

试金富集ICP粉末法分析矿物中微量铂族元素和金

云南省地质矿产局实验室 周维新

我们从地质矿物试样分析的特点出发,采用高频火花放电,将粉末试样变成粒子雾状,随载气流引入等离子炬^[1],开展了ICP固体粉末法的工作。

本文介绍的是铂族矿物经过铈试金、铈试金富集^[2]然后以粉末形式引入等离子炬激发,定量分析硫化铜镍矿中的微量贵金属元素。一次取样同时测定Pt、Pa、Au、Os、Ir、Rh、Ru,结果较好。

实验部分

1 仪器装置及条件选择(表1)

2 分析方法

(1) 光谱标准的制备

在100毫升的瓷坩埚中,底部垫上10克

铈粉。准确称取金属铂、钯、金各50毫克,铈、钨、钼、铌各10毫克,加入10克铈粉,拌均匀。依次盖上20克铈粉,20克铈试金熔剂,5克氢氧化钾,置于900℃的高温炉中熔至铈下沉。取出趁热加入20克铈试金熔剂,继续熔至铈下沉。重复此操作二次,取出冷却。打碎坩埚取出铈块,洗净烘干,称重。将铈块移入50毫升瓷坩埚中,补加铈粉至重50.5克,加盖,在850℃高温炉中熔炼20分钟,趁热小心倒入冷水中,收集全部铈粒烘干,称重。补加铈粉至重50克,研磨至160目左右,测得铂、钯、金含量为0.1%,钼、铌、铈、钨含量为0.02%,即1克标准中含铂、钯、金1毫克,钼,铌,铈,钨0.2毫克。

仪器装置及条件选择 表 1

等离子体发生器	高频感耦等离子发生器 GP43.5-D ₁ 型。感应线圈三匝。高压 4 千伏，阳流 1 安，栅流 100 毫安。
摄谱条件	SPG-2 型光栅摄谱仪。狭缝宽度 17 微米，中心波长 3000 埃，工作波段 2300—3800 埃。光栅刻线 651 条/毫米单透镜照明，光栏全园，一级光谱。
送样装置	带有自动时间控制器的“ICP 固体粉末自动摄谱装置”，系本室最近研制成功的送样装置。
气体流量选择	冷却氩气流量 13—15 升/分，等离子氩气流量 0.5 升/分，载气氩流量 0.5 升/分。
观测高度	测量高度距离感应线圈上方 11—13 毫米处。
相板和曝光时间	天津 II 型紫外相板。曝光 13 秒。
显影定影	A、B 显影液，20℃ 显影 2 分钟。快速定影至透明。清水冲洗，风干。
样品要求	试样粒度要求 200 目以下。一次取样为 60 毫克。

将上述标准物用铈粉熔融和研磨稀释至为上述浓度的 1/10、1/100 和 1/1000。

(2) 工作曲线制作

根据欲测样品中贵金属的含量情况，称取相当于 0.01—150 微克贵金属的光谱标准物，按 1、1.5、2.5、4、6、10 的间隔，共十个左右分别放入 18 毫升瓷坩埚盖中的小滤纸杯内，加入 1.5 克铈粉、5% 硫酸铜溶液 2 滴，封闭滤纸杯口，放入 850℃ 高温炉中熔化，并在此温度下灰吹至合粒直径约 1.5 毫米（约重 25 毫克）。取出冷却，称重。补加铈粉至重 30 毫克，加缓冲剂（含硫化镍 2% 的铈粉）30 毫克，混合磨至 200—300 目左右。收集全部灰份送装样机装样，再转入送样室内经高频火花雾化，随载气进入 ICP 摄谱，测光，以 $W-\log C$ 作图。

(3) 原矿分析

根据矿样的特点确定取样量，通常可取至 50 克。熔剂按氧化镍 8 克、硫化铁 15 克，硫黄 1.5 克，硼砂 30 克，玻璃粉 40 克，碳酸钠 35 克，面粉 3 克与矿样混合均匀，放入

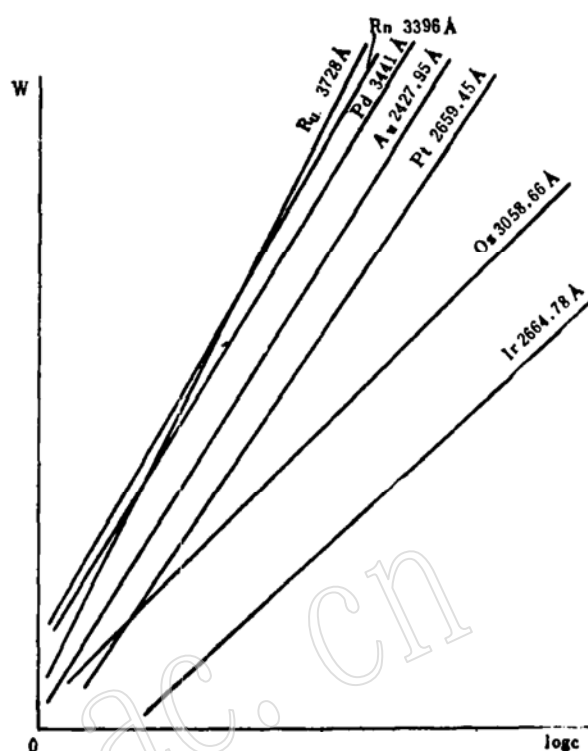


图 1 工作曲线

试金坩埚中，上盖薄层硼砂，放入 850℃ 试金炉内保温 40 分钟，再升温到 1000℃ 保温 20 分钟。取出熔物倒入铁模中冷却，取出铈扣，消除熔渣，将扣转入装有 100 毫升蒸馏水的 400 毫升玻璃烧杯中。静置几小时，待扣全部松散，再加入 100 毫升盐酸，盖上表皿。若有个别铈扣不松散，须破碎至 0.2 毫米以下，再转入装有蒸馏水的烧杯中加入盐酸。把烧杯放在电热板上加热溶解至无小气泡放出，用稀盐酸吹洗表皿及杯壁，继续加热煮沸半小时到 1 小时。在不断地搅拌下迅速加入 50% 三氯化铁溶液 10 毫升，加少许纸浆，用中速滤纸过滤，小片滤纸擦净烧杯。用稀盐酸洗涤残渣及滤纸至无铁反应，再用热稀盐酸冲洗几次。在滤纸上加入约 0.5 克铈粉，用水冲铈粉使同残渣混合。

取下滤纸，烘干，加 2 克氢氧化钾，放入 30 毫升瓷坩埚底部，滴入 5% 硫酸铜溶液 2 滴。按碳酸钠 40%，玻璃粉 20%，硼砂 20%，三氧化二铈 10%，面粉 10% 的比例配制铈试金熔剂。

取出坩埚，上盖5克上述铈试金熔剂，放入950℃高温炉内融至铈下沉，取出并加铈试金熔剂12克，再熔至铈下沉。重复操作一次。把熔物倒入铁模中冷却。取出铈扣，剔除残渣。将扣放在坩埚盖上灰吹，操作和要求同工作曲线制作一样。合粒称重，补加纯铈粉至重60毫克，磨细后摄谱，与标准记录在同一相板上。测量黑度，由工作曲线上求出欲测试样中各元素的含量值。

3 第三元素影响

经过铈试金、铈试金富集后的合粒中，除了大量的基体铈和铂族元素外，还存在着毫克量杂质，它们是镍、铁、钴、铋、铜。如果试剂中有铅，还会把铅带进合粒。这些元素的存在，对贵金属的测定有一定的影响，尤其是镍、铅、铁、钴的影响较大。镍的含量高时，Ni^{3087.64Å}充散，铈的灵敏线Os^{3058.66Å}受干扰较大。而且Ni在炬焰中形成较强的散射光，增强了光谱的背景。

铅的存在会影响铈的测量，干扰Ir^{3220.78Å}。铁的残留量高时，将产生谱线干扰和背景干扰，影响铈和钌的测定结果。因此，铈扣经过酸溶处理要认真，残渣用稀盐酸冲洗次数不能少，这样可以减少铁、镍的残留量，降低干扰，提高测定的标准度。

铅的引入主要是铈粉不纯，所以在选用试剂时，应该注意。

4 分析实例

按上述分析方法，选用表(1)所列的分析线和测量范围，进行了不同量的标准回收试验，对同一试样重复多次摄谱，求得单次摄谱的标准偏差为：Pt±7%、Pd±4.6%、Os±2.6%、Au±5.1%、Ir±4.5%、Rh±4.5%、Ru±7.0%。

本方法用于测定硫化铜镍矿中微量贵金属元素，经过生产考验。现将最近一批样品的分析与化学方法的分析结果列于表(2)。

分析线及测量范围表 表1

元素名称	分析线 (Å)	激发电位 (ev)	测量范围 (ug)
Pt	2659.45 I	4.7	0.01-10
	2997.97 I	4.23	0.1-15
	3139.39 I	4.04	5-100
Pd	3441.39 I	5.05	0.01-10
	3027.91 I	5.05	5-50
	3009.78 I	7.23	40-100
Rh	3434.89 I	3.60	0.01-1
	3396.85 I	3.64	0.05-15
Ir	3220.78 I	4.20	0.01-10
	2924.79 I	4.24	1-50
	2664.786 I	4.60	0.1-10
Os	3058.66 I	5.80, 4.05	0.05-15
	2909.06 I	4.26	5-50
Ru	3728.03 I	3.30	0.01-5
	3428.63 I	3.61	0.05-5
Au	2427.95 I	5.10	0.01-10
	2675.95 I	5.10	0.01-10
	3122.82 I	5.10	0.5-50

分析结果对照 表2

含量(g/T) 矿样	Pt		Pd		Rh		Ir		Ru		Os		Au	
	化分	ICP	化分	ICP	化分	ICP	化分	ICP	化分	ICP	化分	ICP	化分	ICP
铂管高	5.4	5.2	7.52	7.50	0.31	0.30	0.46	0.42	0.12	0.12	0.14	0.15	0.4	0.41
铂管中	0.4	0.38	0.21	0.21	0.009	0.009	0.022	0.021	0.01	0.009	0.015	0.015	0.17	0.16
铂管低	0.07	0.06	0.07	0.07	0.005	0.003	0.012	0.012	0.003	0.003	0.002	0.001		
190072	0.05	0.04	0.05	0.04	0.004	0.004	0.007	0.011	0.011	0.008	*	0.002	*	0.05
190073	0.10	0.09	0.11	0.12	0.007	0.009	0.013	0.017	0.022	0.022		0.006		0.07
190074	0.16	0.13	0.15	0.16	0.008	0.008	0.015	0.013	0.026	0.022		0.007		0.08

* 化学分析未发结果。

参考文献

1. 胡文范等分析化学, 4, 466, (1981).
2. 四川地质矿产综合利用研究所贵金属分析组, 分析化学, 2, 31-37(1974).

ICP Spectrographic Determination of Platinum Metals and Gold by Using Powder Sample after Fire Assay Concentration

Zhou Wei-xin

This paper deals with the fire assay concentration and ICP spectrographic methods for analyzing trace platinum metals and gold in copper and nickel sulphide minerals.

Samples were treated by sulphur and stibium assay concentration. The stibium buttons were subjected to cupellation until a diameter of some 1.5 mm was obtained. Some stibium powder was added to the buttons, and ground to 200-300 mesh. They were analyzed directly with an ICP automatic spectrometer.

www.yskw.ac.cn