

苯萃取光度法测定合质金中的汞

李 瑛 吕 涛

(内蒙古自治区贵金属冶炼厂)

【摘要】 试样经王水溶解,醋酸丁酯萃取分离金。水相中加入碘化钾、孔雀石绿,用苯萃取,在有机相中直接测定汞。

关键词 萃取 汞 合质金 光度法

汞及其化合物属于剧毒物质,可通过各种途径进入人体并在体内积蓄。为了有效地控制生产过程中汞对人体造成的危害,对汞的测试方法进行了研究。现行汞的测定方法是冷原子吸收法和原子荧光法。本文探讨了光度法测定合质金中的汞。其设备简单、投资少、流程易于掌握。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

721B型分光光度计(上海第三分析仪器厂)。

王水溶液:1+1。

盐酸溶液:18+100,1+1,5+100。

醋酸丁酯:经(18+100)盐酸溶液饱和处理后使用。

醋酸钠溶液:50%。

碘化钾溶液:0.005%。

孔雀石绿溶液:0.02%。

萃取剂:苯。

汞标准储备液:取分析纯二氯化汞 1.3535g 以水溶解后,加入 50ml 硝酸,定容到 100ml 容量瓶中。该溶液含汞为 1mg/ml。

汞标准使用液:取储备液 5.00ml 于 500ml 容量瓶中,以 (5+100) 盐酸溶液定容。该溶液含汞为 10 μ g/ml。

汞标准系列:分取使用液(ml)0.00,0.10,0.20,0.30,0.40,0.50 于 25ml 比色管中,加(1+1)盐酸溶液 0.3ml(以后同操作流程)。此标准系列含汞分别为(μ g):0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00。

上述试剂均为分析纯。汞标准储备液一个月内使用。使用液两周内使用。

1.2 模拟合质金样品的配制

在方法试验过程中,为了检定方法的准确度,特配制合质金样品两个。各元素的含量如表 1 所示(配制方法略)。

表 1 模拟合质金样品各元素的含量

样品号	Pb	Zn	Cu	Fe	Au	Hg	Ag
1	4.32	4.38	12.09	4.01	57.70	5.36	12.15
2	4.14	5.46	11.06	4.62	63.86	1.21	9.65

1.3 操作流程

准确称取 1.0000g 合质金样品,加入王水(1+1)溶液 10~15ml 低温水浴溶解,试样完全溶解后,低温浓缩至体积为 3ml 左右(注意不得蒸干),以(18+100)盐酸溶液定容到 100ml 容量瓶中。视待测元素含量的高低,分取溶液 1.00~5.00ml 于 25ml 刻度比色管中,以(18+100)盐酸溶液稀至 15ml,加入 10ml 饱和醋酸丁酯振荡萃取 2min(手工操作,用力摇动 250 次),如此反复三次以醋酸丁酯萃取 Au³⁺。取水相溶液 2.00ml 于 100ml 容量瓶中,用(18+100)盐酸溶液定容。分取该溶液 1.00ml 于

25ml 比色管中,加入醋酸钠溶液 3ml,碘化钾溶液 2ml,孔雀石绿溶液 1ml,上述每种试剂加入后均需摇匀。然后,以水稀释至 15ml,准确加入有机苯 5ml,萃取 2min 静置分层后,有机相于 1cm 比色皿中在波长 635nm 处测定。

1.4 计算公式

$$\text{Hg}\% = \frac{C \times A \times 10^{-6}}{m} \times 100\%$$

式中: m ——取样质量(g);

C ——被测溶液含量(μ g);

A ——系数。

被测溶液含量 C 由标准曲线查得或由一元线性方程回归法求得。

2 结果与讨论

2.1 波长的选择

文献[1]介绍测定波长为 630nm, 在实际应用中, 产生最大吸收峰在波长 635nm 处, 给定被测元素含量, 制作吸光度-波长吸收曲线, 如图 1。本法测定波长为 635nm。

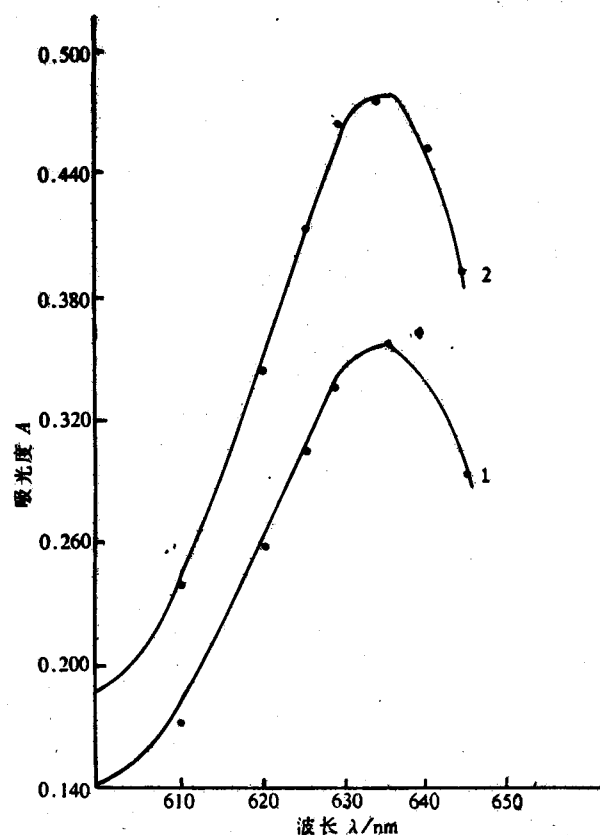


图 1 吸光度-波长吸收曲线
1—含 8μg 汞 2—含 10μg 汞

2.2 酸度试验

萃取过程中, 溶液的酸度直接影响被测元素在两相中的分布系数和被测元素在有机相中的稳定程度。由图 2 酸度-吸光度曲线可知, 醋酸钠溶液用量为 3ml。

2.3 络合剂、显色剂用量试验

改变络合剂用量, 固定显色剂用量; 改变显色剂用量, 固定络合剂用量; 做得曲线, 如图 3、图 4。由曲线图可知络合剂用量为 2ml; 显色剂的加入量为 1ml。

2.4 杂质元素的影响试验

2.4.1 铁、锌、铅、铜、银的影响

铁、锌、铅、铜的影响试验, 用正交试验法进行优选, 以回收率为优选指标。其中铁、锌、铅、铜的加入量为 1.5mg、0.5mg、0.5mg、2.25mg 均不产生干扰。

银在操作过程中以氯化银沉淀形式除去。

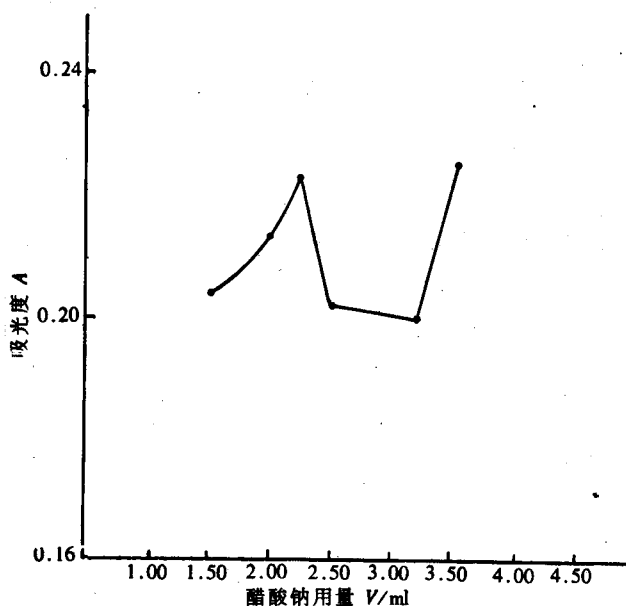


图 2 吸光度-醋酸钠溶液用量关系曲线

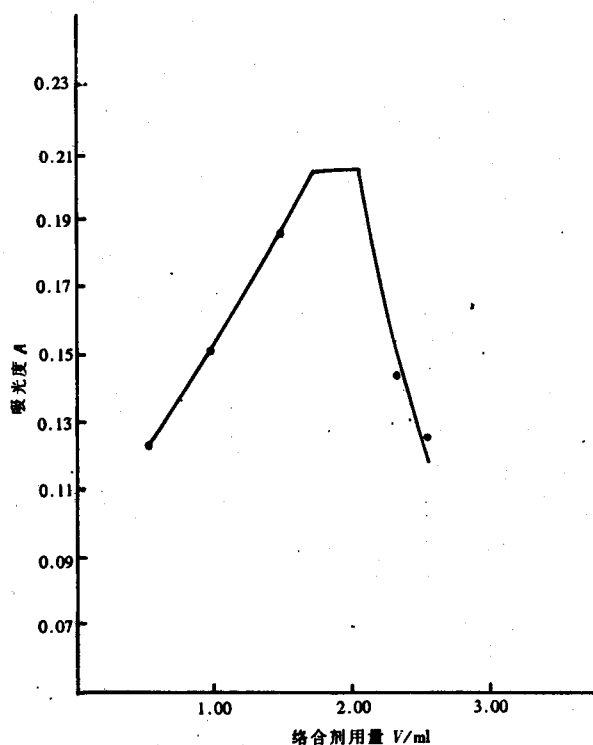


图 3 吸光度-络合剂(KI)关系曲线

2.4.2 金的影响试验

文献[2]报道金的含量大于 0.5μg/ml 产生干扰。金以饱和醋酸丁酯萃取分离消除。醋酸丁酯的萃取率为 94.74%, 对于含金 10mg 的溶液经反复萃取 3 次, 可消除金的干扰。如图 5 萃取吸收曲线可

得到证实。

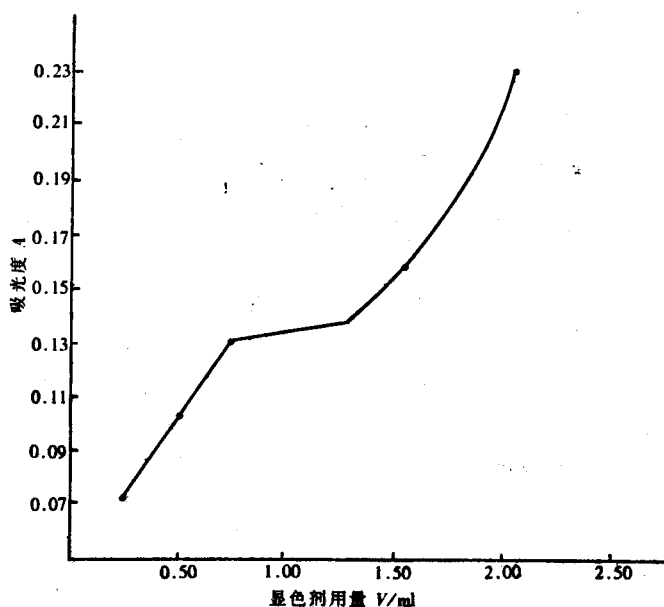


图4 吸光度-显色剂(孔雀石绿)关系曲线

2.5 方法的检出限、精密度、准确度试验

2.5.1 检出限

方法检出限以 IVPAC^[3] 规定确定其值。即：

$$x_L = \bar{x}_B + 3s_B$$

式中： $\bar{x}_B$ ——平均空白值；

s_B ——空白值的标准偏差。

结果详见表2。

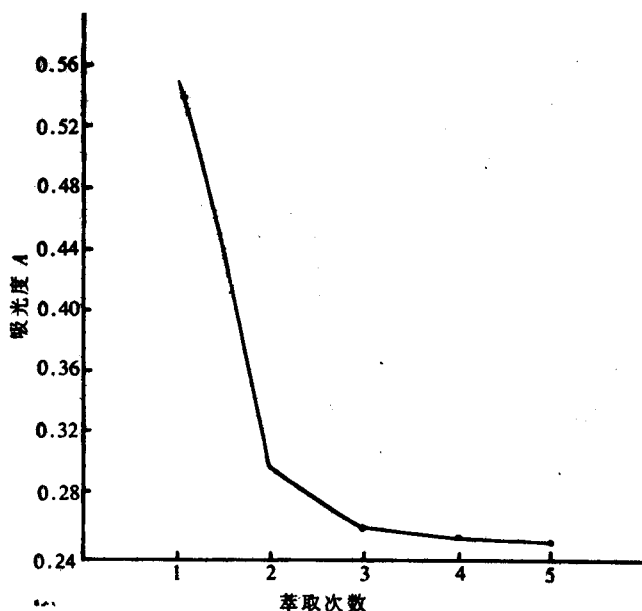


图5 吸光度与萃取次数关系曲线

2.5.2 精密度、准确度

用配制的样品,分3次测定,每次测定样品20次,求出方法的精密度 $RSD\%$, 准确度 $RE\%$, 详见表2。

表2 方法的精密度、准确度、检出限

样号	$RSD/\%$	$RE/\%$	μg	$\bar{x} \pm \frac{T_{0.05} \cdot f \cdot s}{\sqrt{N}}/\%$	国家标准 $RE/\%^{[4]}$
1	4.00	1.1	0.16	5.42 ± 0.05	$\pm 8.0 \sim \pm 16.0$
2	6.39	0.9	0.16	1.20 ± 0.08	$\pm 8.0 \sim \pm 16.0$

参考文献

- 1 岩石矿物编写组. 岩石矿物分析. 北京:地质出版社, 1991:517.
- 2 张铁垣,程泉寿,张仕斌等. 化验员手册. 北京:水利电力出版社,1989:412.

- 3 《有色金属工业分析丛书》编辑委员会. 高纯金属和半导体材料分析. 北京:冶金工业出版社,1995:14.
- 4 冶金工业部信息标准研究院,中国标准出版社第二编辑室编. 黄金标准汇编. 北京:中国标准出版社,1995:222.

编辑:赵玉娥

Determination of mercury in alloyed gold by benzene extraction-photometric method

Li Yan Li Tao

(Inner Mongolian Refinery of Precious Metals)

Abstract: Dissolving samples in aqua regia, extracting gold by butyl acetate in order to separate it and adding potassium iodide and malachite green into water phase, the mercury can be extracted by benzene and determined directly in this organic phase.

Keywords: extraction; mercury; alloyed gold; photometric method