

# 光度法联合测定金和银

冯月斌, 张锦柱

(昆明理工大学 理学院, 云南 昆明 650093)

**摘要:** 含金银试样溶解定容后, 移取两份溶液, 一份在 50% (体积分数) HCl 条件下用黄原酯棉分离金, 另一份在 5% (体积分数) HNO<sub>3</sub> 条件下用黄原酯棉分离银. 在 OP 乳化剂存在下, 以 HAc - NaAc 缓冲液控制 pH 3.3, 以 TMK 为显色剂对金银显色, 在 550 nm 下测定金, 在 500 nm 下测定银.

**关键词:** 金; 银; 分离; 分光光度计

**中图分类号:** O65 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007 - 855X(2004)03 - 0144 - 02

## Photometric Determination of Gold and Silver

FEN Yue-bin, ZHANG Jin-zhu

(Faculty of Science, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

**Abstract:** Two portions of solution are taken from the same sample solution containing gold and silver. For one, gold is separated in 50% (volumn) HCl through column. For another, silver is separated in 5% (volumn) HNO<sub>3</sub> through column. Au Ag ions react with TMK in a HAc - NaAc buffer medium of pH 3.3 and in the presence of OP. Au is determined at 550 nm. Ag is determined at 500 nm.

**Key words:** gold; silver; separation; spectrophotometers

## 0 引言

金和银有许多相似的性质, 常常伴生存在. 目前分光光度法测定金银仍然应用广泛, 以 TMK 为显色剂测定金银见过许多的报导<sup>[1,2]</sup>. 金银的测定一般需预分离富集, 黄原酯棉是分离贵金属的一种优良的纤维类吸附剂, 用其分离金银也见过报导<sup>[1,2]</sup>. 金银的分别测定需经过样品预处理、溶解、分离富集、测定一系列繁杂的过程, 耗时, 耗力. 论文一次称样、溶样, 从同一母液中移取两份溶液, 控制不同的条件, 用黄原酯棉分别分离金、银, TMK 为显色剂, 在相同的条件下显色测定. 这样联合测定金银的方法可节约时间、试剂, 降低成本.

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

721 分光光度计

黄原酯棉(参考文献[1]制备)

TMK 溶液: 0.02%, 准称 0.1 g TMK, 10 mL 丙酮溶解, 无水乙醇定容于 500 mL 棕色容量瓶中, 避光保存. (TMK 由张锦柱合成)

金标液: 10 μg/mL, 准称 0.1 g 金粉 (99.99%), 王水溶解后赶尽 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, 用 1 mol/L HCl 溶解定容于 100 mL 容量瓶中, 移取 1 mL, 用 1% 盐酸定容于 100 mL 容量瓶中.

银标液: 10 μg/mL, 以硝酸银(分析纯)配制, 避光保存.

收稿日期: 2003 - 09 - 04. 基金项目: 昆明理工大学校青年基金资助项目(项目编号: 14051024).

第一作者简介: 冯月斌(1970.3~), 女, 讲师. 主要研究方向: 化学计量学. E-mail: fenyjys@hotmail.com

HAc - NaAc 缓冲液 :pH 3.3, 75 g 醋酸钠, 350 mL 冰醋酸, 溶解稀释至 500 mL.

OP 乳化剂 :3 %

混合掩蔽剂 :5 % EDTA + 1 % NaF

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 分离富集<sup>[1]</sup>

金:称取黄原酯棉 0.1 g, 塞入 50 mL 漏斗颈, 调节松紧程度, 控制流速为 3 mL/min, 用 5 mL 50 % 体积分数盐酸平衡分离柱. 含金溶液过柱, 15 mL 水洗, 15 mL 50 % 体积分数盐酸洗, 用 8 mL 70 % 王水洗脱金.

银:称取黄原酯棉 0.1 g, 塞入 50 mL 漏斗颈, 调节松紧程度, 控制流速为 3 mL/min, 用 8 mL 5 % 体积分数硝酸平衡分离柱. 含银溶液过柱, 10 mL 水洗, 10 mL 5 % 体积分数硝酸洗, 用 8 mL 50 % 体积分数盐酸洗脱银.

### 1.2.2 测定

含金(含银)溶液移入 25 mL 容量瓶中, 加入 2 mL HAc - NaAc 缓冲液, 2 mL 混合掩蔽剂, 1 mL TMK, 2 mL OP 乳化剂, 以水定容, 立即测定. 测定金的波长为 550 nm, 测定银的波长为 500 nm.

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱及工作曲线

金的三元络合物的最大吸收波长为 550 nm, 在 0 ~ 15  $\mu\text{g}/25\text{ mL}$  范围内符合郎伯—比尔定律; 银的三元络合物的最大吸收波长为 500 nm, 在 0 ~ 20  $\mu\text{g}/25\text{ mL}$  范围内符合郎伯—比尔定律.

### 2.2 已知样的测定

分别对 10  $\mu\text{g}$  金标液和 10  $\mu\text{g}$  银标液过柱、测定, 回收率均在 97 % 以上.

将一定量金标液和银标液混合后按前述方法分离测定, 结果如表 1 所示.

表 1 已知样分析结果( n = 3)

	已知值/ $\mu\text{g}$	测定值/ $\mu\text{g}$	RSD/ %
Au	10	10.1	1.2
Ag	10	9.7	2.2

在进行银的分离或测定以前, 需滴加几滴 25 % 的 NaCl 溶液, 低温蒸干后, 用 5 % 体积分数硝酸溶解后再分离或测定.

### 2.3 炼金矿渣的测定

称取试样 5 g 于瓷坩埚, 在马弗炉内缓慢升温至 650 (炉门稍开), 保持 1 h, 转移至烧杯, 加入王水 30 mL, 氢氟酸 10 mL, 低温煮至糊状, 30 mL 50 % 体积分数盐酸浸取, 定容于 100 mL 容量瓶中, 静置澄清.

金的分析: 直接移取 25 mL 清液, 按前述方法分离测定.

银的分析: 移取 1 mL 清液, 低温蒸干, 10 mL 5 % 体积分数的硝酸溶解后按前述方法分离测定. 结果如表 2 所示.

表 2 矿渣分析结果( n = 3)

	测定值/ $\text{g t}^{-1}$	RSD/ %
Au	4.3	3.4
Ag	142	7.6

结果表明, 本文的测定方法重现性较好, 结果可靠, 可有效降低测定成本.

## 参考文献:

- [1] 冯孝阳, 周日尤. 黄原酯棉分离硫代米蚩酮吸光光度法测定岩矿中的痕量金[J]. 理化检验: 化学分册, 1989, 25(5): 298 ~ 301.
- [2] 应敏, 张辉. 黄原酯棉分离—硫代米蚩酮分光光度法测定矿石中微量银[J]. 黄金, 1994, 15(3): 48 ~ 50.