

# 新疆某矿区铂钯的物相分析

俞祖根 吴国义

**提 要** 作者通过详细试验,对以类质同象或呈分散状态存在于磁铁矿、磁黄铁矿以及其它硫化物和硅酸盐中的低含量铂钯的测定,提出了有效的分析方法,解决了不同相态铂钯的定量测定问题,对于地质勘探、选矿工艺研究具有实际意义。

**关键词** 铂钯 赋存状态 阴离子交换树脂

新疆某矿区是一个含贵金属的铜镍矿床。根据岩矿鉴定结果确认,矿石主要是由磁黄铁矿、磁铁矿和黄铜矿组成。其中:

磁黄铁矿约占60—65%;

磁铁矿 约占10—15%;

黄铜矿 约占20%;

镍黄铁矿约占10%;

还有少量白铁矿。硅酸盐类矿物含量很少,以阳起石、绿泥石,黑云母矿物为主。主要铂钯矿物及化学特性<sup>[2]</sup>见表1。

表1 该矿区的主要铂钯矿物及化学特性

Table 1 Major platinum and palladium minerals and their chemical properties

矿物名称	化学特性
砷铂矿	王水+电流(14V, 0.5A),热王水慢慢变褐
砷镍铂钯矿	
等轴砷铂钯矿	HNO <sub>3</sub> 使变黑
砷铂钯矿	

\* 化学特性引自文献[2]

铂族元素除了呈独立矿物存在外,还有相当数量是呈类质同象或呈分散状态存在。<sup>[3]</sup>

本文的目的是要搞清以类质同象或呈分散状态存在于磁铁矿,磁黄铁矿及其它硫化物和硅酸盐中的铂钯含量及呈独立矿物存在的铂钯含量;搞清铂钯在磁性部分和非磁性部分的分配。不仅为选矿工艺中提高回收率提供依据,而且为了解成岩成矿过程中铂族元素的分散,富集规律提供信息。

由于原矿铂钯含量较低,要弄清铂钯在各大类矿物中的分配情况,用一般的物相分析方法是很难做到的。我们采取取大样,用物理和化学方法相结合进行矿物分离,再用阴离子交换树脂从含有大量溶剂和各种贱金属元素浸取液中富集铂钯,从而达到准确测定的目的。

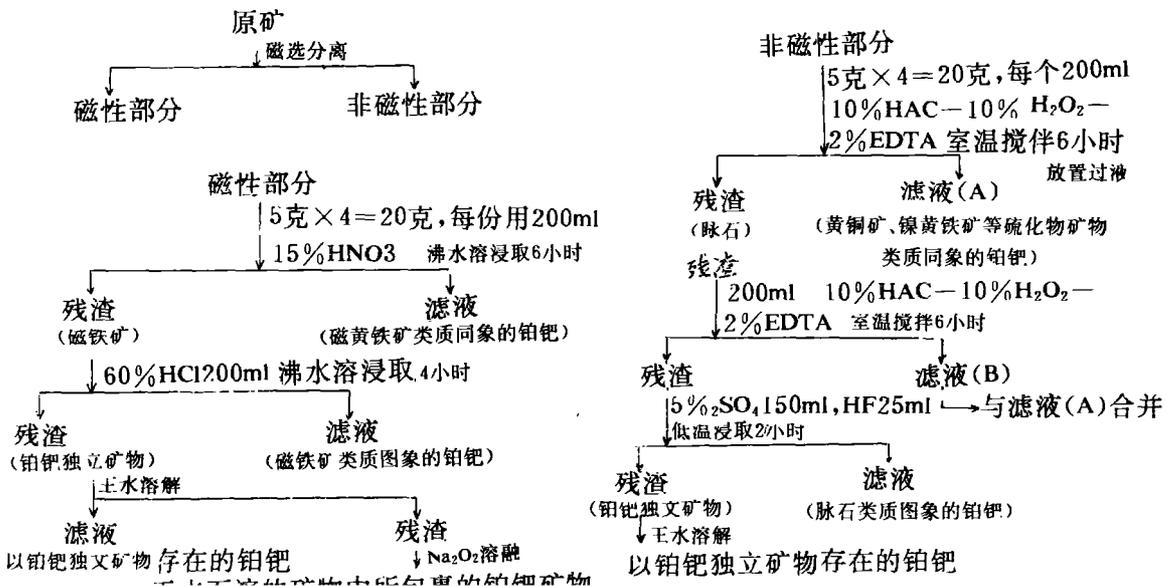
## 一 实验部分

### (一)主要仪器和试剂

- 1、电动搅拌机
- 2、硝酸(分析纯) 15%
- 3、盐酸(分析纯)60%
- 4、硫酸(分析纯)5%
- 5、氟氢酸(分析纯)
- 6、过氧化氢(分析纯)30%
- 7、EDTA(分析纯)
- 8、冰醋酸(分析纯)
- 9、铂钯标准溶液 1ml=5 $\mu$ gPt·Pd(8NHCl 溶液)
- 10、0.2%DDO-(西酮溶液)
- 11、石油键—氯仿(3:1)混合液
- 12、50%二氯化锡(浓盐酸溶液)

### (二)分离流程的设计

磁性部分与非磁性部分的分离,磁铁矿与磁黄铁矿的分离,硫化物与脉石的分离已有报导<sup>(1)</sup>,根据本矿区的矿物组成以及取样量大的特点,经过试验我们对文献报导的条件作了适当修改。由于铂钯矿物对酸和一般溶剂的稳定性<sup>(2)</sup>,在分离一般矿物时铂钯矿物均不会溶解。这样,不同赋存状态的铂钯可以进行测定。分离流程如下:



### (三) 铂钯的富集

根据分离流程,浸取液不但组分复杂而且量很大,如何从中富集微量铂钯也是本课题需要解决的关键问题。大试金法和硫脉富集法手续都很繁琐。曾有文献<sup>[3]</sup>报导铂钯的氯络合物可被阴离子交换树脂吸附,但能否在本试验的浸取液中吸附尚未见报导。为此,我们试验了各种组分的溶剂中(模拟浸取液组分)铂钯的吸附情况,试验结果见表2。表2结果说明,阴离子交换树脂能从 $>500\text{mlPt,Pb}$ 含量为 $0.02\mu\text{g/ml}$ 的溶液中(10% HCl 介质)吸附铂钯。在10% HCl 介质中存在本方法所采用的溶剂 HAC、 $\text{H}_2\text{O}_2$ 、EDTA 均不影响吸附。大量的 Fe(III)、Cu(II)、Ni(II) 存在也不影响 Pt、Pd 的吸附。但是  $\text{HNO}_3$  的存在将使 Pt、Pd 的吸附量降低。

表中试验条件:

A 10HCl%500ml, 含 NaCl5克, 树脂床高65mm, 内径10mm, 流速2ml/min;

B 10%HCl500ml, 含 Fe(III)20克, 树脂床高65mm, 内径10mm, 流速2ml/min;

C 10%HCl500ml, 含 HAC20ml, 30% $\text{H}_2\text{O}_2$ 75ml, EDTA4克(加热除去大部分  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 其余条件同上;

D 10%HCl500ml, 含 HAC20ml, 30% $\text{H}_2\text{O}_2$ 75ml, EDTA4克, Cu(II)3克(加热除去大部分  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 其余条件同上;

E 10% $\text{HNO}_3$ 500ml, 含 HCl50ml, 其余条件同上;

F 铜镍矿处理液500ml(10%HCl 溶液), 流速2ml/min, 树脂床高50mm, 其余条件同上。

H 铜镍矿处理液500ml(10%HCl 溶液含  $\text{HNO}_3$ 5ml) 流速2ml/min, 树脂床高65mm, 其余条件同上。

表2 阴离子交换树脂对铂钯的吸附情况

Table2 Absorption of platinum and palladium by ion exchange resin

NO	试验条件	pt. pd 加入量( $\mu\text{g}$ )		回收量( $\mu\text{g}$ )		回收率(%)	
		Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd
1	A	10	10	10.3	9.6	103	96
2	B	10	10	10.3	10.2	103	102
3	C	10	10	10.2	11.8	102	118
4	D	10	10	10.2	9.5	102	95
5	E	10	10	8.5	3.5	85	35
6	F	10	10	9.5	7.0	95	70
7	G	10	10	10.4	8.0	104	80
8	H	10	10	9.9	6.7	99	67
9	771管理样	0.35g/t*	0.15g/t*	0.31g/t	0.20g/t		
10	772管理样	0.07g/t*	0.03g/t*	0.07g/t	0.03g/t		

\* 系样品结果

## 二 分析方法

### 1、磁性与非磁性部分的分离

取矿样250克左右,用800奥斯特磁铁手选分离,得到磁性与非磁性部分,称重。

### 2、磁性部分磁铁矿与磁黄铁矿的分离及磁黄铁矿类质图象铂钯的测定

称取磁性部分矿物20克,分四份(每份5克)置于250ml 高颈烧杯中,加入200ml15% $\text{HNO}_3$ ,于沸水浴中浸取6小时,过滤。将残渣连同滤纸一起于105℃烘干,将残渣转入150ml 烧杯中,加入 $\text{CCl}_4$ 50ml,于50—60℃水浴中处理1小时,干过滤,风干,残渣再处理一次,干过滤,风干,将残渣连同前几次过滤的滤纸一起置于原高颈烧杯中,加入200ml15% $\text{HNO}_3$ 于沸水浴中浸取2小时,过滤。滤液与上次滤液合并。残渣为磁铁矿,滤液为磁黄铁矿浸取液。将滤液置于电热板上蒸干,用 $\text{HCl}$ 赶 $\text{HNO}_3$ 2—3次,加浓 $\text{HCl}$  20ml,少量水溶解残渣,加水至200ml,将此溶液以2ml/min 的流速通过阴离子交换柱(阴离子交换柱树脂床高65mm,内径10mm,预先用10% $\text{HCl}$ 平衡),将四份溶渣合并,分别在两根柱上交换,用10% $\text{HCl}$  100ml 淋洗,再用水100ml 淋洗,流尽后,将二根柱子的树脂倾出于50ml 烧杯中,过滤,将树脂连同滤纸一起置入50ml 瓷坩埚中,灰化、800℃灼烧,残渣用王水溶解,加10% $\text{NaCl}$  2滴,置于水浴上蒸干,用 $\text{HCl}$ 赶 $\text{HNO}_3$ ,重复一次,用8M  $\text{HCl}$  溶解残渣,移入25ml 比色管中,用DDO法比色测定Pt、Pd。此Pt、Pd为磁黄铁矿中呈类质图象的铂钯量。

### 3、磁铁矿的分离及磁铁矿类质图象Pt、Pd的测定

将分离磁黄铁矿后的残渣置于250ml 高颈烧杯中,加入60% $\text{HCl}$ 200ml,置于沸水浴中加热4小时,并不断摇动,过滤,用5% $\text{HCl}$ 和热水洗净沉淀,残渣为与磁铁矿、磁黄铁矿连生和包裹的铂钯独立矿物。滤液为磁铁矿浸取液。将滤液置于电热板上蒸干,加浓 $\text{HCl}$  20ml,再加少量水加热溶解残渣,加水至200ml,同上述条件通过阴离子交换柱,用DDO法比色测定Pt、Pd。此Pt、Pd为磁铁矿中呈类质图象的铂钯量。

### 4、铂钯独立矿物的测定及王水不溶性铂钯矿物的分离

将上述残渣置于300ml 烧杯中,加王水150ml,盖上表面皿,于电热板上加热溶解。取下,水洗表面皿,于电热板上蒸干(注意溅跳!)用 $\text{HCl}$ 赶 $\text{HNO}_3$ ,反复二次,加 $\text{HCl}$  20ml,加少量水加热溶解残渣,加水至200ml,过滤,用10% $\text{HCl}$ 洗净残渣。此滤液为王水可溶性铂钯独立矿物的浸取液。将滤液按前述条件用阴离子交换树脂富集。DDO法比色测定。此Pt、Pd为王水可溶性铂钯独立矿物中的铂钯量。

将上述残渣置于高铝坩埚中,灰化、灼烧、残渣用 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 熔融,少量水浸取、煮沸、冷却,用浓 $\text{HCl}$ 酸化,再用浓 $\text{HCl}$ 调至8M  $\text{HCl}$ 溶液,移入50ml 比色管中,用8M $\text{HCl}$ 稀至刻度,摇匀,用DDO法比色测定。此Pt、Pd为被硅酸盐包裹的铂钯矿物中的铂钯含量。这类硅酸盐矿物是被磁性矿物夹着或连生而选入磁性部分的。从镜下发现的铂钯矿物(表1)来看都可被王水溶解,故此Pt、Pd的量不能定义为王水不溶性矿物。

### 5、非磁性部分硅酸盐矿物与黄铜矿、镍黄铁矿等硫化物矿物的分离及硫化物矿物中呈类

### 质图象的铂钯的测定。

取非磁性矿物20克,分成四份(每份5克)置于1000ml烧杯中,加入200ml 10% HAC—10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>—2% EDTA 混合液,在室温下搅拌6小时,放置过夜。过滤,用水洗残渣数次,得到滤液(A)将残渣置于原烧杯中,同上述条件再重复处理一次。过滤,用水洗残渣数次,得到滤液(B),滤液(A)、(B)合并,此滤液为黄铜矿、镍黄铁矿等硫化物矿物浸取液,残渣为硅酸盐类矿物。

将上述滤液放置一天以后在电热板上加热除去 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>,并适当浓缩体积,冷却,用浓 HCl 调至溶液为10% HCl 溶液,用阴离子交换树脂富集,DDO 法比色测定 Pt、Pd。此 Pt、Pd 为硫化物矿物中呈类质图象的铂钯量。

### 6、硅酸盐矿物的分离及硅酸盐矿物所含铂钯的测定

将上述残渣置于250ml 聚四氟乙烯烧杯中,加入5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 150ml, HF 25ml,于低温电热板上浸取2小时,并不断搅拌。过滤,用热水洗残渣数次。将滤液置于聚四氟乙烯烧杯中,在电热板上蒸干,用 HCl 反复赶 HF 数次,用 HCl 溶解残渣,加水至溶液为10% HCl 溶液。此滤液为硅酸盐类矿物的浸取液。残渣为铂钯独立矿物。将浸取液用阴离子交换树脂富集后用 DDO 法比色测定 Pt、Pd。此 Pt、Pd 为硅酸盐类矿物所含的量。

### 7、铂钯独立矿物中 Pt、Pd 含量的测定

用所述的方法测定铂钯独立矿物中 Pt、Pd 的含量。

备注:本操作方法均按取样5克制订,最后富集与测定均需将四个样品合并为一个样品进行,按取样20克计算结果。而整个相分析是从取大样开始的,故各相的总计结果按大样取样量计算。

## 三 结果与讨论

按拟订的方法分别对三个大样进行分析。大样的特征,铂钯的品位以及取样量列于表3。

表3 大样的特征  
Table 3 Characteristics of boss samples

NO	试样号	样品特征	取样量(g)	铂钯品位(g/t)		磁选分离后的重量(g)	
				Pt	Pd	磁性部分	非磁性部分
1	物—Ⅱ	铜镍富矿	245	0.20	0.20	71.8	171.5
2	物—Ⅲ	铜镍贫矿	246	0.21	0.13	18	228
3	物—Ⅳ	高铜矿	220	0.36	0.28	149	70.4

物相分析结果见表4。从表3结果可以得出以下几个结论:

1),高铜矿(物Ⅳ)磁性部分占68%,而铜镍富矿(物Ⅱ)和铜镍贫矿(物Ⅲ),磁性部分各占

29%和7%。也就是说,对物Ⅳ来说,以磁性部分为主,而对物Ⅱ和物Ⅲ来说,以非磁性部分为主,而对物Ⅱ和物Ⅲ来说,以非磁性部分为主(表3)。

2、从Pt、Pd在磁性和非磁性部分的分布来看,物一Ⅱ以分布在磁性部分为主,而物一Ⅲ物一Ⅳ又以分布在非磁性部分为主,但物一Ⅴ在两部分的分布相差不大。

3、铂钯在该矿区以独立矿物的形式存在为主,呈类质图象或呈分散状态存在的量很少。

4、从物一Ⅳ这个大样磁性部分铂钯独立矿物含量较高的事实分析,可能是铂钯独立矿物粒径较细,常与磁性矿物连生、包裹、夹着而进入磁性部分(因铂钯矿物是非磁性的)。

上述结论与岩矿鉴定的结果是吻合的。

致谢:本文得到程敏清、杨玉春两位高级工程师的大力帮助,谨此表示感谢。

### 参考文献

- [1]北京矿冶研究院编《化学物相分析》,冶金工业出版社,1979,2  
 [2]中国科学院地球化学研究所编著,《铂族元素矿物鉴定手册》科学出版社,1981  
 [3]蔡树型 黄超编著《贵金属分析》,冶金工业出版社,1984,8

## PHASE ANALYSIS OF PLATINUM AND PALLADIUM FOR A MINE IN SINJIANG

*Yu Zugen Wu Guoji*

### Abstract

An effective analytical method of platinum and palladium, which occur as isomorph and dispersed state in magnetite, pyrrhotite and some silicates is put forward on the basis of experiments in this paper. Quantitative analysis of platinum and palladium in different mineral phase is resolved. It is valuable and practical to ore exploration and ore dressing.

### 请订阅1991年度《矿产与地质》(双月刊)

《矿产与地质》经广西新闻出版局批准,1991年由季刊改为双月刊,公开发刊。《矿产与地质》是应用地质科学学术刊物,由中国有色金属工业总公司主管,中国有色金属工业总公司矿产地质研究院主办,《矿产与地质》编辑部编辑、出版、发行。

《矿产与地质》的办刊方针是:面向生产、面向基层、面向经济建设。报导生产、科研与教学部门的最新研究成果,国内外有色金属找矿的新理论、新方法、新动态以及找矿勘探经验。

本刊定价1.50元,全年六期,逢双月的15日出版发行,一次收订。收工本费9.00元(含邮资)。需订阅请直接汇款中国有色金属工业总公司矿产地质研究院《矿产与地质》编辑部 地址:广西桂林市103信箱 邮政编码:541004  
 银行信汇 开户银行及帐号:桂林市工商银行漓江东路办事处8144027

### 请订阅1991年度《矿山地质》(季刊)

《矿山地质》于1980年创刊,是全国唯一向国内外公开发行的矿山地质专业科技刊物,由中国地质学会矿山地质专业委员会与中国有色金属工业总公司矿产地质研究院主办。主要内容有:国内外矿山地质学新发展、新理论、新技术、新经验;生产矿山资源管理、保护与监督;矿产资源经济;老矿区深部找矿、盲矿地质研究与预测;选冶工艺矿物学等论述,以及有关矿产资源法规等,并报道国内外地质学术活动消息。本刊适合矿山地质、地质勘探人员和地质院校师生阅读参考。

本刊为自办发行,全年四期,每期定价1.50元,全年6.00元,一次收订。 订阅读通过银行或邮汇均可。

收款单位:广西桂林市三里店《矿山地质》编辑部 邮政编码:541004 开户银行:桂林工商银行漓江东路办事处 帐号:889030