国家标准样品的铁含量测定结果

Table 7 Analytical results of iron content in Au-1 and gold ore national standard samples

样品编号	金量($\mu\text{g/g}$)		金量测定的 相对误差(%)	总铁(TFe)测定值(%)		
	推荐值	测定值		分次测定值	测定平均值	
Au-1	547	549	0.37	1.84	1.88	1.86
GBW 07809	10.6	17.15	62.3	5.94	5.99	5.97
GBW 07205	14.0	19.74	40.7	3.96	4.03	4.00
GBW 07297	18.3	20.49	12.0	4.89	4.87	4.88
GBW 07206	19.4	25.24	29.9	4.77	4.85	4.81
GBW 07803	20.9	32.83	56.9	12.93	12.93	12.93
GBW 07802	37.3	56.52	51.5	28.70	28.76	28.73
GBW 07801	57.2	71.20	24.5	28.95	29.15	32.83

4 王水溶样-FAAS 分析方法的适用范围

选取 Au-1 作为干扰试验样品,Au-1 的含金量比较高,而铁含量不高,且 Au-1 样品是微细粒金,样品的均匀性比较好,在日常使用中结果比较稳定,取样的代表性比较可靠。实验中分别称取 Au-1 样品量为 1.0、2.0、3.0、4.0 g,相当于称取 10 g 的 Au-1 样品的含金量为 54.7、109.4、164.1、218.8 $\mu\text{g/g}$ 。在这四组样品中分别加入氯化铁溶液使样品的含铁量达到 2%、5%、10%、15%、20%、30%、35%,用本法测定金量。

从表 8 测定数据来看,随着样品中金量的增高,允许样品中铁的含量也随之增高。样品中金量在 50~110 $\mu\text{g/g}$,允许样品中含铁量为 10%;金量在 110~164 $\mu\text{g/g}$,允许样品中含铁量为 20%;金量在 164~218 $\mu\text{g/g}$,允许样品中含铁量为 25%。表 9 为根据贵金属样品化学成分重复分析相对偏差允许限的数学模型所计算出金各高含量段允许的相对误差与绝对误差值^[21],在上述三种情况下,金量的测定结果完全满足表 9 中的误差要求。由于铁在地壳中的平均含量为 5.63%^[22],大部分金矿石国家标准样品的含铁量都在此平均值附近,一般金矿石的铁含量也很少达到较高水平,因此,对于铁含量小于

10%而金品位达到 50 $\mu\text{g/g}$ 以上的高品位金矿石, 本法都能够得到很好的应用。

表8 含铁量对金量测定的影响程度试验

Table 8 Effect of iron content on analysis of Au content

Au-1 称样量(g)	样品含铁量 (%)	金量测定值($\mu\text{g/g}$)			
		分次测定值($n=3$)			测定平均值
1.0 (含金量 54.7 $\mu\text{g/g}$)	2	54.4	55.6	54.3	54.8
	5	55.7	54.3	55.2	55.1
	10	54.0	54.3	53.6	54.0
	15	55.4	55.7	56.2	55.8
	20	57.0	58.2	61.6	58.9
2.0 (含金量 109.4 $\mu\text{g/g}$)	30	57.8	58.4	58.4	58.2
	2	109.4	108.0	110.8	109.4
	15	107.6	108.4	109.6	108.5
	20	109.0	110.6	112.8	110.8
	25	120.6	120.6	122.2	121.1
3.0 (含金量 164.1 $\mu\text{g/g}$)	30	128.0	122.0	121.6	123.9
	35	127.0	130.0	127.6	128.2
	25	161.0	164.5	165.2	163.6
	30	175.4	174.5	169.4	173.1
	35	177.0	175.4	147.5	166.6
4.0 (含金量 218.8 $\mu\text{g/g}$)	25	218.6	221.8	216.1	218.8
	30	225.1	225.1	230.0	226.7
	35	225.1	222.7	223.5	223.8

表9 金量测定的允许误差

Table 9 Permissible error of gold determination

Au-1 称样量 (g)	金量 ($\mu\text{g/g}$)	允许相对误差 (%)	允许绝对误差 ($\mu\text{g/g}$)
1.0	54.7	5.19	5.68
2.0	109.4	4.33	9.47
3.0	164.1	4.33	14.21
4.0	218.8	4.33	18.95

5 结语

将火焰原子吸收光谱应用于高品位金的测定, 本课题组在前期建立的泡沫富集-FAAS法^[3]已得到了很好的验证并应用于实际生产。本文基于已有的成果, 建立了采用王水溶解样品, 试液不经分离富集直接定容后用火焰原子吸收光谱(王水溶矿-FAAS法)测定高品位金矿石中金量的方法, 实现了高品位金矿石中金的快速分析测定。本法与泡沫富集-FAAS法^[3]相比, 省略了泡沫富集-灰化-复溶的操作过程, 很大程度上提高了金的分析测试效率。但多组实验证实本方法在金最灵敏线2427.95 nm与次灵敏线267.595 nm处进行金量的测定时会产生明显的铁光谱干扰, 这是由于金矿石在成矿过程中具有特殊亲硫、亲铁的特性, 铁的存在对王水溶

矿-FAAS测定金的影响很大, 导致方法存在一定局限性。然而, 随着金品位的提高, 允许样品中的含铁量也会随之增加, 实验证实, 当样品中金品位达到50 $\mu\text{g/g}$ 以上、铁含量小于10%时均可采用本法代替课题组之前建立的泡沫富集-FAAS法^[3]实现高品位金矿石快速分析。由于铁在地壳中的平均含量为5.63%, 一般矿样的含铁量很少达到较高水平, 因此本方法仍具备较强的普遍应用性。

由于金矿石成矿过程不尽相同, 其伴生元素的种类及含量也会有所差别, 除铁以外的基体干扰元素还不具有普遍性。然而, 当其他伴生元素达到较高含量时能否对本方法的适用性造成影响, 对特殊基体元素干扰情况等诸多问题均需开展进一步的研究工作。

6 参考文献

- [1] 何小辉, 白金峰, 陈卫明, 张勤. 流动注射-火焰原子吸收光谱法测定地质样品中的常量金[J]. 岩矿测试, 2011, 30(1): 79-82.
- [2] 刘向磊, 文田耀, 孙文军, 姚维利, 王腾飞, 吴俊文. 聚氨酯泡塑富集疏脉解脱-石墨炉原子吸收光谱法测定地质样品中金铂[J]. 岩矿测试, 2013, 32(4): 576-580.
- [3] 付文慧, 艾兆春, 葛艳梅, 李亚. 火焰原子吸收光谱法测定高品位金矿石中的金[J]. 岩矿测试, 2013, 32(3): 427-430.
- [4] 迟清华. 金在地壳、岩石和沉积物中的丰度[J]. 地球化学, 2002, 31(4): 347-353.
- [5] 杨理勤, 宋艳合, 李文良, 卿敏. 金标准样品定值中金量的湿法分析[J]. 岩矿测试, 2004, 23(1): 75-76.
- [6] 袁健中, 石英. 活性炭吸附火焰原子吸收法测定地矿样品中金[J]. 黄金, 2001, 22(5): 44-46.
- [7] 熊昭春. 我国泡塑分离富集技术发展十年[J]. 岩矿测试, 1992, 11(1): 84-86.
- [8] 谈建安, 黑文龙, 黄兴华, 陈月源. 泡塑吸附-电感耦合等离子体发射光谱法测定矿石中的金[J]. 岩矿测试, 2009, 28(2): 147-150.
- [9] 戴庆平, 顾庆超, 楼书聪. 矿物岩石分析[M]. 南京: 江苏科学技术出版社, 1979: 191-193.
- [10] 罗德燊, 周玲, 杜建军, 刘新玲, 李明. 泡沫塑料吸附疏脉解脱原子吸收法测定金[J]. 分析化学, 1980, 8(1): 77-81.
- [11] 郑大中. 聚氨酯泡沫塑料富集金若干问题的探讨[J]. 黄金, 1989, 10(11): 47.
- [12] 林贞钦. 原子吸收光谱测定中背景吸收的影响与消除[J]. 金属矿山, 1994, 22(3): 51-53.
- [13] 徐瑞松, 马跃良, 吕惠萍. Au及伴生元素生物地球化

- 学效应研究:以广东河台金矿为例[J]. 地球化学, 1996,25(2):196-203.
- [14] 唐肖玫,姚敬劬. 化学物相分析方法研究矿石中金的赋存状态[J]. 岩矿测试,1992,11(1):162-167.
- [15] 马民涛. 金的亲硫性分析[J]. 地质与勘探,1992,28(3):51-54.
- [16] 陈尚迪. 金的地球化学与金的成矿与找矿[J]. 成都地质学院学报,1987,14(4):8-17.
- [17] 赵爱林,李景春,王力,金成洙. 金矿床研究的回顾与展望[J]. 地质与资源,2003,12(2):125-128.
- [18] 符永际. 高炭金矿石中金的测定[J]. 湿法冶金, 2008,27(4):252-253.
- [19] 冯月斌. 含金矿样的溶样方法和干扰元素的消除[J]. 黄金,2003,24(2):50-52.
- [20] 宋林山,汪立今. 金矿床中的矿物学特点及找矿标志[J]. 金属矿山,2007,37(8):354-358.
- [21] DZ/T 0130—2006,地质实验室测试质量管理规范[S].
- [22] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析(第四版 第二分册)[M]. 北京:地质出版社,2011:683.

Direct Determination of High Grade Gold in Ore by Flame Atomic Absorption Spectrometry with Aqua Regia Sampling Preparation

GE Yan-mei

(Heilongjiang Province Geology Ore Test and Application Institute, Harbin 150036, China)

Abstract: Atomic Absorption Spectrometry (AAS) was applied to the determination of gold in ores with high grade gold, effectively avoiding the problems caused by the fire assay gravimetric and volumetric method with forcyanide quinone, such as the large amount of toxic chemical reagents required and limits of measurement conditions. Foam enrichment-Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) can determine the grade of gold reached up to 500 $\mu\text{g/g}$ in gold ore, but this method adds the filter residue separation, diluted and foam ashing, redissolving process based on the conventional FAAS method. Due to the increase in time of the operation process, the analysis efficiency is not high with increasing probability of error. In this paper, a fast analysis method for high grade gold ore is described. The gold ore sample was dissolved by aqua regia, followed by filtering of the residue. The filtrate with constant volume without preconcentration and separation was determined with FAAS. The precision of the method (RSD) is 1.6%, which is an improvement on the precision of FAAS itself and meets the monitoring requirements of rapid analysis for high grade gold ore samples. The gold ore sample collected from Heilongjiang province (a production monitoring samples), an inspection gold ore sample and a national standard gold ore sample were selected to study the established method in this paper, foam adsorption-FAAS method, cyanide quinone capacity method and fire assay gravimetric method. The results show that the accuracy of the iron content directly affects the high grade gold determination. When the gold sample size was 50-110 $\mu\text{g/g}$, 110-164 $\mu\text{g/g}$ and 164-218 $\mu\text{g/g}$, the amount of iron content allowed in the samples was no more than 10%, 20% and 25%, respectively. Based on these studies, this presented method is suitable for gold ore samples with more than 50 $\mu\text{g/g}$ gold and less than 10% Fe. The average content of iron in the earth's crust is 5.63%, and the iron content of most national standard reference gold ore materials are close to the average value. The iron content in general gold ores are rarely at a higher level. Therefore, this method is highly suitable. Compared with the method of foam adsorption-FAAS, the operation processes of foam adsorption-ashing-redissolving were eliminated, which greatly improved the analysis efficiency.

Key words: high-grade gold ore; gold; aqua regia; Flame Atomic Absorption Spectrometry; iron