

岛津 EDX-7000 在提炼矿粉贵金属元素分析方面的应用

EDX-009

摘要：随着 EDX 荧光仪器的分辨率和灵敏度的大幅提高，以及制样的简捷快速化及操作简单的优势，EDX 荧光光谱仪越来越多地用于地矿中的元素分析。

下面介绍岛津 EDX-7000 在提炼矿粉贵金属元素分析方面的应用。

关键词：岛津 EDX-7000 荧光光谱仪 矿粉贵金属元素分析

某大型冶炼厂，主要从矿粉中提炼金、银、铂、钯、铑、钇贵金属元素成分，首先要对原矿粉进行初步的贵金属元素分析，确认原矿粉中含有所关注的贵金属元素才有提炼的价值。但金、银、铂、钯、铑、钇贵金属元

素化学前处理非常复杂，且对环境污染大。下面使用岛津 EDX-7000 荧光光谱仪进行快速无损分析，操作简单而又快捷。

实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000/8000



图1 EDX-7000仪器

1.2 分析条件

X-射线管：靶 Rh

滤光片：5#

电压：50 kV

电流：自动

测试氛围：大气

准直器：10 mm

测试时间：100 s

停滞时间：30%

1.3 标准样品的制备

1.3.1 购买相关标样如下表：单位：mg/mL

标样名称	标准值	标样名称图片	
Au	10		
Ag	10		
Pd	10		
Pt	10		
Ir	10		
Rh	10		

图2 标样

1.3.2 母基体的制备

使用相关矿粉制成与原矿粉基体一致的母基体 (200 目以下并烘干 2 小时, 冷却备用), 如图 3: (说明: 配置标样的基体与样品的基体可能会有差异, 所以分析结果也会有一定的偏差)



图3 母基体样品

1.3.3 标样的制备

1) 先称取母基体适量, 用 100~1000 uL 的液枪按下表中的配比移取 10 mg/mL 标液于母基体粉中, 然后加母基体粉称重到总质量为 5 g; 单位: uL

	Au	Pt	Pd	Rh	Ag	Ir
STD1	0	0	0	0	0	0
STD2	10	10	10	10	10	10
STD3	25	25	25	25	25	25
STD4	50	250	50	250	50	250
STD5	125	125	125	125	125	125
STD6	250	50	250	50	250	50
说明	使用100~1000 uL量程的液枪移取标液, 然后加母基体粉称重到总质量为5g					

- 2) 将以上称好的标样标识好后，在 $100\pm 5^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干 2 小时，冷却至常温；
- 3) 在研钵中研细混均匀，在 20 MPa 压力下压片如图 5：



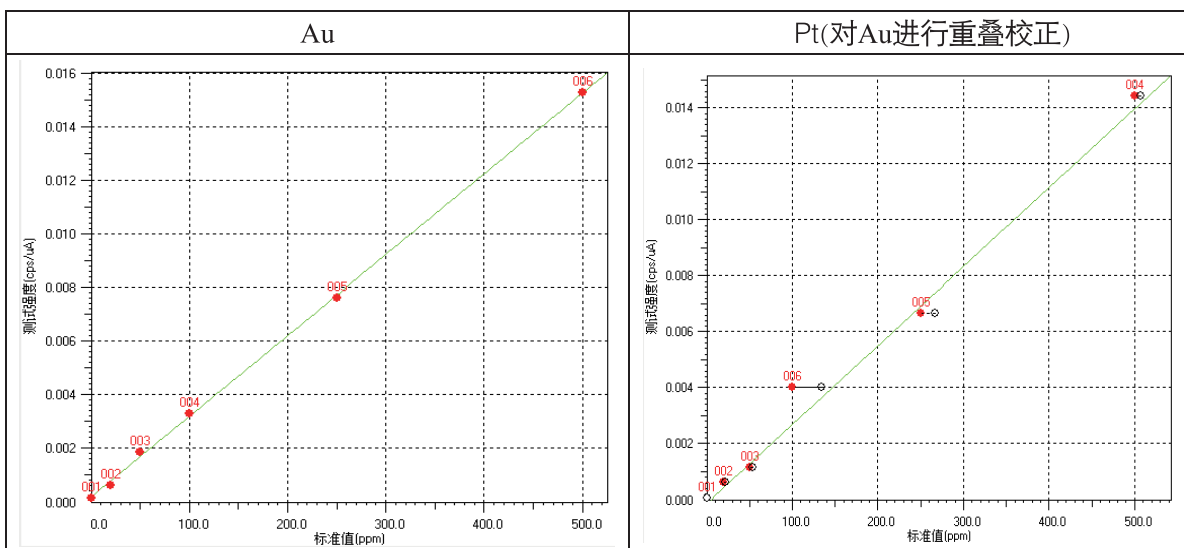
图4 压片后标样

- 4) 按上表中的配比成如下表浓度：单位：mg/kg

标准样品	Au	Pt	Pd	Rh	Ag	Ir
STD1	0	0	0	0	0	0
STD2	20	20	20	20	20	20
STD3	50	50	50	50	50	50
STD4	100	500	100	500	100	500
STD5	250	250	250	250	250	250
STD6	500	100	500	100	500	100

1.4 工作曲线：

按上述标样压片后制作工作曲线如下图：



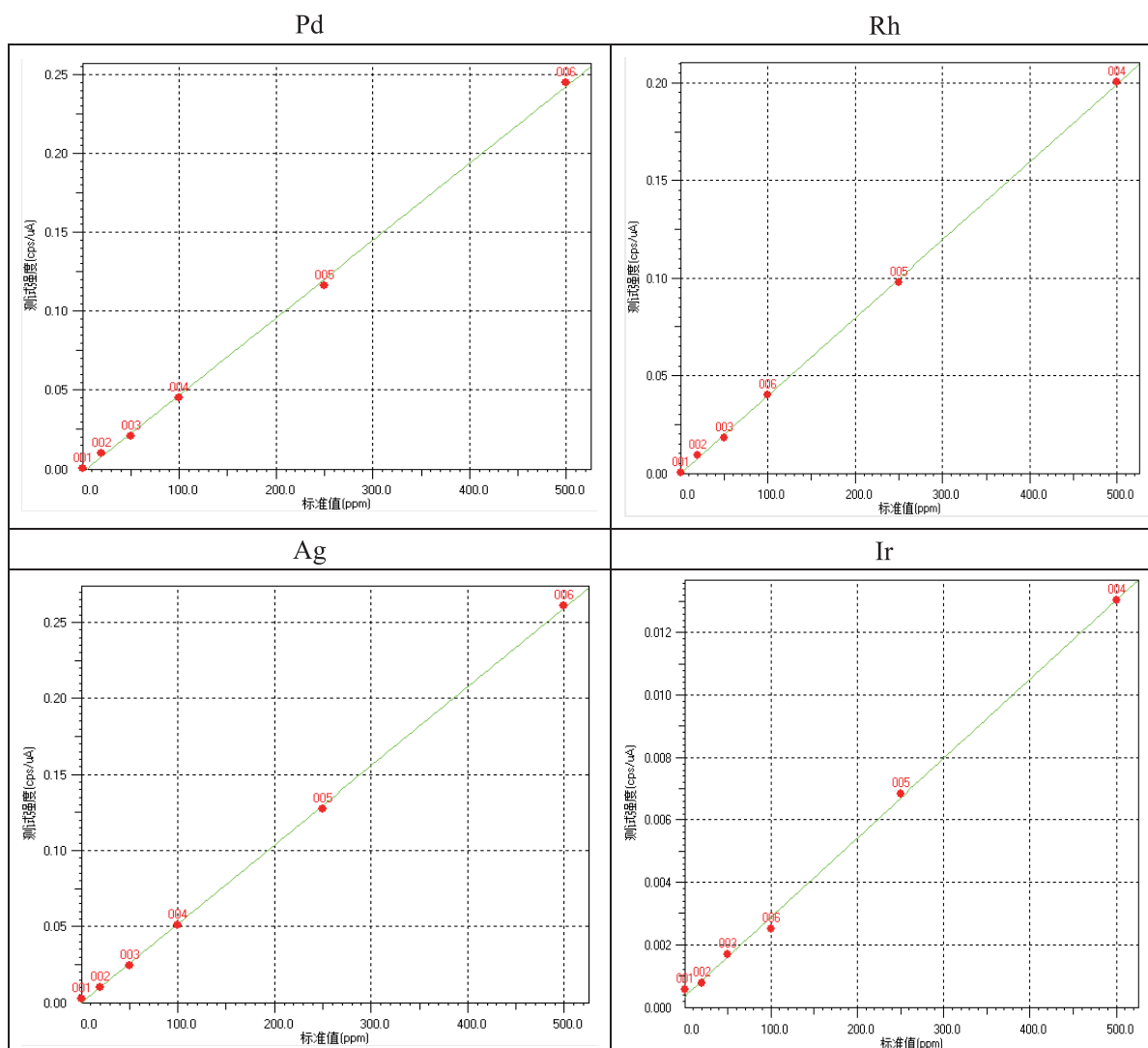


图4 工作曲线

■ 检出下限

工作曲线的检出下限如下表：单位：mg/kg

元素	Au	Pt	Pd	Rh	Ag	Ir
标准偏差	2.5	1.9	0.2	0.2	0.2	2.9
检出下限	7.5	5.7	0.6	0.6	0.9	8.7
分析时间	100s					

注：按照 IEC62321/GBT26125-2011 标准进行分析，工作曲线各元素的检出下限为连续 10 次测试空白样品的标准偏差的 3 倍。

分析次数	Au	Pt	Pd	Rh	Ag	Ir
第一次	52.7	53.9	54.6	52	42.5	20.2
第二次	47	58.7	51.7	54.1	41.8	21.2
第三次	49.7	53.8	53.5	54.3	42.4	20.5
第四次	49.1	56.8	51.7	54.5	41.8	20
第五次	42.3	57.4	54.3	53.1	42	18.7
第六次	48.4	58.5	51.8	53.7	41.9	18.2
第七次	48.9	54.7	52.4	54.9	41.5	20.2
第八次	47.3	51.1	51.4	54.1	42.1	19.3
第九次	51.3	49.9	55.3	54.3	42.8	18.9
第十次	51.7	64.2	55	55.2	42.3	19.5
平均值	48.9	55.9	53.2	54	42.1	19.7
CV%	6.1	7.4	2.9	1.7	0.9	4.6
化学分析 参考值	49.8	50.2	51.3	50.1	40.3	19.6

结论

岛津 EDX-7000 荧光光谱仪可对地矿元素进行精确定量分析。该方法操作简便，分析快速，重复性好，是一种行之有效的分析方法。为了减少分析误差，配置标样的基体尽量与样品的基体保持一致，才能提高分析结果的精确度。