

金矿选编

第五集



地质局黄金办公室
核工业部 第三研究所情报室

金 矿 选 编

第 五 集

核工业部地质局黄金办公室
第三研究所情报室

前 言

为了给找矿、科研第一线的广大金矿地质工作者提供找金方面的资料，以促进黄金地质找矿勘探工作的顺利进行，我们调研、编辑、出版了《金矿选编》

《选编》汇集了目前国内外许多较高水平的金矿论文。选时结合当前金矿工作的实践，并注意到内容的普及性和实用性。对进一步研究和在我国寻找各种类型的金矿床有一定的参考价值。

《选编》分五集出版。

第一集 金矿概述 主要内容：金的命名和成因形态、金的地球化学性质和成矿作用、金的标型特征及金矿规范说明等。

第二集 砂金 主要内容：砂金矿床的成因类型、分布特征、找矿评价方法、勘查方向等。

第三集 金矿的成矿模式及勘查方法 主要内容：金矿床的成矿模式及找矿方向、金矿勘查的物化探方法、地球化学方法、放射性方法，以及取样方法等。

第四集 金矿床 主要内容：金矿床成因理论、金矿床类型及特征、国内外典型金矿床实例等。

第五集 金的分析测试方法 主要内容：金的各种实验室分析测试方法及野外简易测试方法。

《选编》由核工业部地质局黄金办公室和北京第三研究所科技情报室联合编审，本集由陈荣先同志选题，经庞传文高级工程师审阅，高必娥同志编辑。由于水平所限，书中出现的错误和不妥之处，敬请读者批评指正。

局黄金办公室
所科技情报室 1987.11

重 要 声 明

《国外铀矿地质》自复刊以来深受广大读者欢迎。为配合我国黄金开发的需要,《国外铀矿地质》从1986年起便刊登国外有关黄金开发的文献,1987年有关黄金开发的文章已占本刊版面的1/3到1/2。根据中华人民共和国国家标准《科技学术期刊编排规则》的规则,“期刊的刊名必须切合该刊所涉及的特定学科与知识领域”和广大读者的意见,经国家科委批准从1988年起《国外铀矿地质》改名为《国外铀金地质》,该刊每期96面,15万字,定价1.50元,全年4期6元。特此声明。

国外铀金地质编辑部

1987年12月

目 录

容量法

1. 聚氨酯泡沫塑料富集分离氢醌容量法测定
矿石中金..... (1)
2. 泡沫塑料吸附碘量法测定矿石中的金..... (3)
3. 氢醌法滴定金的改进——利用环己二胺四乙酸
掩蔽铈 (Ⅱ) (10)

比色法

4. 比色法测定矿石中微量金的试验..... (16)
5. 岩矿地质试样中痕量金的测定..... (23)
6. BRIJ35—TMK分光光度法测定微量金..... (30)
7. 催化比色法测定地质试样中痕量金..... (33)
8. 甲基异丁酮萃取——硫代米蚰酮分光光度法测定
矿石中的微量金..... (47)
9. 萃取色层分离、硫代米蚰酮萃取分光光度法测定
岩石中痕量金..... (50)
10. 磷酸三丁酯萃淋树脂萃取色层光度法测定
矿石中微量金..... (54)
11. 金—玫瑰红—溴化十六烷基三甲铵三元络合物
分光光度法测定微量金..... (59)
12. 痕量金野外快速测试方法..... (63)

原子吸收分光光度法

13. 泡沫塑料吸附硫脲解脱原子吸收法测定金..... (72)
14. 反相萃取色谱法富集金..... (77)
15. CL—TBP萃淋树脂萃取层析分离—原子吸收光谱法

- 测定钼矿石中的金..... (80)
16. 萃取—原子吸收法测定矿石中的金..... (85)
17. 原子吸收火焰法测定岩石矿物中的痕量金..... (93)
18. 醋酸丁酯萃取原子吸收法测定金的改进..... (98)
19. 石墨炉原子吸收法测定矿石中痕量金..... (101)
20. PTISO萃取色谱法分离无火焰原子吸收光谱法测定
矿石中痕量金..... (107)
21. 加弧台涂铜石墨炉原子吸收光谱法测定
黄铁矿单矿物中微量金..... (112)
22. α -庚基吡啶萃取无火焰原子吸收测定
地质样品中微量金..... (119)
23. 二正辛基亚砷—乙酸丁酯萃取原子吸收光谱法
测定金..... (126)

光谱法

24. 化学光谱法测定地质试样中痕量金..... (131)
25. TBP萃淋树脂反相色层分离ICP—AES法测定
岩石中的微量金..... (137)
26. 化学光谱法测定超痕量金..... (144)
27. 超痕量金的快速化学光谱分析法..... (154)

极谱法和化学发光法

28. 阳极溶出催化极谱法测定微量金的研究..... (158)
29. 单扫描示波极谱法测定微量金..... (164)
30. 泡沫塑料富集分离示波极谱法测定
岩石矿物中的金..... (172)
31. 矿石中痕量金的流动注射化学发光分析法..... (174)
32. 金的特效化学发光测定法..... (181)
33. 火试金—中子活化分析法测定我国金银地质
标准参考样品中的金..... (188)

样品加工与试样制备

- 34. 金的碎样加工的有关问题.....(193)
- 35. 金矿分析影响因素的研究.....(199)
- 36. 微量金测定中的某些问题.....(209)
- 37. 某些因素对矿石和岩石中金的测定结果的影响.....(213)
- 38. 测定矿石中金、银时试样的焙烧问题.....(218)
- 附表 贵金属矿石分析误差范围.....(224)

聚氨酯泡沫塑料富集分离

氢醌容量法测定矿石中金

薛 光

(中国人民武警部队黄金第十支队)

聚氨酯泡沫塑料对金具有非常强的吸附能力,用于富集分离金具有容量大、选择性好、操作简便、成本低等优点,但采用静态吸附法条件要求严格,干扰因素多,结果偏低。本文利用活性炭吸附柱布氏漏斗装置富集分离金动态吸附法的优点,制备了泡沫塑料吸附柱布氏漏斗装置,研究了富集分离金的条件。结果表明,泡沫塑料吸附金的浓度为5—35%,吸附温度在50℃以下,抽滤时流速应小于1.25ml/秒。以2%盐酸、2%氯化氢铵和水为淋洗液,可避免泡沫塑料对其它共存离子的吸附。对于500μg金,在实验条件下5g铁、铜、铝、钙、镁不干扰测定,钼允许量为200mg,铈的共存影响金的吸附和氢醌容量法测定故应预先除去。以聚氨酯泡沫塑料动态吸附法富集分离金、氢醌容量法测定,操作简单快速,准确度、选择性较好,适用于矿石中金的测定。

主要试剂 金标准液:用高纯金(99.99%)配制成每毫升含金500μg;氢醌标准溶液:称取0.8375g氢醌加有400ml水的烧杯中,加8.3ml盐酸,用水稀至1000ml,摇匀,此溶液相当于1mg Au/ml,使用时稀释10—20倍并按分析手续进行标定;联苯胺指示剂(0.1%);磷酸-磷酸氢二钾缓冲溶液(pH2.5)。

聚氨酯泡沫塑料吸附柱的制备 将市售聚氨酯泡沫塑料切成重约1g的长方形块($4.0 \times 3.5 \times 2.5$),用10%盐酸煮洗。在玻璃吸附柱底部垫上滤纸浆层,然后将处理过的泡沫塑料放入柱内即可使用,控制流速每分钟2—3ml。

分析步骤 称取30g矿样于400ml烧杯中(若含碳、硫和有机物则需在600℃高温炉灼烧,对仅含硫的矿样可用硝酸处理),用水润湿,加100ml王水(1+1),盖上表面皿,置于沙浴上溶解40分钟,取下,用水冲洗表面皿和杯壁,加水至150ml,搅拌均匀。冷却后,用聚氨酯泡沫塑料吸附柱装置(布氏漏斗上铺一层滤纸和一层滤纸浆,以防穿滤)进行抽滤吸附金。以2%热盐酸

洗烧杯2—3次,洗残渣8—10次。卸去漏斗,吸附层依次用2%氯化氢铵洗3—5次,2%盐酸洗7—8次及水洗8—10次,滤干后取出泡沫塑料放入50ml瓷坩锅中,置电炉上灰化,放入预先升至700℃的高温炉中,保温3—5分钟。取出冷却后,加入3—4滴25%氯化钾溶液,沿壁加入新配王水1—2ml,置于低温水浴上作用1—2分钟,再升高温度蒸至近干。加数滴浓盐酸再蒸干至无酸味。取下,加入5ml缓冲溶液、3滴0.1%联苯胺,用氢醌标准溶液滴定至无黄色为终点。根据氢醌标准溶液的消耗量计算金的含量。

选自《分析试验室》第七期(1986)

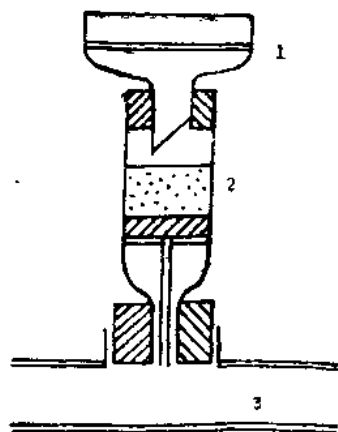


图1 聚氨酯泡沫塑料吸附柱装置
1—布氏漏斗; 2—聚氨酯泡沫塑料吸附柱; 3—抽气筒

泡沫塑料吸附碘量法测定矿石中的金

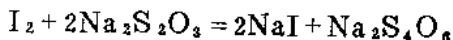
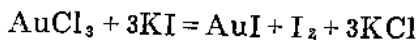
唐德钧

(湖南省地质局四〇七队)

湿法试金逐渐取代了古老的火法试金，然而沿用的湿法一般都是凭藉酸与氧化剂将金及样品分解，滤去残渣，然后用不同的富集分离手段，将氯金络阴离子 $[\text{AuCl}_2]^-$ 从滤液中富集分离出来，最后用比色法、容量法、原子吸收法或光谱法测定金的含量。

从实践中，我们深深感到原湿法的操作过程太繁琐，特别是过滤残渣，富集金后沉淀的过滤洗涤。再则，氢醌滴定金时，氢醌及联苯胺与 $\text{Au}(\text{III})$ 的反应很慢。因此，本实验就缩短湿法的操作时间做了些试验。

近有湖北冶勘六〇四队采用泡沫塑料吸附富集金。在此基础上广西冶金地质研究所、湖南省地质实验室等单位，进一步利用泡沫塑料吸附富集金，而不必分离残渣，用硫脲解脱后直接用于原子吸收法测定金，此法可谓简易快速，但限于原子吸收分光光度计以及电源等条件，目前在中小型实验室，特别是野外队实验室不便推广采用。我室利用泡沫塑料吸附富集金的优点，灰化塑料后，为进一步克服氢醌滴定金时速度太慢的缺点，采用碘量法测定金，基于三价金在弱的酸性溶液中能定量氧化碘离子成碘，用标准硫代硫酸钠滴定析出之碘，借以测定金。其化学反应式：



实验部分

1. 泡沫塑料对金的吸附率试验

资料介绍, 泡沫塑料吸附金(AuCl_4^-), 王水浓度4%—15% (V/V), 体积在50—100ml, 对吸附无影响, 本实验仍采用5%的王水浓度, 100ml体积。资料又介绍, 在此浓度, 泡沫塑料对金的吸附率均在98%以上。我们的实验表明, 在此条件下, 吸附只能达到96%以上, 在溶液中留下平均4%的金未收回。而且, 未用盐酸处理的泡沫塑料吸附率有所偏低, 且不稳(表1)。

表1

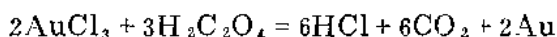
加入金 400 μ g	5%王水	振荡 半小时	未用盐酸浸泡过 的泡沫塑料回收 金 (%)	已用10%盐酸浸 泡过的泡沫塑料 回收金 (%)
加入金400 μ g	5%王水	振荡半小时	95.8	96
加入金400 μ g	5%王水	振荡半小时	96.8	96
加入金400 μ g	5%王水	振荡半小时	94	96
加入金400 μ g	5%王水	振荡半小时	95	98
加入金400 μ g	5%王水	振荡半小时	93	98

将泡沫塑料吸附金后的溶液, 加入4滴20%的氯化钾, 补加几毫升王水, 蒸干, 再用盐酸赶硝酸, 用碘量法测定金, 在溶液中剩下的金平均在4%左右。

2. 泡沫塑料吸附金后, 灰化时, 金是否有损失

我们将吸附金后的泡沫塑料, 用定量滤纸包起来, 放入30ml光滑瓷坩埚内, 在马弗炉中低温升至600℃灼烧40—60分钟, 除

去炭质，王水溶金后，用碘量法测定。与此同时，将吸附金后的泡沫塑料加入草酸还原Au（Ⅰ）。



灼烧后，王水溶解金，碘量法测定对比实验见表2。

表2

加入金400μg	用滤纸包灰化测金回收率(%)	用草酸还原灼烧测金回收率(%)
加入金400μg	96	96
加入金400μg	96	96
加入金400μg	96	96

上述实验表明，用滤纸包好进行还原（碳是一个还原剂）灼烧，在600℃左右，金没有损失，在升温过程中，泡沫塑料在滤纸灰化前早已熔化，我们认为滤纸既可防止金的溅失，碳质又有还原Au（Ⅰ）的作用。

3. 空白矿样实验

称取25g不含金的矿样，灼烧后，加入20ml王水，400μg金，在电热板上煮沸1小时，浓缩至5ml左右，用水稀至100ml，按上述条件吸附测金，回收率见表3。

表3

空白矿样25g	加入金400μg	金的回收率(%)
空白矿样25g	加入金400μg	97
空白矿样25g	加入金400μg	97
空白矿样25g	加入金400μg	97

从此可以看出，不分离残渣，对金的回收率未产生影响。

4. 共存元素的干扰情况

根据使用泡沫塑料吸附及矿石中一般共存元素，作了以下干扰试验：

(1) 泡沫塑料本身很纯（与活性炭比较），经 600℃ 灼烧后，本身的成分即已基本挥发。

(2) 据资料介绍，在5%的王水介质中，泡沫塑料除部分吸附钼、钨、铬等少数元素外，其余均不被吸附。

但为了使微量量的金用碘量法仍能得到满意的结果，在滴定时，采用加入掩蔽剂的办法，用EDTA和氟化氢胺分别与铜、铁形成稳定的络合物，消除其影响。在一般含金样品中，钼、铬是很微的，其泡沫塑料吸附更不足量，不予考虑，钨在此条件下不干扰碘量法测金。

(3) 矿石中一般共存元素允许4g铁，8g 钙、镁，500mg铜、铅、锌，1.5g铋，无影响。更高未进一步试验。据资料指出，大量铅铋影响泡沫塑料对金的吸附，尚需分离。

5. 矿样分析结果对照

本法与其它方法结果对照列于表4。

表4 样品分析结果对照

编 号	砷共沉淀氢醌容量法 Au (g/t)	泡沫塑料吸附、灰化、碘量法 Au (g/t)	
795339	1.39	1.36	1.33
793440	0.85	0.88	0.86
管理样	2.21	2.30	2.05

矿样分析方法

1. 主要试剂

泡沫塑料 1cm厚，白色，市售泡沫塑料块状。

王水 三体积的盐酸与一体积的硝酸混合。

氯化钾溶液 20%

醋酸溶液 1:1

EDTA溶液 2.5%

氟化氢胺 固体

碘化钾 固体

淀粉溶液 1%，称取1g可溶性淀粉，用少量冷水调匀后，倒入100ml沸水中，再煮沸，取下，冷却，备用。新鲜配制。

标准金溶液 称取纯金(99.99%) 0.1g，于1000ml容量瓶中，加入20ml王水，微热，使金溶解完全后，再加入100ml王水，稀至约500ml，冷却后再稀至刻度，摇匀，此溶液每毫升含金100 μ g。

吸取上述标准金溶液，用10%的王水稀释10倍配成每毫升含金10 μ g的标准金溶液，备用。

硫代硫酸钠标准溶液0.1N，称取25g硫代硫酸钠溶于1L新煮沸而冷却的、加有0.1g无水碳酸钠的蒸馏水中，摇匀(溶液pH7.2—7.5)，储于棕色瓶中，塞紧，待用，此溶液1ml约相当10mg金。

取出上述溶液3ml，5ml，各加入0.1g无水碳酸钠，分别用新煮沸冷却的蒸馏水稀至1L(溶液的pH7.2—7.5)，摇匀，得到1ml相当于30 μ g及50 μ g金的溶液。

标定根据样品中金的大致含量，吸取3—5份金标准液于250ml三角锥瓶中，加入5%王水100ml，加3滴溴水，振荡半小时，

以下按样品分析手续进行。

2. 分析手续

称取25—30g样品，于75ml瓷蒸发器中，放入马弗炉中，由低温升至600℃灼烧1小时，取出冷却后，将试样移入250ml磨口三角瓶中（可在瓶口插一漏斗，矿样由漏斗进入），用水湿润样品，加入新配王水30ml，盖上盖子，摇匀后，在电热板上煮沸1小时（中间摇动1—2次），然后打开盖子，并蒸至5ml左右，取下，用水稀释至100—150ml，加入3—5滴溴水，放入经10%左右盐酸浸泡过的泡沫塑料约0.2g，盖紧塞子，在振荡器上振荡半小时，取出塑料，在自来水中冲洗，除出残渣，压干，用定量滤纸包好，放入30ml光滑瓷坩锅中，在马弗炉中，由低温升至600℃灼烧40—60分钟，取出，冷却。

将坩锅放在水浴锅上，加入20%的氯化钾溶液4滴，加入4ml新配的王水，在微热处让激烈反应停止后，再升高水温，蒸干，稍冷后，并用几滴盐酸两次赶硝酸，蒸至无酸气后，取下，加入5ml1:1醋酸，稍温热溶解，冷后，加入氟化氢胺0.05—0.2g搅拌，使铁络合，再加2.5%EDTA 4滴，立即加入0.1—0.5g碘化钾，并立即用适当浓度的硫代硫酸钠标准溶液滴到淡黄色，加入淀粉指示剂3—5滴，继续滴定，近终点时，应充分搅拌，逐滴滴入，到蓝紫色消失即为终点。

注：

(1) 矿样必须从低温升至600℃，先行焙烧1小时以上，对于含硫高的样品，适当延长焙烧时间，以除尽硫、炭质、有机质等，否则，结果大大偏低。

(2) 用硫代硫酸钠滴至近终点时，必须充分摇动或搅拌，逐滴加入，以免滴过。

(3) 泡沫塑料吸附金时，振荡半小时很重要，无振荡器时，用手工代替要用力振荡，否则，吸附率低。

(4) 为消除泡沫塑料吸附的误差(在溶液中剩下4%左右的金未被吸附),故对硫代硫酸钠溶液的标定,也采取接近样品手续的条件进行。

小 结

利用泡沫塑料吸附,碘量法测金,是目前湿法测金中,除原子吸收分光光度法外,较简易快速可行的方法,对于微克量的金仍能得到可靠的结果,且不需要繁杂的设备,便于普遍推广采用,唯有灰化塑料时,有毒气体放出,我们建议将马弗炉放入通风柜中进行。

若能找到一个将金从泡沫塑料下解脱下来,又不影响下一步碘量法测金的试剂,则可不必要灰化塑料,有待日后探索。

选自《湖南地质实验》第三期(1980)

氢醌法测定金的改进——利用 环己二胺四乙酸掩蔽铊 (Ⅲ)

傅 林

蔡树型

(煤炭部河北119地质队) (有色金属工业总公司矿产地质研究院)

氢醌法测定金是一个成熟的方法,已被广泛应用,但是铊(Ⅲ)有干扰,因此不适用于含铊试样的测定,铊(Ⅲ)与金(Ⅲ)的化学性质相似,相互之间很难分离,在目前常用的活性炭吸附法、阴离子交换树脂法、泡沫塑料法、溶剂萃取法等分离富集金的过程中,都不能将铊(Ⅲ)分离。氢醌法中铊(Ⅲ)的干扰问题仍未得到很好的解决。

经试验,发现环己二胺四乙酸(CyDTA)能掩蔽铊(Ⅲ)且不能还原金(Ⅲ),可消除氢醌法中铊(Ⅲ)的干扰,此法简便有效。

1. 主要试剂

CyDTA溶液(0.025mol/L)称取1.9176g CyDTA(天津试剂一厂产品),溶于稀氢氧化钠溶液中,滴入盐酸,将溶液的pH值调至2—3,用水稀释到200ml。

氢醌标准溶液 1ml相当于50μg金的溶液,用金标准溶液标定。

2. 试验方法

将待测的金溶液置于烧杯中,加入3滴10%氯化钾溶液及少量王水,置水浴上蒸干。以盐酸驱除硝酸三次,取下。加入1ml磷酸氢二钠-磷酸缓冲液(pH2—2.5)、0.2ml CyDTA和1滴