

响应面法优化废印刷线路板的金萃取条件

朱晓光, 席晓丽, 聂祚仁, 马立文, 朱健健

(北京工业大学 材料科学与工程学院, 北京 100124)

摘 要: 对回收废线路板采用“破碎—氧化硫酸法分离贱金属—浸出金—甲基异丁酮溶剂萃取提金—反萃析金”工艺获得海绵金, 采用统计学方法及 Minitab15 软件对甲基异丁酮(MIBK)萃取线路板中金的影响因素进行探讨和分析。针对萃金过程, 首先采用析因设计法进行 5 因素 2 水平的部分析因试验设计, 对 MIBK 萃金的影响因素进行筛选, 发现相比、反应时间和反应温度对金萃取率有显著影响, 而且相比时间的影响具有正效应, 温度具有负效应; 利用 Box-Behnken 中心组合设计及响应面分析对影响金萃取率的显著因素做进一步的优化, 建立多元二次回归方程拟合模型, 得到最佳的萃取条件: 相比 0.34, 反应时间 12.4 min, 反应温度 28 ℃, 在此条件下金的萃取率可高达 96.1%, 对 MIBK 萃金后的有机相用 5% 的草酸溶液进行反萃还原, 得到海绵金。

关键词: 金; 甲基异丁酮; 析因设计; 废印刷线路板; 萃取率; 响应面法

中图分类号: TF831; X705

文献标志码: A

Optimization of extraction of gold from waste printed circuit board using response surface methodology

ZHU Xiao-guang, XI Xiao-li, NIE Zuo-ren, MA Li-wen, ZHU Jian-jian

(College of Material Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: The sponge gold was obtained by using “breaking—removing low priced metal with sulfuric acid oxidation method—leaching gold—extracting gold with methyl isobutyl ketone (MIBK)—stripping gold” process. The statistical methods were used to analyze the impact of different factors on the extraction of Au (III) using MIBK as extractant. The factorial designs with five factors and two levels were firstly used to evaluate the relative effects that might affect the extraction of gold from the waste printed circuit board with MIBK. The results show that the factors including the phase ratio of organic and aqueous, the reaction time and the temperature, have significant impacts on the extraction rate of gold. The phase ratio and reaction time have positive impacts on the gold extraction, while temperature has negative impact. Based on this, Box-Behnken central composite design combining with response surface methodology (RSM) was employed to optimize the most important affecting factors of the extraction rate. The optimum conditions for the extraction are the organic and aqueous phase ratio of 0.34, reaction time of 12.4 min and temperature of 28 ℃, which are calculated from an established quadratic equation of one variable regression model. Under the optimized conditions, the gold extraction rate can reach as high as 96.1%. At last, the organic phase is stripped with solution of oxalic acid (5%) to get sponge gold.

Key words: Au; methyl isobutyl ketone; factorial design; waste printed circuit board; extraction rate; response surface methodology

随着经济发展及科技进步, 电子工业和信息高科技产业迅猛发展, 电子废弃物以每年 3%~5% 的速率增

长, 已成为增长速度最快的城市固体废物种类之一^[1]。印刷电路板(PCB)是电子工业的基础, 其中含有大量

基金项目: 国家高新技术研究发展计划资助项目(2007AA03Z434); 国家自然科学基金资助项目(51174010)

收稿日期: 2011-10-10; **修订日期:** 2012-10-09

通信作者: 席晓丽, 副研究员, 博士; 电话: 010-85246717; E-mail: xixiaoli@bjut.edu.cn

贵金属^[2],具有很高的资源价值。因此,在自然资源供求矛盾日益加剧的今天,回收利用废印刷电路板中的贵金属可有效缓解资源压力,同时能够显著降低生产成本和避免环境污染,对于促进我国循环经济的发展,顺利实现我国的可持续发展具有长远而深刻的意义。

从废印刷电路板中回收金的主要技术有火法冶金^[3]、湿法冶金^[4-5]以及机械处理回收技术^[6-8]。国外一些学者主要通过火法冶金采用高温分解回收废印刷电路板,其中一种新工艺——离心分离真空高温分解从废印刷电路板中回收金及各种金属^[3]。目前发展的湿法提金工艺主要有通过电解方法回收废印刷电路板中的金及利用溶剂萃取法(SX)^[9]和离子交换树脂法(IX)^[10]从废印刷电路板中选择性提取金^[9]。其中,溶液萃取法应用最为广泛,金的萃取剂很多,有醇类、硫醚类、醚类和酮类等^[11-13],其中甲基异丁酮(MIBK)属于酮类萃取剂,它具有萃取率高、分配比大、载容量大、选择性好等优点,被广泛应用于金的萃取。近些年一些学者研究用甲基异丁酮(MBIK)从含多种贵金属元素的溶液中萃取分离金,采用多级逆流萃取^[13],对其萃金性能进行机理探讨主要通过单因素条件实验,对于其中影响因素的交互作用未见说明,缺乏一定的理论基础。目前,针对从电子废料中萃取金及条件优化^[14]已有报道,但对废印刷电路板通过析因设计结合 Box-Behnken 中心组合试验响应面分析进行优化的方法在国内实属首创,这方面的研究工作鲜见文献报道。本文作者采用 MIBK 萃取废印刷电路板中的金,重点利用析因设计试验对影响废印刷电路板萃金的因素进行筛选,再通过 Box-Behnken 中心组合试验及响应面分析对影响显著的因素进行优化,确定最优的萃取实验条件,最后对模型进行实验验证,对于实现废印刷电路板中金的有效回收和工业化具有一定的指导意义。

响应面优化方法是利用合理的实验设计、实验结果结合多元二次回归方程来拟合影响变量与响应值之间的函数关系,寻求最优的工艺参数以解决多变量问题带来的工艺优化难题。响应面分析法是将数学方法和统计方法相结合,主要用于目标体系响应受多个变量影响的问题进行建模和分析,通过较少的实验数量和较短的时间进行优化,从而获得最优化条件。

1 材料与方法

1.1 实验过程

实验所用的废印刷电路板来自格林美公司。将电

路板经过拆解、粉碎成粒径约 297 μm 的粉末;印刷电路板中各金属元素的含量采用 ICP 电感耦合等离子体发射光谱法结合紫外-可见分光光度法测定,其中金含量为 0.009 6%(质量分数);取 10 g 粉末,加入 20 mL 双氧水和 50 mL 浓度 5 mol/L 硫酸于 60 $^{\circ}\text{C}$ 反应 90 min,浸出贱金属,贱金属浸出率达到 91%;取 10 g 上述工序浸出渣,加入 50 mL 王水于 60 $^{\circ}\text{C}$ 反应 60 min,进行浸金实验,过滤后的滤液定容到 250 mL,检测浸出液中金浓度;取 20 mL 王水浸金液,相比(甲基异丁酮与浸金液体积比)为 0.1~0.5、温度为 20~40 $^{\circ}\text{C}$,反应时间为 5~15 min,充分反应后置于分液漏斗中静置分层,检测萃余液中的金浓度;采用 5%草酸反萃,SEM/EDS 分析产物。

1.2 分析方法

采用紫外-可见分光光度法检测溶液中金的浓度。选取硫代米蚩酮(TMK)法。具体操作包括首先绘制金标准曲线,在 550 nm 处测量待测溶液吸光度,对照标准曲线,测定得金浓度。对含金液和萃余液进行金浓度测定,金萃取率 Φ 为萃取有机相中金元素含量与原溶液中金元素含量之比,具体见式(1):

$$\Phi = \frac{c_1 V_1 - c'_1 V'_1}{c_1 V_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中: c_1 为原溶液中元素浓度, mg/L; V_1 为原溶液体积, L; c'_1 为萃余液中金元素浓度, mg/L; V'_1 为萃余液体积, L。

1.3 实验设计

1.3.1 析因实验

为了筛选影响金萃取率的主要因素,采用 5 因素 2 水平的 1/2 部分的析因实验设计,并利用 Minitab15 进行实验设计和统计分析,选取实验次数为 16,考察因素为相比、 H^+ 浓度、反应时间、反应温度、金离子浓度,分别记为 $X_1 \sim X_5$,每个因素取两个水平即低水平“-1”和高水平“+1”,以金的萃取率为响应值。

1.3.2 Box-Behnken 中心组合实验

根据析因设计实验结果,相比、萃取时间、萃取温度为影响金萃取率的主要因素,采用 Box-Behnken 实验设计,以相比、时间、温度为变量,以金萃取率为响应值,进行三因素三水平中心组合试验。选用 Box-Behnken 响应面设计方法设计实验。实验各因素水平见表 1。

表 1 试验变量的编码与水平

Table 1 Code and level of test variables				
Variable	Factor	Level		
		-1	0	+1
Phase ratio	X_1	0.2	0.3	0.4
Response time	X_2	5	10	15
Reaction temperature	X_3	20	30	40

2 结果与分析

2.1 萃金影响因素的筛选

部分因素与水平的析因设计矩阵与实验所得金萃取率的结果如表 2 所列。从实验数据表 2 中也可以初步看出, 金的萃取率随着相比和反应时间的增加而增大; 随着温度的增加而减小。使用 Minitab15, 以 $\alpha=0.05$ 显著性水平来考察各影响因素的显著效应, 对表 2 进行分析因子设计, 得到金萃取效应的正态图(见图 1)。

由图 1 可以看出相比、反应时间、反应温度对金萃取率有显著影响, 其中相比对金萃取率影响最大。

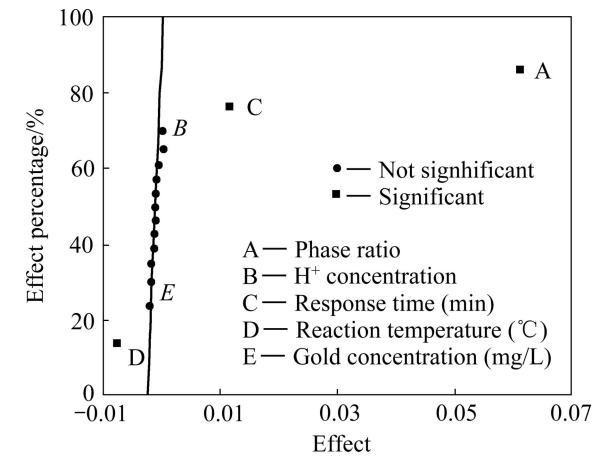


图 1 金萃取效应的正态图
Fig. 1 Normal map of gold extraction effect

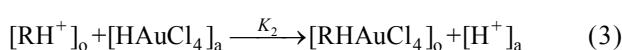
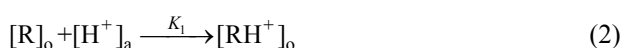
由图 1 也看出, 相比和反应时间的效应值是正值, 即相比和时间的影响具有正效应, 随着相比和时间的增加, 金萃取率增大; 温度效应是负值, 即温度具有负效应, 随着温度的升高, 金萃取率反而下降; 而 H^+ 浓度、金离子浓度及其交互作用对金萃取率影响不显著。由此确定主要影响因素为相比、反应时间、反应温度。

表 2 部分因素设计试验及实验结果

Table 2 Factorial design and response values						
Order	Phase ratio, X_1	Response time, X_2/min	Reaction temperature, $X_3/^{\circ}\text{C}$	H^+ concentration, $X_4/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	Gold concentration, $X_5/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	Extraction rate of Au, Y/%
1	0.1	5	20	0.5	3.0	87.9
2	0.5	5	20	0.5	0.5	94.1
3	0.1	5	20	3.0	0.5	88.1
4	0.5	5	20	3.0	3.0	94.2
5	0.1	20	20	0.5	0.5	89.4
6	0.5	20	20	0.5	3.0	95.4
7	0.1	20	20	3.0	3.0	89.4
8	0.5	20	20	3.0	0.5	95.4
9	0.1	5	40	0.5	0.5	87.4
10	0.5	5	40	0.5	3.0	93.8
11	0.1	5	40	3.0	3.0	87.2
12	0.5	5	40	3.0	0.5	93.6
13	0.1	20	40	0.5	3.0	88.5
14	0.5	20	40	0.5	0.5	94.8
15	0.1	20	40	3.0	0.5	88.7
16	0.5	20	40	3.0	3.0	94.8

萃取剂 MIBK 分子式为 $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$, MIBK 萃金是按照铈盐机理萃取的, 即金在有机相中主要是以铈盐缔合物 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3\text{H}]^+\text{AuCl}_4^-$ 的形式存在。在大多数萃取过程中, 除了发生萃取反应之外, 往往还伴随有离解、缔合和络合等化学反应, 从而使被萃物在两相中存在的分子形式不完全相同, 并使其在两相中的平衡浓度的比值不为常数, 因此有分配比(D): $D = C_o^t / C_a^t$ 。 C_o^t 为有机相中被萃物的总浓度; C_a^t 为水相中被萃物的总浓度。萃取率(Y)是指被萃物在有机相中的量占它在两相中总量的百分数。

下面反应式中 R 为 MIBK 分子, 下标“o”为有机相, “a”为水相。



$$K_1 = c(\text{RH}^+)_o / [c(R)_o \cdot c(H^+)_a] \quad (4)$$

$$K_2 = c(\text{RHAuCl}_4)_o \cdot c(H^+)_a / [c(\text{HAuCl}_4)_a \cdot c(\text{RH}^+)_o] \quad (5)$$

$$K_1 \cdot K_2 = c(\text{RHAuCl}_4)_o / [c(\text{HAuCl}_4)_a \cdot c(R)_o] \quad (6)$$

反应达到平衡时, 分配比为

$$D = c(\text{RHAuCl}_4)_o / c(\text{HAuCl}_4)_a \quad (7)$$

$$K_1 \cdot K_2 = D / c(R)_o \quad (8)$$

$$\lg(K_1 \cdot K_2) = \lg D - \lg c(R)_o \quad (9)$$

$$\lg D = \lg(K_1 \cdot K_2) + \lg c(R)_o \quad (10)$$

根据以上萃取机理, 分配比 D 与 H^+ 浓度无关, 萃取率 Y 与相比 R 和分配比 D 有如下关系: $Y = DR / (DR + 1)$, 显然, H^+ 浓度对金萃取率基本没有影响。

采用 MIBK 萃取金在较小的相比条件和较短时间下可获得较高的分配比和萃取率, 当温度达到 40°C 时, 萃取过程出现乳化现象, 不利于萃取, 导致金的萃取率降低, 故萃取温度不宜过高。

2.2 Box-Behnken 中心组合试验及响应面分析

根据表 2 所示的 Box-Behnken 设计运行 15 组实验, 所得金萃取率结果见表 3。以表 3 中的金萃取率(Y)为响应值, 运用 Minitab15 软件进行二次回归拟合, 得到回归模型, 表示为式(11)。式(11)是带交互项和平方项的二次方程, 表示 3 个主因素相比、反应时间、反应温度之间对金萃取率的影响。由回归方程(式(11))可以做出响应曲面图, 如图 2 所示。

表 3 Box-Behnken 中心组合试验设计及实验结果

Table 3 Box-Behnken surface central composite design and response value

Order	Phase ratio, X_1	Response time, X_2/min	Reaction temperature, $X_3/^\circ\text{C}$	Extraction rate of Au, $Y/\%$
1	0.2	5	30	92.8
2	0.4	5	30	94.7
3	0.2	15	30	93.3
4	0.4	15	30	95.7
5	0.2	10	20	93.5
6	0.4	10	20	95.2
7	0.2	10	40	93.1
8	0.4	10	40	95.0
9	0.3	5	20	94.8
10	0.3	15	20	95.4
11	0.3	5	40	94.6
12	0.3	15	40	95.1
13	0.3	10	30	95.6
14	0.3	10	30	95.7
15	0.3	10	30	95.8

$$Y = 95.70 + 0.9875X_1 + 0.3250X_2 - 0.1375X_3 - 1.175X_1^2 - 0.4000X_2^2 - 0.3250X_3^2 + 0.125X_1X_2 + 0.050X_1X_3 - 0.025X_2X_3 \quad (11)$$

图 2(a)显示了温度为 30°C 时相比与时间的交互影响效应, 图 2(b)显示了时间为 10 min 时相比和温度的交互影响效应。由图 2(a)和(b)可以看出, 相比的最优值向最大值一端倾斜, 且变化梯度比较明显, 说明相比对金萃取率的影响最显著。图 2(c)显示了相比为 0.3 时, 时间和温度的交互影响效应, 其最大值点在中心处, 说明时间和温度的最优值区域在中心处。

由此可见, 3 个因素之间的交互作用不明显, 最优萃取条件的范围为: 相比 0.3~0.4、温度 30°C 、时间 10~15 min。

为了进一步确定最优萃取条件, 将回归方程(式(11))取一阶偏导等于零并整理, 求解得 $X_1=0.4415$, $X_2=0.4814$, $X_3=-0.1961$, 即相比(X_1)为 0.3441, 反应时间(X_2)为 12.407 min, 反应温度(X_3)为 28.039°C , 此时金萃取率最大值 Y 为 96.01%。为了进一步确定最优萃取条件值, 利用 Minitab 15 的优化器求得最优萃取条件下的相比(X_1)、反应时间(X_2)和反应温度(X_3)分别为 0.3434、12.3737 min 和 28.081°C 。此条件下金的萃取率为 96.01%, 由此模型确定的最佳条件为相比

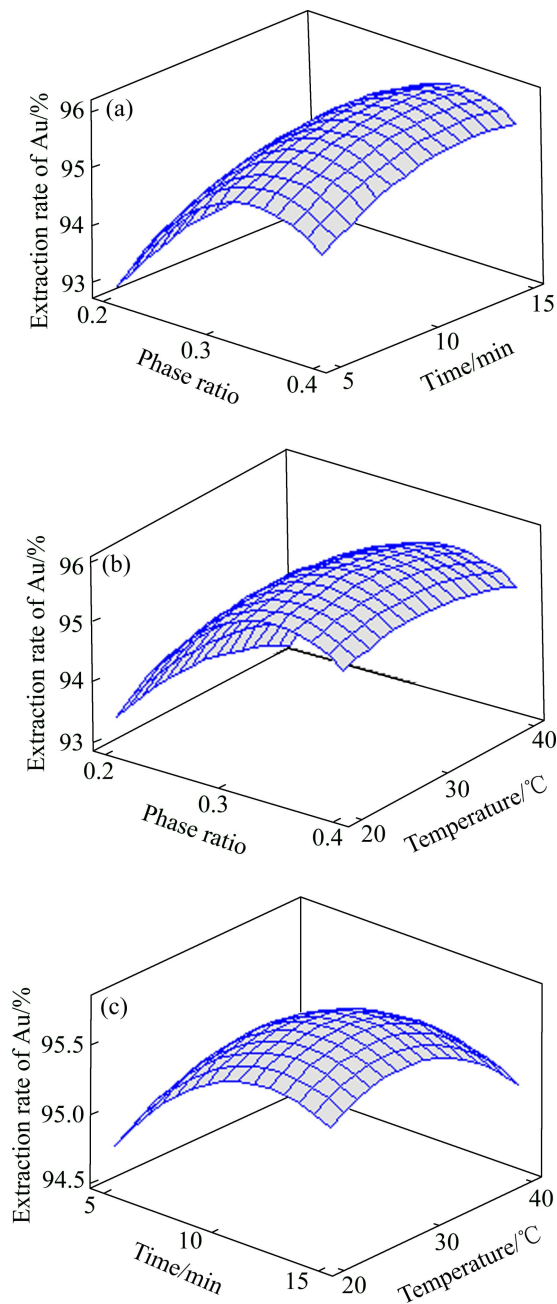


图 2 相比、萃取时间、萃取温度三者之间的响应曲面图
Fig. 2 Response surface graphs of phase ratio, extraction time and temperature: (a) Phase ratio and time, $\theta=30\text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) Phase ratio and temperature, $t=10\text{ min}$; (c) Temperature and time, phase ratio 0.3

0.34, 反应时间 12.4 min, 反应温度为 28.0 °C。

为考察各影响因素之间的交互影响, 对响应模型进行方差分析, 结果见表 4。方差分析表中的 F 值为该行因子的均方和与误差均方和的比值, 可描述每一个因子之间的交互显著性, 也可表示因子之间的交互关系, 方差分析表中的 P 值为该行 F 值相对应的自由

度的 F 分布的分位数, 可以确定模型中统计显著的因素。响应曲面分析中使用显著性水平 $\alpha=0.05$ 来考察因子的显著效应, $P<0.05$ 表示相关性显著。通过对表 4 中二次回归拟合方程中的模型、线性回归、平方项、交互项和失拟项部分进行分析, 检验时可直接将 P 值与给定的显著性水平 α 进行比较, 可以看出模型和回归项 $P<0.05$ 为显著项, 而失拟项 $P>0.05$ 为不显著项, 说明用上述回归方程描述各变量与响应值之间的关系时, 自变量与因变量之间的回归效果显著, 模型和实际吻合程度较好。判定系数 R^2 表示在因变量的总变化中自变量引起的那部分的比例, $0\leq R^2\leq 1$, R^2 越接近于 1 时, 表明回归模型越能符合实验值, 反映模型的拟合程度越好^[15]。JOGLEKAR 等^[16]认为, $R^2>0.80$ 就可认为回归模型和实际吻合程度较好。分析表明, 回归方程的判定系数 R^2 值达到了 0.993 0, 说明回归方程能很好地描述 MIBK 萃取金的实际过程, 可以用回归方程代替实验过程进行分析和预测。模型中的线性项和平方项是模型中的显著项, 交互作用不显著, 说明萃金过程中 3 个因素之间没有交互影响, 这表示 MIBK 萃取金的过程中可用简单的单因素实验分析法来考察单个因素对金萃取率的影响。

表 4 响应模型方差分析表
Table 4 Variance analysis of response model

Source	Model parameter				
	Degree of freedom	Sum of square	Mean square	F	P
X_1	1	7.801 3	7.801 30	380.55	0
X_2	1	0.845 0	0.845 00	41.22	0.001
X_3	1	0.151 3	0.151 30	7.38	0.042
X_1^2	1	4.710 0	4.710 00	229.76	0
X_2^2	1	0.522 3	0.522 30	25.48	0.004
X_3^2	1	0.390 0	0.390 00	19.02	0.007
X_1X_2	1	0.062 5	0.062 50	3.05	0.141
X_1X_3	1	0.010 0	0.010 00	0.49	0.516
X_2X_3	1	0.002 5	0.002 50	0.12	0.741
Model	9	14.494 8	1.610 54	78.56	0
Linear	3	8.797 5	2.932 50	143.05	0
Square	3	5.622 3	1.874 11	91.42	0
Interaction	3	0.075 0	0.025 00	1.22	0.394
Lack of fit	3	0.082 5	0.027 50	2.75	0.278
$R^2 = 99.30\%$					

2.3 模型验证

为了考察模型的实用性和准确性,在最佳条件相比0.34,反应时间12.4 min,反应温度28.0℃下进行3次实验,得到金萃取率的平均值为96.1%,与模型预测值比较吻合,说明模型能较好地预测MIBK萃金的实际情况,具有一定的指导意义。

2.4 反萃析金

在最优条件下得到的MIBK载金有机相中加入5%的草酸溶液,恒温水浴加热70℃进行反萃取,MIBK载金有机相中的 $[\text{AuCl}_4^-]$ 被草酸还原成金粉,经过水洗—硝酸除杂—水洗过程后,进行SEM和EDS分析,结果见图3(a)和(b)。由图3(a)可以看出,反萃回收得到的物质呈海绵状;由图3(b)可以看出,回收得到物质为海绵金。

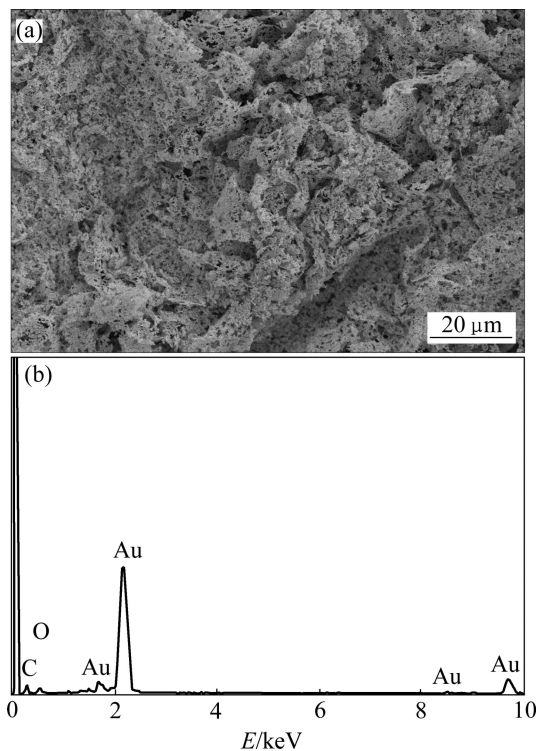


图3 回收金粉的SEM像(a)和EDS分析谱(b)

Fig. 3 SEM image (a) and EDS analysis spectrum (b) of obtained sponge gold

3 结论

1) 将废线路板进行破碎、分离贱金属、王水浸金、萃取提金、反萃析金等工序,得到海绵金粉。

2) 利用Minitab15软件对甲基异丁酮萃取金的过程进行实验设计和统计分析,发现显著影响金萃取率

的主效应因素分别为相比、反应时间、反应温度;且相比、反应时间具有正效应,温度具有负效应。

3) 采用Box-Behnken中心组合试验及响应面分析,结合多元二次回归方程得到MIBK萃金模型。通过模型分析确定MIBK萃金最优条件为相比0.34,反应时间12.4 min,反应温度为28.0℃。对最优条件进行实验验证,金萃取率达到为96.1%,与模型预测值基本一致。

REFERENCES

- [1] DAVIS G, HEART S. Electronic waste: The local government perspective in Queensland, Australia[J]. Resources Conservation and Recycling, 2008, 52(8): 1031–1039.
- [2] WU Jiang, LI Jia, XU Zhen-ming. Electrostatic separation for recovering metals and nonmetals from waste printed circuit board: Problems and improvements[J]. Environ Sci Technol, 2008, 42(14): 5272–5276.
- [3] ZHOU Yao-hui, QIU Ke-qiang. A new technology for recycling materials from waste printed circuit boards[J]. Journal of Hazardous Materials, 2010, 175(1): 823–828.
- [4] OISHI T, KOYAMA K, ALAM S, TANAKA M, LEE G C. Recovery of high purity copper cathode from printed circuit boards using ammoniacal sulfate or chloride solutions[J]. Hydrometallurgy, 2007, 89(2): 82–88.
- [5] HUANG K, GUO J, XU Z. Recycling of waste printed circuit boards: A review of current technologies and treatment status in China[J]. Hazard Mater, 2009, 16(4): 399–408.
- [6] 林 晓, 曹宏斌, 李玉平, 郑诗礼, 张 懿. 电子废料中的贵金属回收技术进展[J]. 现代化工, 2006, 26(6): 12–16.
LIN Xiao, CAO Hong-bin, LI Yu-ping, ZHENG Shi-li, ZHANG Yi. Advances in precious metal recovery from WEEE[J]. Modern Chemical Industry, 2006, 26(6): 12–16.
- [7] 白庆中, 王 晖, 韩 洁, 聂永丰. 世界废弃印刷电路板的机械处理技术现状[J]. 环境污染治理技术与设备, 2001, 2(1): 22–26.
BAI Qing-zhong, WANG Hui, HAN Jie, NIE Yong-feng. The status of technology and research of mechanical recycling of printed circuit board scrap[J]. Techniques and Equipment for Environmental Pollution Control, 2001, 2(1): 22–26.
- [8] WILLIAM J H, PAUL T W. Separation and recovery of materials from scarp printed circuit boards[J]. Resources Conservation & Recycling, 2007, 51: 691–709.
- [9] LI Jia, XU Zhen-ming, ZHOU Yao-he. Application of corona discharge and electrostatic force to separate metals and nonmetals from crushed particles of waste printed circuit boards[J]. Hazard Mater, 2009, 65(4): 233–238.
- [10] LU Hong-zhou, LI Jia, GUO Jie, XU Zheng-ming. Movement behavior in electrostatic separation: Recycling of metals

- materials from waste printed circuit board[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, 197(1): 101–108.
- [11] WANG Zhi-ke, CHEN Dong-hui, CHEN Liang. Thermodynamic analysis for gold leaching with iodide[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2006, 30(2): 193–196.
- [12] 张俊艳, 陆书玉, 李登新. 丙二酸二乙酯萃取电子废弃物中的金[J]. *黄金*, 2006, 27(5): 45–47.
- ZHANG Jun-yan, LU Yu-shu, LI Deng-xin. The extraction of gold from electronic scrap with diethyl malonate[J]. *Gold*, 2006, 27(5): 45–47.
- [13] 余建民. 贵金属萃取化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 85–86.
- YU Jian-min. Solvent extraction chemistry of precious metals[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010: 85–86.
- [14] 王 哲, 丁 辉, 李鑫钢, 刘雪艳, 汤桂兰, 顾春瑞, 巩晓明. 用甲基异丁基甲酮从电子废料中萃取金及条件优化[J]. *环境科学学报*, 2010, 30(3): 544–548.
- WANG Zhe, DING Hui, LI Xing-gang, LIU Xue-yan, TANG Gui-lan, GU Chun-rui, GONG Xiao-ming. Investigation of gold purified from electronic waste with methyl isobutyl ketone[J]. *Acta Scientiae Circumstantiae*, 2010, 30(3): 544–548.
- [15] HABER A, RUNYON R. General statistics[M]. 3rd ed. Massachusetts: Addison-Wesley Publish Company, 1977: 167–184.
- [16] JOGLEKAR A M, MAY A T. Product excellence through design of experiments[J]. *Cereal Foods World*, 1987, 32: 857–868.
- (编辑 李艳红)