

岩矿与单矿物中金的堆中子活化分析

山东地质矿产局实验室 庄益利

痕量金的分析,目前采用的化学分析方法,由于灵敏度较差,不能满足地质上的要求。河南省局实验室的改进光谱法是目前推广的方法。中子活化分析法^[1],由于其核的特征反应,所以具有灵敏度高、选择性好及取样量少的特点,对单矿物中金的分析是其它方法所不及的,且能进行多元素同时分析。

实验方法

一、标准与样品的制备

标准溶液是由光谱纯金粉(99.999%)溶于王水后用去离子水稀释而成的。其它元素的标准溶液也以同样方法配制。本工作所用1号金标准液由金、铂、钯、铑、钌混合制成。并把混合液滴于 $\phi 8\text{mm}$ 的滤纸上烘干后备用。此滤纸含金5.8296微克。2号金标准液由金、钠、钾、钙、镉、铜混合制成,按上手续滴于滤纸上,此滤纸含金0.1749微克(作短时间辐照样品的标准用)。3号金标准溶液为单元素金的标准含金0.5663微克。

测试样品GSD(一级标样)和鲁中3号(省级管理样)。经恒温干燥后,称量于洁净铝箔中。一般样品为了消除其分散性的差别,用王水溶解矿样后,再用活性炭富集。

二、辐照与测量

样品和标准均在原子能所实验性重水型反应堆中心孔道内辐照14小时,中子通量为 8×10^{13} 中子/厘米²秒。冷却不同时间后分别进行跟踪测量。图1是不同样品不同冷却时间测得的谱图。

另外,也用通量为 3×10^{13} 中子/厘米²秒的水平程序。孔道辐照10分钟,冷却八小时,二天半及一周等进行了测量,并绘制了谱图2,从定性上作了观察,为定量分析作了准备。

三、测量系统

使用美国CANBERRA公司的SCORPIO-3000多道分析器—计算机系统,该系统中的Ge(Li)探测器为7229SN12718,长度为61.5毫米,有效面积21.65厘米²,分辨率为1.85Kev(对⁶⁰Co的1332Kev)探测效率为28%,谱数据处理采用GAMMAS谱分析

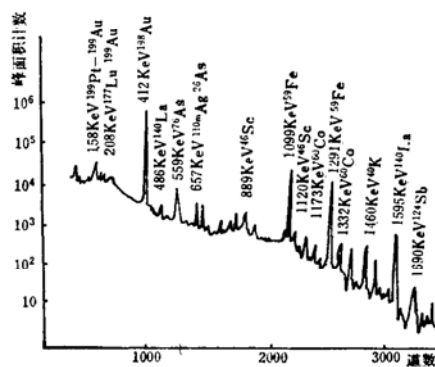


图1 不同样品不同冷却时间测得的谱图

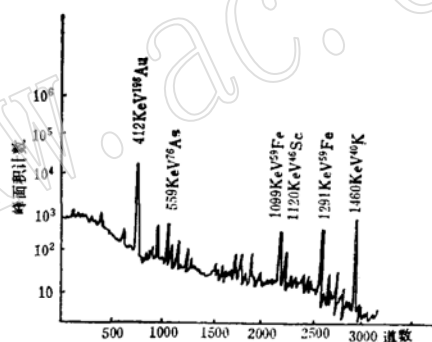


图2 冷却八小时,二天半,一周测得的谱图

程序。

测量结果

我们在近年来的活化分析,由于原子能所有关同志的大力帮助下作了大量样品,现选部分结果列于表1与表2。表1着重列出活化分析法与化学光谱法两者的结果与差别。表2是几种含金单矿物未经化学处理仅几十至一百毫克原样的直接活化后多元素的一次获取值。鲁中3号是我省的金管理样为含金54ppm,与标准参考值一致,且未经任何化学处理,是本法的最大优点,样品用量在100毫克以下。

化学富集后金的结果对照 表1

样号	A值 ppm	B值 ppm	$\frac{A-B}{B}$ %	$\Delta \lg \frac{A}{B}$
管理样	0.042	0.050	-16.0	-0.076
1	0.243	0.139	80.0	0.255
2	0.463	0.600	-22.8	-0.113
3	0.076	0.071	7.04	0.030
4	0.002	0.0014	42.9	0.155
5	0.015	0.013	15.4	0.062

注: A值为堆中活化分析, B值为化学光谱法。
管理样金为标准参考值。
二种偏差方法为部化探标样的计算法。

GSD及岩矿样品中的分析结果均在0.01—0.5ppm之间,因此分析灵敏度可达 10^{-8} 克。在分析金的同时,我们也对稀土等元素进行了探讨性的测定,从GSD值中可以看出与兄弟单位的测试结果接近,因此证明该方法是可行的。

讨 论

干扰的扣除: 在金的测定中, 铝箔与空气等本底的扣除, 我们用了二种处理方法, 起先我们采用在相应峰值处的积分纯面积相减后, 再行计算。以后改用了前台剥谱法, 这样就减少了计算中的工作量。

不同矿样的元素含量 (ppm)

表2

样号	方 法	La	Ce	Nd	Sm	Eu	Tb	Yb	Lu	Sc	Au	u	Tf	Co	Cr	Sb	Cs
GSD3	本 法	38.76	46.07		5.67	1.42	0.66	2.44	0.39	13.22	0.026	1.42	8.46	8.96	89.1	5.19	6.29
"	原子能所测	37	67		5.2	1.3	0.7	2.6	0.38	14.5		1.9	8.9	11	96	6.5	7.7
"	物探所测	36	66		4.6	1.2				15.4	0.0086	2.3	8.9	12	88	7.7	8
GSD5	本 法	42.10	82.22	44.06	6.01	1.59	0.66	2.46	0.57	13.40	0.021	2.15	13.07	14.51	65.64	3.2	7.75
"	原子能所测	41	95	22.9	6.3	1.2	0.85	2.5	0.41	14.4		3.3	15	18	69	4.1	8.9
"	物探所测	38	85		5.6	1.28				15.2	0.0089	1.93	14.5	19	6.7	4.7	9.5
鲁中3号	本 法	6.1			0.96						54			7.0			

稀土元素对金的干扰很大, 它的贡献为0.25—0.40, 这样在金的含量计算中, 只要发现有稀土存在时, 就预先给以扣除, 再行计算。

其它能量接近的元素 ^{77}Ge , ^{106}Ru 半衰期分别为11.5h与4.5h, ^{192}Ir 和 ^{235}Pa 的半衰期分别为74.4d与27d。因此在7—10天间测量前二者分别已有15个以上的半衰期, 即使4天后测量也有8个以上的衰变, 因此即使谱深也影响不大, 后两者生成较少, 实验条件中也没发现干扰, 可不考虑。

冷却时间的影响: 从鲁中3号的几次跟踪测量中, 发现金的含量从54.0, 53.3, 下降到49.4ppm, 这是因为有一个最佳冷却时间 (还有其他元素的干扰影响问题及测量间隔的校正因子等因素), 因金的半衰期较短, 如冷却时间过长势必衰变就多, 如有其他相近能量的元素时, 就会影响结果, 此处超过十天, 致使结果偏低。其它短寿命元素的分析也有此现象。

标准的平行性: 实验中使用了二套标准, 结果一致说明平行性很好, 修正后的零时刻纯面积计数率均为1740n/秒与298n/秒, 微克 (第一次测量值),

铁作监测器的零时刻纯面积计数率也一致, 说明堆内中子通量基本一致。

本文的偶然误差在含量3克/吨以下时为0.5克/吨 (0.5ppm) 符合地质部的规范标准。灵敏度可达 10^{-8} — 10^{-9} 克。编制适当的计算程序后, 可以进行大量样品的多元素快速, 自动分析。

短照分析, 干扰少, 出结果快是金的又一种分析方法, 在有了小型反应堆后即可大量进行该项工作。

参考文献

- [1] 中子活化分析D.德.索埃脱, R.吉布尔斯, J.霍斯特著, 伍任译, 原子能出版社。
- [2] 应用 γ 射线能谱学G. E. 克劳塞梅尔原著, 高物, 伍实译陈坚等校, 原子能出版社。
- [3] 第一次全国活化分析会议文集, 原子能出版社。
- [4] 我国地球化学首批标准样热中子活化分析的初步结果, 张玉君等“核技术”1982.4, p30—31。

Determination of Trace Gold in Ores and Minerals by Neutron Activation Analysis

Zhuang Yi-li

A highly sensitive method of neutron activation analysis for determination of gold was studied. The method has a good selectivity. The samples need not any processing and many elements can be determined simultaneously. The sensitivity of this method is 10^{-8} – 10^{-9} g of gold.

www.yskw.ac.cn