

活性炭吸附-碘量法在邱村金矿的实践

陈为添

(福建省双旗山金矿, 福建 泉州 362500)

摘要:文章根据邱村金矿的金矿石特征,详细阐述了矿样采用活性炭吸附-碘量法间接测定金的含量。该方法具有简单、快速、准确、经济、无毒、无污染等优点。

关键词:邱村金矿;活性炭;吸附;碘量法

中图分类号: O655 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-5540(2007)06-0055-03

邱村金矿位于德化县葛坑镇,交通便利,自1998年6月建成投产以来,经调试及改造,目前实际采选生产能力200 t/d,主要回收金及少量的银,矿山建有化验室,测定矿物含金量主要采用活性炭吸附-碘量法。测定样经王水分解后,于酸性溶液中金被活性炭吸附与大量干扰元素分离。经灼烧除去炭质,残留金再以王水溶解,蒸干。在pH为3~4的醋酸介质中,以碘化钾还原金析出相当量的碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘,间接测得金的含量。

1 试验部分

1.1 分析仪器规格

天平1000 g、马弗炉1000℃、蒸馏水器25 cm×50 cm、电炉盘25 cm×50 cm、电炉丝3 kW、抽气桶、石棉网5 cm×5 cm、真空泵、滴定架、烧杯400 mL、烧杯刷、洗瓶500 mL、表面皿90 cm、坩埚50 mL、100 mL、龙头瓶10000 mL、三角锤式瓶、布氏漏斗mL、玻璃棒、有柄塑料烧杯1000 mL、量筒50、100 mL、吸饵球、手术盆50 cm×70 cm、橡胶塞6#、8#、移液管2 mL、10 mL、缓冲瓶、白瓷方舟14 cm×20 cm、白滴瓶、酸式滴定管50 mL、胖肚吸管10 mL、100 mL、塑料桶15 L。

1.2 分析试剂

1. 盐酸。比重1.19。
2. 硝酸。比重1.42。
3. 王水(1+1):将3份盐酸和1份硝酸,以水稀

释1倍,混合、摇匀。

4. 盐酸。5%。
5. 氯化钠。25%。
6. 氟化氢铵。2%。
7. 碘化钾。
8. 淀粉。1%溶液。
9. EDTA。2.5%溶液。

10. 活性炭。二级或三级,粒度应小于0.074 mm,必要时应过筛再用。活性炭按以下方法处理:将活性炭浸入2%氟化氢铵溶液3 d以上,减压过滤,用2%盐酸洗涤5~6次,再用水洗5~6次,烘干备用。在使用前先按分析手续作空白试验。

11. 纸浆。用大张定性滤纸制。
12. 醋酸。7%溶液。
13. 动物胶溶液。 $\rho(\text{动物胶}) = 1 \text{ g/L}$,称取0.1 g动物胶于50 mL热水中,加热至溶解后稀释至100 mL。
14. 混合萃取剂。取150 mL异戊醇,加100 mL甲基异丁基甲酮、100 mL乙酸丁酯。加入50 mL王水(10%)萃取2 min,上层清液备用。

15. 金标准贮存溶液。称取光谱纯金0.1000 g,于50 mL烧杯中,加入10 mL新配制的王水,加热溶解。加5 mL 10%氯化钾溶液,在水浴上蒸干后再加50 mL盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$),微热溶解后移入1000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含100 μg 金。

16. 金标准溶液。准确称取纯金(99.99%)0.1 g于100 mL烧杯中,加王水5~10 mL,在水浴上加热溶解,加入25%氯化钠0.5 mL,继续在水浴上蒸

干至无酸味。取下稍冷,每次加盐酸 1 mL,反复在水浴上蒸干 2 次,用少量的 0.1 mol/L 盐酸溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以 0.1 mol/L 盐酸稀至刻度,摇匀,此溶液每毫升含金 0.000 1 g。

17. 硫代硫酸钠标准溶液。称取硫代硫酸钠 25 g,溶于新煮沸并冷却了的蒸馏水中,加入碳酸钠 0.5 g,以新煮沸并冷却的蒸馏水稀释至 10 L,摇匀。

分别取硫代硫酸钠标准溶液 30 mL 和 100 mL 于两支 1 000 mL 容量瓶中,加入碳酸钠 0.1 g,用新煮沸冷却的蒸馏水稀至刻度,摇匀。此溶液每毫升分别约相当于 0.000 03 g (30 μ g) 和 0.001 g (100 μ g) 金。配制好放置 1 周后,标定使用。

标定:准确吸取金标准液 5 ~ 10 mL 于瓷坩埚中,加冰醋酸 2 ~ 3 滴,碘化钾 0.2 g,以硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加入淀粉溶液 0.5 mL,继续滴定至兰色消失至终点。

按下式计算硫代硫酸钠对金的滴定度:

$$T = CV_0 / V$$

式中 T 为硫代硫酸钠标准溶液对金的滴定度/ $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$; C 为吸取金标准溶液的浓度/ $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$; V_0 为吸取金标准溶液的体积/mL; V 为标定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积/mL。

1.3 试验方法

称样量:地质、尾矿、选矿、称取 30.000 g,精矿、氰化贵液、氰化渣、称取 10.00 g。

称取试样 10 ~ 50 g (视含金量而定) 于 400 mL 烧杯中,用少量水润湿,盖表面皿,含硫的试样分次加入王水 (1 + 1) 80 ~ 100 mL,等激烈反应停止后,加入王水 (1 + 1) 100 ~ 120 mL (总体积在 200 mL) 左右,加热溶解 40 ~ 60 min (在溶解过程中要不时摇动烧杯)。控制体积 30 ~ 40 mL,取下 (含硅高的试样,可加 1% 动物胶溶液 20 mL,摇匀)。放置片刻,用温水洗净表皿,并稀释至 200 ~ 250 mL,摇匀,待过滤。

吸附装置的准备:先将吸附柱安装在抽滤桶上,放入抽滤隔板,开动真空泵,加入纸浆至抽干后纸浆厚度为 4 mL 左右时,加入混有 0.5 ~ 1.0 g 活性炭的纸浆,抽干后再加少许纸浆,使总厚度为 8 ~ 12 mL,于吸附柱上端装上布氏漏斗,漏斗内铺一张定性滤纸,用水润湿加入少量纸浆,抽干。

将待抽滤的试样溶液慢慢注入布氏漏斗中,进行过滤和吸附。以温度为 40 ~ 50 $^{\circ}\text{C}$ 的 2% 的盐酸将沉淀全部移入布氏漏斗中,并冲洗净烧杯,然后洗涤残渣 6 ~ 8 次,抽干后取下布氏漏斗,用温热的 2% 氟

化氢铵洗涤活性炭层 4 ~ 5 次,用温热的 2% 盐酸洗 4 ~ 5 次,最后用温水洗 8 ~ 10 次。

拉下真空泵电源开关停止抽滤,取下吸附柱,用玻璃棒把活性炭与纸浆混合物取出,放入 50 mL 瓷坩锅中,用小块滤纸擦净吸附柱内壁上附着的少量炭粉,放入坩埚内,于电炉上灰化后,移入预先升温至 700 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中,进行彻底灰化。取出冷却,加 25% 氯化钠溶液 3 ~ 4 滴,沿坩埚壁加入王水 1 ~ 2 mL,于水浴上溶解并蒸发至无酸味,取下稍冷,加入盐酸 1 mL,继续蒸发至无酸味,并重复一次,取下,趁热加 7% 醋酸 3 ~ 5 mL 溶解盐酸类,冷却至室温后加氟化氢铵约 0.1 g,摇匀。加 2% EDTA 溶液 5 滴,碘化钾 0.2 ~ 0.5 g,摇匀,以硫代硫酸钠标准溶液滴定至微黄色,加入淀粉溶液 0.5 mL,继续滴定至兰色消失至终点。

1.4 分析结果的计算

按下式计算金的含量 $W_{\text{Au}}(\text{g/t})$:

$$W_{\text{Au}} = TV / G \times 10^6$$

式中 T 为硫代硫酸钠标准溶液对金的滴定度/ $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$; V 为滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积/mL; G 为称取式样的重量/g。

2 注意事项

1. 对含硫较高或含炭、砷的矿样可按下列法处理:称取试样 20 ~ 30 g 于 125 mL 瓷皿中,把试样整平,放在高温炉中,从低温升至 750 $^{\circ}\text{C}$,在稍开炉门情况下保持 1 h。取出冷却,移入烧杯中加王水 (1 + 1) 200 mL 溶解,以下操作同前面分析手续。如果试样同时含铁较高,经灼烧后的矿样应先加盐酸于电炉上加热溶解几分钟后,再加入王水 (1 + 1) 分解矿样。

2. 体积在 30 ~ 40 mL,经稀释后可保证其酸度在活性炭定量吸附金的范围内。

3. 活性炭用量应视矿样含金量而定,一般金量小于 5 mg 时,有 0.5 ~ 0.8 g 活性炭已够了,含活性炭纸浆层度 6 ~ 8 mm (活性炭加干纸浆 = 1 + 1),总厚度 10 ~ 13 mm。

4. 过滤时,吸附柱内液面应保持一定高度,防止溶液由一点滤过而吸附不完全。

5. 因为停止抽滤,吸附柱内为负压,取布氏漏斗较费力,当拿下布氏漏斗的瞬间,由于内压的突变,会导致吸附柱内的活性炭层蹦跳,为防止上述现象发生,可先用铁钉把漏斗中滤纸划破,再取。

6. 使用前对坩埚应进行检查,发现有腐蚀严重

的应换掉,否则能导致分析结果偏低。

7. 灰化时,速度要缓慢,严禁着火。

8. 活性炭经灰化灼烧后应无黑色残渣,灰分含金应是紫色而不是红色,出现红色表示铁没洗净,紫色越深含金越高。

9. 加入氯化钠水浴蒸发是使金保持三价状态,两次加盐酸蒸至近干是为了赶尽氮氧化物,否则影响滴定总点,蒸发是不能过干,否则会因时间长、温度过高,使三氯化金分解成一价或单体金,使结果偏低。同时活性炭带入的铁盐,会转化为红色氧化铁,此氧化铁不被氟化氢铵络合而掩蔽,影响终点观察。如果蒸至有红色氧化铁出现应再加入盐酸重复蒸发至无酸味。

10. 铜、铅含量高时 EDTA 的量可适当增加,但

应在临滴定前加入,加入后立即滴定,不能久放,因 EDTA 是还原剂,放置时间过久会使金还原,导致结果偏低。

3 结 论

地质物料中金含量的测定可用活性炭吸附-碘量方法。并适用于选矿、精矿、尾矿、氰化贵液、氰化渣、滤饼等含金矿石矿物中金的分析。锌粉置换的金泥,含金较低的粗金等也可以用本法测定。

参考文献:

- [1] 陈其府. 邱村金矿床石及金矿物特征[J]. 湖南有色金属, 2007, 23(4): 1-3.

收稿日期: 2007-08-20

The Practice of Carbon Absorption-Iodine Amounts Method in Qiucun Gold Ore

CHEN Wei-tian

(Fujian Shuangqishan Gold Mine, Quanzhou 362500, China)

Abstract: The article introduces the carbon absorption-iodine amounts method in determining the amount of gold indirectly, according to the ore character of Qiucun Gold Mine. The method is simple, rapid, accurate, economical, intoxic and with out pollution.

Key words: Qiucun Gold Ore; activated carbon; absorption; Iodine amounts law

(上接第 2 页)

4 结 语

物理选矿去除锆刚玉中玻璃渣研究结果表明, 含 Na_2O 2.75% 的锆刚玉经重选法去除玻璃后,

Na_2O 含量可降至 1.34%, 锆刚玉回收率为 83.8%, 其质量达到 SJ-36 锆刚玉砖的原料要求。试验获得的结果是满意的, 且流程简单。在讨论中对几个问题提出的看法在今后生产或试验中都有参考价值。

收稿日期: 2007-10-12

Study on Removing Glass from $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{SiO}_2$ Refractories by Gravity Separation

YAN Jing-ya¹, YAN Da-xiong²

(1. Hunan Xianggang - Yixing Refractory Co. Ltd, Xiangtan 411102, China;

2. Hunan Research Institute of Nonferrous Metals, Changsha 410015, China)

Abstract: The methods of removing glass from $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{SiO}_2$ refractories by physical separation were studied. After removing glass by gravity separation, the content of Na_2O in AZS refractory can be reduced from 2.75% to 1.34%, which can reach the requirements of SJ-36 AZS blocks' raw material.

Key words: AZS refractory; gravity separation; test flowsheet