

文章编号:1673-9981(2007)01-0078-03

杂铜中贵金属分析的制样方法

林海山^{1,2}, 戴凤英², 岳伟², 陈小兰², 李小玲², 施平², 肖红新²

(1. 中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083;
2. 广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510651)

摘要: 研究了杂铜中贵金属分析样品加工粒度与样品代表性的关系, 及磨样时间对样品氧化的影响。结果表明, 样品在磨样机内研磨不超过 10min 不会影响金、钯的含量, 粒度为 95%—1.6mm 的样品具有良好的均匀性和代表性。采用本法制取的样品, 其金、钯分析结果的相对标准偏差小于 2%。

关键词: 杂铜; 制样; 贵金属

中图分类号: O652.4

文献标识码: A

杂铜是由废铜、铜合金及含铜废旧电子元器件等物料经冶炼而成的产品, 一般富含贵金属元素。目前, 杂铜样品的制取一般采用粗铜的制样方法。虽然杂铜类似于粗铜, 都是以铜为主的合金, 但杂铜的杂质种类及其含量远远高于粗铜, 铜含量远低于粗铜。所以, 不是所有杂铜样品都适宜用粗铜的制样方法制样。我们所分析的杂铜样品具有如下特点: (1) 样品来自不同的企业, 成分和外形都比较复杂; (2) 样品一般为客户已钻取好的铜屑, 而且不同的客户钻取的铜屑粒度不同, 大部分样品粒度大于 4.0mm; (3) 客户送的样品量比较少, 一般少于 200g。因此, 找到一个具有良好代表性的杂铜制样方法对样品分析很重要。

1 试验部分

1.1 仪器

GJ-IIB 型密封式化验制样粉碎机(南昌华东化验粉碎机厂); WFX-130 型原子吸收分光光度计(北京瑞利分析仪器公司); D200 mm×50 mm 型分样筛(浙江上虞县纱筛厂)。

1.2 试剂

硫氰酸钾、碘化钾、无水碳酸钠、二氧化硅、氧化铅、硼砂、面粉、无水硫酸钠、盐酸及硝酸均为分析纯; 硝酸银溶液(25g/L); 铜标准液; 金标准液; 钯标准液; 去离子水。

1.3 试验方法

将杂铜样品放入密封式化验制样粉碎机内研磨一定时间后, 过筛, 测定样品的粒度, 然后用火试金法^[2]测定样品中贵金属的含量。

2 结果与讨论

2.1 杂铜样品粒度与样品代表性的关系

对贵金属的分析来说, 样品粒度越小, 贵金属的分布越均匀, 其代表性也越好。但为了降低杂铜的氧化, 应尽量缩短磨样时间。取磨样后 5 种粒度(以 95% 过筛为准)的样品及不磨样(大部分样品粒度大于 4.0 mm)的样品进行试验, 对不同粒度的同一样品平行测定 7 次, 每次取样量为 10 g, 分别计算其相对标准偏差。对不同粒度样品中的金进行分析测定, 测定结果的相对标准偏差与样品

收稿日期: 2006-07-26

作者简介: 林海山(1975-), 男, 广东始兴人, 工程师, 硕士研究生。

粒度之间的关系如图 1 所示. 由图 1 可知,当样品粒度为 1.25~1.60 mm 时,相对标准偏差较小,分散程度小. 说明在该粒度范围内贵金属的分布较均匀,具有良好的代表性. 因此,选择样品加工粒度为 95%—1.60 mm.

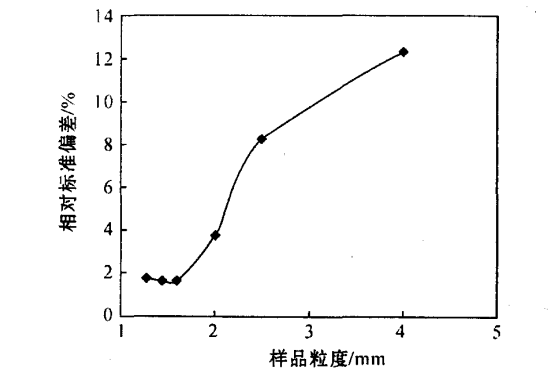


图 1 加工粒度对分析结果的影响
Fig. 1 Relationship between sizes of samples and analytical results of Au

2.2 样品的氧化

通过测定 100g 杂铜中铜含量在研磨过程中的变化,来研究杂铜样品的氧化情况. 同时,平行测定 7 次杂铜样品中的金和钯,取其平均值,结果列于表 1. 由表 1 可知,研磨会使杂铜中的铜受到轻微氧化,而这种轻微氧化对测试结果的影响完全在测试误差范围之内,说明采用这种密封式粉碎机磨样对铜的氧化可以忽略不计;样品在磨样机内研磨不超过 10 min,对金、钯含量的影响在测试误差范围之内.

表 1 磨样时间与铜、金及钯测定结果的关系
Table 1 Relationship between times of grinding and results of Cu, Au and Pd g/t

磨样时间 /min	测定结果		
	w(Cu)/%	Au	Pd
0	82.42	113.2	93.2
1	82.30	112.4	92.3
2	82.21	112.5	92.8
3	82.25	112.1	93.0
4	82.14	112.6	92.6
5	82.10	112.0	92.1
6	82.20	112.4	92.4
10	82.09	111.3	92.3

2.3 磨样时间的选择

将 100g 杂铜样品研磨一定时间后,过筛,以 95% 以上过筛确定样品粒度,结果列于表 2. 由表 2 可知,磨样时间为 2min 较合适,其样品粒度为 95%—1.60mm.

表 2 磨样时间与样品粒度的关系
Table 2 Relationship between times of grinding and sizes of samples

磨样时间/min	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
样品粒度/mm	2.5	2.0	1.60	1.25	0.80	0.45

2.4 样品分析结果

将经密封式粉碎机研磨 2 min 的杂铜样品和用 YS/T 70—2005 法^[1]制取的杂铜样品分别用火试金法^[2]测定样品中的金和钯,分析结果列于表 3. 由表 3 可知,本法制取的样品具有良好的均匀性和代表性,测定结果准确.

表 3 样品分析结果
Table 3 Analytical results of samples g/t

元素	本法			YS/T 70—2005 法测定结果
	测定结果	平均值	RSD/ %	
Au	116.2,112.5,110.3,113.2,115.1,111.8,114.3	113.3	1.78	114.0
Pd	93.4,92.6,91.4,94.5,90.6,93.7,92.6	92.7	1.45	91.9

3 结 论

在密闭的磨样罐内研磨杂铜样品不超过 10min 不会影响金、钯的含量. 在密闭的磨样罐内研磨杂铜

样品 2min,样品粒度可达 95%—1.6mm,此粒度的样品具有良好的均匀性和代表性. 该法简单,实用性强,采用本法制取的样品,其金和钯分析结果的相对标准

偏差小于2%。

国家发展和改革委员会,2005.

[2] 林海山. 火试金法测定粗铜中金和钯[J]. 冶金分析, 2002,22(1):53-55.

参考文献:

[1] 程习,潘捷,张泽林,等. YS/T 70-2005 粗铜[S]. 北京:

Sampling for analyses of precious metals in miscellaneous copper

LIN Hai-shan^{1,2}, DAI Feng-ying², YUE Wei², CHEN Xiao-lan², LI Xiao-ling², SHI Ping², XIAO Hong-xin²

(1. *Institute of Material Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China*; 2. *Analytic Testing Research Center under Guangzhou Research Institute of Non-Ferrous Metals, Guangzhou 510651, China*)

Abstract: The influence of sizes of samples on analysis of gold in miscellaneous copper as well as the effect of the grinding time on oxidation have been studied. The results show that there is no influence on content of gold and palladium when the sample is grinding without exceeding 10min in sample grinder. The sample with particle size of 95%—1.6mm is characterized by a good uniformity and representativeness. The relative standard deviation for analysis of gold and palladium with the method of this paper is less than 2%.

Key words: miscellaneous copper; sampling method; precious metals