

文章编号:1003-7837(2000)01-0157-04

铅试金法富集分析金宝山矿铂和钯的研究

陈小兰, 林海山

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510651)

摘 要:对铅试金富集金宝山矿的 Pt 和 Pd 的配料进行了研究,提出了合适的配料。配料的硅酸度为 1.0,精矿用的配料为 20g Na_2CO_3 , 50 g PbO , 8 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 5 g SiO_2 , 3.0 g 面粉;尾矿用的配料为 20g Na_2CO_3 , 50 g PbO , 10 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 3.5 g 面粉。该配料允许试样成分在较大范围变化,分析结果准确度高,回收率在 95%(质量分数)以上,相对标准偏差小于 3.2%。

关键词:火试金法;铂;钯

中图分类号: TG115.3[†]14

文献标识码: A

用铅试金法富集与分离及 D_6DO (二苄基二硫代乙二酰胺)显色测定矿石中微量的 Pt 和 Pd,是目前常用的测定方法。针对金宝山矿的特点,我们对铅试金法的关键问题——配料进行了详细的研究,确定了新的配方。经过分析标样、生产样和内检外验,分析结果准确度高、重现性较好。该配方已应用于分析金宝山矿的 Pt 和 Pd。

1 试验部分

1.1 试 剂

无水碳酸钠;氧化铅(分析纯);二氧化硅(化学纯);硼砂;面粉;氯仿(分析纯);硝酸银溶液(25 g/L);混合覆盖剂($m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} : m_{\text{SiO}_2} : m_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = 4 : 1 : 2$); D_6DO 丙酮溶液(12 g/L)。

铂、钯混合标准液 分别称取 0.1000 g 光谱纯 Pt, Pd 片于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水,于低温电热板上加热溶解,加入 2 mL 5% NaCl 溶液,水浴加热蒸干,用盐酸赶硝酸 3 次,加 15 mL 浓盐酸溶解。然后,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 Pt, Pd 均为 1 mg,使用时配成所需的铂、钯标准液。

1.2 设 备

试金坩埚(上底直径 9.5 cm,下底直径 6.5 cm,高度 13.5 cm);灰皿(水泥与羊骨灰的质量比 1:1);试金炉(型号 SX2-8-13);马弗炉;723G 分光光度计。

1.3 试验方法

将适量的碳酸钠、氧化铅、硼砂、二氧化硅和面粉等试剂配成不同硅酸度的配料,再称取一

收稿日期:1999-07-28

作者简介:陈小兰(1966-),女,广东高州人,工程师,学士。

定量的尾矿、原矿或精矿与不同硅酸度的配料混匀,然后,加入 7~8 滴 AgNO_3 溶液,覆盖混合覆盖剂,置于试金坩埚中。把坩埚放置在试金炉内熔炼,得到铅扣,加以灰吹,制得 Ag-Pt-Pd 合金粒。合金粒用王水溶解后,加 3 滴 5% NaCl 溶液,用盐酸赶硝酸 3 次。在 8mol/L 盐酸溶液中,加 D_6DO 显色,用氯仿萃取后比色测定 Pd 和 Pt。

2 结果与讨论

2.1 试样的性质与称样量

样品中主要成分如表 1 所列。从表 1 可看出,尾矿和原矿的主要成分基本相同,与精矿有较大差别。因此,精矿采用一种配料,而尾矿和原矿采用另一种配料。由于 Cu 和 Ni 的含量对配料有重大影响^[1],而精矿中 Cu 和 Ni 的含量相对较高,为了降低样品中 Cu 和 Ni 的绝对含量,根据矿样中 Pt 和 Pd 含量不同,选取精矿取样量为 5 g,尾矿和原矿的取样量均为 10 g。

表 1 矿样的主要成分
Table 1 Main compositions in the ore sample (质量分数,%)

矿样	Fe	Ni	Cu	MgO	CaO	SiO_2	Al_2O_3	S
浮选精矿	—	3.33	3.51	11.8	3.75	—	—	14.8
原矿	10.0	0.22	0.14	27.52	2.7	36.8	3.0	0.73
浮选尾矿	11.0	0.09	0.024	29.3	3.87	37.0	3.3	—
磁选尾矿	5.12	0.06	0.015	33.8	3.40	39.4	3.50	—

2.2 还原力试验

按如下配方配料:10 g 碳酸钠、60 g 氧化铅、5 g 硼砂和 5 g 二氧化硅,然后与 5 g 样品一起熔炼。测得尾矿的还原力为 0,精矿的还原力为 1~1.5。由还原力可确定配料中面粉的加入量,对尾矿面粉加入量为 3.5 g,对精矿加入量为 2.7~3.0 g。解决了精矿因面粉加入过量而造成铅扣不集中的影响。试验证明,铅扣量为 30~40 g,富集完全。

2.3 熔渣的硅酸度

根据试样的主成分分别配成硅酸度为 0.5,1.0,1.5 的配料,并按各种不同配料,测定 3 组矿样中的 Pd 和 Pt,测定结果列于表 2。

由表 2 可知,3 种硅酸度都可以把 Pt 和 Pd 一次富集完全,但在硅酸度为 0.5 时,尾矿的分析结果稍偏低。为了增大配料对矿样的适应范围和渣的流动性,对于精矿和尾矿都采用硅酸度为 1.0 的配料。

2.4 硼砂的加入量

金宝山矿的矿物组成以蛇纹石 $\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ 为主,选矿流程的磁选尾矿中硅、镁含量更高。为了降低造渣温度,增加渣的流动性,使铅扣集中,选用硅酸度为 1.0 的配料时,在精矿的配料中用硼砂代替部分二氧化硅,加硼砂 8 g;在尾矿的配料中则全部用硼砂代替二氧化硅,硼砂的加入量为 10 g。

表 2 硅酸度试验结果
Table 2 Test results of level of silicic acid

硅酸度	矿样	配料成分/g						分析结果/(g·t ⁻¹)					
		Na ₂ CO ₃	PdO	SiO ₂	硼砂	面粉	Ag/mg	1 组		2 组		3 组	
								Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
0.5	精矿	20	50	2	4	3.0	5	27.5	17.0	51.3	30.2	47.0	28.5
	尾矿	20	50	0	2.3	3.5	5	0.50	0.38	0.75	0.41	0.40	0.28
1.0	精矿	20	50	5	8	3.0	5	27.89	17.87	51.7	30.8	47.5	28.9
	尾矿	20	50	0	10	3.5	5	0.61	0.42	0.80	0.52	0.56	0.34
1.5	精矿	20	50	7	10	3.0	5	28	16.7	51.4	29.9	47.2	29.0
	尾矿	20	50	6	11	3.5	5	0.57	0.40	0.76	0.50	0.50	0.31

2.5 加料回收试验

用硅酸度为 1.0 的配料,进行试样的加料回收试验,试验结果列于表 4. 由表 4 可以看出回收率(质量分数)稳定在 95% 以上.

表 3 加料回收结果
Table 3 Results of addition recovery

试样	取样量/g	试样含量/μg		加入量/μg		测得量/μg		回收率(质量分数)/%	
		Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
894-尾矿	10	6.10	4.2	8.0	8.0	13.8	12.0	96.0	97.5
917-精矿	5	139.4	89.4	24.0	24.0	162.4	112.2	96.0	95.0
原矿	10	23.0	15.5	100.00	100.00	118.0	110.0	95.0	95.0

2.6 矿样分析步骤

富集尾矿和原矿中的 Pt 和 Pd 的配料为 20 g Na₂CO₃, 50 g PdO, 10 g Na₂B₄O₇·10H₂O 和 3.5 g 面粉, 富集精矿中的 Pt 和 Pd 的配料为 20 g Na₂CO₃, 50 g PdO, 8 g Na₂B₄O₇·10H₂O, 5 g SiO₂ 和 3.0 g 面粉. 分别称取原矿 10 g、尾矿 10 g、精矿 5 g(预先在 110℃ 条件下烘干), 将它们与各自的配料混匀, 置于试金坩锅中. 然后加 5 mg Ag(以硝酸银溶液加入), 烘干, 再加入 15 g 混合熔剂覆盖. 放入预先升温至 900℃ 的熔炉中, 继续升温 1h 至 1200℃, 保温 10 min, 取出坩锅, 将熔融物倒入铸模内, 冷却, 将铅扣锤成正方体. 将灰皿先放入已升温至 900~1000℃ 的马弗炉中, 预热 30 min, 然后将铅扣放入灰皿中, 关闭炉门, 待熔融铅去掉浮膜后, 半开炉门, 使炉温降到 850℃ 进行灰吹. 待灰吹接近完成时, 再升温至 900℃, 使铅彻底除尽. 取出灰皿, 冷却, 即得到 Ag-Pt-Pd 合金粒. 合金粒用王水溶解后, 加 3 滴 5% NaCl 溶液, 用盐酸赶硝酸 3 次, 再用 20 mL 8mol/L 盐酸溶解. 然后转入分液漏斗中, 准确加入 0.5 mL D₃DO 和 10 mL 氯仿萃取 1 min. 有机相放入 1 cm 比色皿中, 以试剂空白为参比, 于 454nm 处测出吸光度, 用工作曲线求出 Pd 量. 弃去有机相, 准确加入 0.5 mL D₃DO 和 1 mL 2mol/L SnCl₂ 溶液, 摇匀, 立即准确加入 10 mL 氯仿萃取 1 min. 有机相放入 2 cm 比色皿中, 以试剂空白为参比, 于 520nm 处测出吸光度, 用工作曲线求出 Pt 量.

2.7 分析结果和精密度

为了验证本配料的精密度, 对原矿样做了多次分析, 结果列于表 5. 从表 5 可知, 相对标准偏差小于 3.2%.

表4 原矿样分析结果和精密度

Table 4 Analysis results and precision of sample of crude ore

测定元素	含量/(g · t ⁻¹)	平均值/(g · t ⁻¹)	标准偏差	相对标准偏差/%
Pd	2.29, 2.35, 2.37, 2.28, 2.30, 2.50	2.35	0.075	3.2
Pt	1.51, 1.40, 1.47, 1.49, 1.50, 1.52	1.48	0.040	2.7

3 结 论

(1)提出了合适的试金配料,其硅酸度为1.0,精矿的配料为20 g Na₂CO₃, 50 g PdO, 5 g SiO₂, 8 g Na₂B₄O₇ · 10H₂O, 3.0 g 面粉;尾矿的配料为20 g Na₂CO₃, 10 g Na₂B₄O₇ · 10H₂O, 50 g PdO, 3.5 g 面粉. 该配料适应性强,适用于金宝山矿的浮选和磁选的全部样品分析.

(2)回收率在95%以上,结果稳定,相对标准偏差小于3.2%.

参考文献:

[1]蔡树型,黄超绍.贵金属分析[M].北京:冶金工业出版社,1984.

Study on enrichment and analysis of Pt and Pd in Jinbaoshan Ore by Pb assaying

CHEN Xiao-lan, LIN Hai-shan

(Analytic Testing Research Center under Guangzhou Research Institute of Non-Ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: Based on a study on the make-up and enrichment of Pt and Pd in Jinbaoshan ore by Pb assaying, a appropriate make-up is put forward. With the level of silicic acid being 1.0, for the concentrate, the make-up contains 20 g Na₂CO₃, 50 g PbO, 5 g SiO₂, 8 g Na₂B₄O₇ · 10H₂O and 3.0 g flour, for the tailings, the make-up contains 20 g Na₂CO₃, 50 g PbO, 10 g Na₂B₄O₇ · H₂O, 3.5 g flour. This make-up allows the sample's composition to vary in a large range and provides a high accuracy, with the recovery over 95%, relative standard deviation less than 3.2%.

Key words: fire assaying; platinum; palladium