

黑色岩系中贵金属八元素同时测定

闫红岭, 李志伟, 王敏捷, 王君玉*, 袁润蕾, 李 杰

(河南省岩石矿物测试中心 国土资源部贵金属分析与勘查技术重点实验室, 郑州 450012)

摘要: 黑色岩中含有大量有机碳, 贵金属元素又呈超微细分散状态, 难以识别, 传统的镍钼试金方法难于测定。以锡作捕集剂, 通过调整试金配料, 提高熔融温度, 增加助熔剂和覆盖剂等方式, 建立了锡试金富集—ICP-MS法同时测定黑色岩中8个贵金属元素的方法。方法检出限(ng/g)为: Ag 27.8, Au、Pd 0.11, Pt 0.10, Rh、Ru、Ir、Os 均为 0.02; 各元素的回收率为 88%~120%, 可用于黑色岩系及其它岩石矿物中贵金属元素的测定。

关键词: 分析化学; 黑色岩; 贵金属; 锡试金; 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)

中图分类号: O657.63 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2016)03-0066-06

Simultaneous Determination of Eight Precious Metal Elements in Black Rock Samples

YAN Hongling, LI Zhiwei, WANG Minjie, WANG Junyu*, YUAN Runlei, LI Jie

(Key Lab of Ministry of Land and Resources Analysis and Exploration of Precious Metals,

Henan Rock Mineral Testing Centers, Zhengzhou 450012)

Abstract: The precious metal elements are difficult both to be identified and to be determined by conventional nickel sulphide fire-assay because the black rock contains large amounts of organic carbon and these elements are existed as ultrafine dispersion. A method to determine eight precious metal elements simultaneously by ICP-MS after enrichment with tin fire-assay was reported. Tin was used as the scavenger. The assay ingredients were adjusted to elevate the melting temperature. The flux and covering agent were added. Based on the determination results, the detection limits (ng/g) were 27.8 for Ag, 0.11 for Au and Pd, 0.10 for Pt, and 0.02 for Rh, Ru, Ir and Os. The recovery rate ranged 88%~120%. It can be applied to the determination of precious metal elements in black rock and other minerals samples.

Key words: analytical chemistry; black rock; precious metals; tin fire assay; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

黑色岩系中赋存众多的亲铜、亲铁、铂族、放射性及稀土等元素。近期在加拿大塞尔温盆地内还发现了黑色岩系型镍、锌、铂族元素矿床, 引起国际同行的密切关注^[1]。在中国贵州、湖南等地也发现了大量富集低品位钼、镍、金、银及铂族元素的黑色岩系矿床。但由于黑色岩系中含有大量有机碳及硫化物等还原性物质, 且矿物颗粒细腻, 元素存在形式复杂、难以识别, 按传统的测试方法, 其数

据会出现大幅波动, 测试结果重现性很差, 严重影响地质勘查工作^[2]。建立适合于黑色岩中贵金属元素的分析方法, 对促进黑色岩中贵金属的找矿及综合开发利用提供最可靠的技术支撑, 具有非常重要的意义。

赵素利等^[3]和本文作者^[4]都曾采用镍钼试金富集方法进行过黑色岩中贵金属元素的分析, 但镍钼试金分析黑色岩有4个问题: 1) 镍钼试金对样品的

收稿日期: 2016-03-04

基金项目: 国土资源部公益性行业专项(200911043-2)。

第一作者: 闫红岭, 男, 高级工程师, 研究方向: 化学分析。E-mail: YHLjjh@163.com

*通讯作者: 王君玉, 女, 正高级工程师, 研究方向: 化学分析。E-mail: junyu65@126.com

还原力要求严格,当样品中有机物含量高时,硫化镍不成扣且浮于熔渣上面,只能加入氧化剂。因每个样品有机物、碳含量不一,加入氧化剂的量不宜掌握。2) 含石墨碳高的黑色岩不易氧化完全。3) 镍铑试金中加入大量的镍,后续不易除尽,部分 Ni 与铂族金属(PGE)一同富集,使得细微的 PGE 颗粒中仍然有大量的 Ni,严重干扰低含量 Ru 和 Pd 的 ICP-MS 测定;4) 镍铑试金不能定量捕集金。由于这些问题未能解决,故镍铑试金法不能准确分析黑色岩中的贵金属元素。

相比之下,锡试金更适合捕集黑色岩中的贵金属。因锡与贵金属形成的是合金,对样品的还原性要求不严,解决了黑色岩样品还原性高不易成扣的问题。锡试金的熔矿温度高,解决了黑色岩样品中石墨碳不易分解的问题;采用碳化硅+轻质氧化镁做覆盖剂,轻质氧化镁悬浮在溶融体上方,有效避免了试样随气流的挥发损失;碳化硅高温与氧反应,使整个熔融过程处在还原气氛中,对捕集钼、钨元素起到了保护作用。

本文在此前研究^[5-6]的基础上,研究了锡试金富集-等离子质谱测定贵金属元素的方法,通过加入过量的锡粉可定量捕集 8 个贵金属元素,结合 ICP-MS 一次进行准确测定。通过对不同类型黑色岩样品的分析检测,验证了方法的精密度和准确度。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

1.1.1 仪器和设备

使用的 Thermo X 系列 II 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)及工作条件与此前研究^[6]相同;使用的试金炉、试金坩埚均与前文^[6]相同。

1.1.2 标准溶液

标准储备溶液(1.000 mg/mL, 5%王水介质): Ag 溶液采用光谱纯硝酸银配制;Au、Pt、Pd、Ru、Rh、Os、Ir 均采用光谱纯氧化物或纯度大于 99.95% 的金属配制而成。

混合标准工作溶液:将含有各待测元素的标准储备溶液逐级稀释配制成浓度为 $\rho(\text{Au、Pt、Pd、Ag})=10 \text{ ng/mL}$, $\rho(\text{Os、Ir、Ru、Rh})=1 \text{ ng/mL}$ 的混合标准工作溶液。

标准系列浓度分别为: $\rho(\text{Ag})=0.10、0.30、0.50、1.0、5.0、10.0、30.0、50.0、100 \mu\text{g/mL}$; $\rho(\text{Au、Pt、$

$\text{Pd})=0.10、0.30、0.50、1.0、5.0、10.0、30.0、50.0、100 \text{ ng/mL}$; $\rho(\text{Os、Ir、Ru、Rh})=0.01、0.03、0.05、0.1、0.5、1.0、3.0、5.0、10 \text{ ng/mL}$ 。

1.2 试金配方及熔炼

所用试剂与前文^[5-6]相同。分析结果的好坏与试金的配料密切相关。对此前的配方(按称样量 15.0 g 计算)调整为:锡粉 15 g,碳酸钠+碳酸钾(1:1) 30 g,二氧化硅 10 g,硼砂 20 g,面粉 5 g,氧化钙 5 g,氟化钙 2 g,冰晶石 5 g,覆盖剂适量。

称取 15.0 g 试样和上述试金配料混匀后放入黏土坩埚中,在试金炉中于 1050~1100℃熔融 55 min,把熔融体倒入铁模中,取出锡扣、压扁。

1.3 溶解和测定

将压扁的锡扣放入磨口锥形瓶中,加入浓 HCl,在电热板上微沸分解至溶液清亮,加锡粉 0.1 g 还原,亚砷酸钾 1 滴,放置 1 h,过滤,将沉淀物放入原磨口锥形瓶中,加上自制冷凝回流装置,用 3 mL 王水分解至溶液澄清,冷却后以水定容于 50 mL 容量瓶中。用 ICP-MS 测定^[5-6]Au、Ag、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt 的含量。

2 结果与讨论

2.1 锡试金配料的选择与比例优化

黑色岩样品金属氧化物含量不高,因此加入酸性熔剂量少。黑色岩富含金属硫化物,所以碱性熔剂用量相对多,本文使用的碱性熔剂是碳酸钠和碳酸钾(1:1)。为了增加熔渣流动性、降低造渣温度,加入中性助熔剂氟化钙和冰晶石;因黑色岩本身还原性强,以少量(5 g)面粉为还原剂,其产生的碳素即可将高价氧化物还原成金属。

本实验采用锡作为捕集剂。银与锡形成合金,金、铂、钯、铑、钇、铽、钕、钆与锡形成金属互化物如 AuSn_4 、 PtSn_4 、 PdSn_4 、 RhSn_4 、 IrSn_4 、 RuSn_4 、 OsSn_4 等。这些互化物溶于锡中而捕集,对样品的还原性要求不严,适合分析黑色岩样品。以上各试金料不同比例配好后于试金炉内 1100℃熔融,观察其造渣和成扣情况。不同黑色岩矿石样品的配料表结果见表 1。

由表 1 可以看出,不同类型的黑色岩样品熔剂配方有很大的不同,以上配方能得到性能良好的锡扣,且熔渣的熔点低、比重小、流动性好、易与扣分离。

表 1 不同黑色岩的配料表

Tab.1 Composition of the fluxes for different black rocks /g							
黑色岩 种类	加入量	碳酸钠- 碳酸钾	锡 粉	硼 砂	石 英	面 粉	硝 石
普通	15.0	30	15	20	10	5	—
硫化型	15.0	40	15	20	10	2	5~10
碳酸盐型	15.0	20	15	25~30	25	6	—
硅酸性	15.0	50	15	15	—	6	5~10

2.2 不同黑色岩样品烧样与非烧样比较

选择了 4 件不同类型的黑色岩样品，在 650℃ 烧样与非烧样^[5]后，采用本方法测定贵金属元素，其结果见表 2。

表 2 不同黑色样品烧样与非烧样测定铂族结果比较

Tab.2 The determination results of precious metals elements in black rock samples heated or not heated /(ng/g)									
样品	灼烧	Ag	Au	Pt	Pd	Rh	Ir	Ru	Os
黑色	烧样	500	96	124	73	3.4	0.3	3.3	1.7
页岩	非烧	2500	381	438	437	18.9	1.2	11.5	59.9
黑色	烧样	200	12	1.3	3.1	0.8	1.2	2.1	1.4
砂岩	非烧	800	56	6.6	5.8	1.2	3.4	9.8	8.7
黑色	烧样	300	213	155	138	5.6	0.5	2.5	0.5
硅岩	非烧	600	365	201	216	12.2	2.6	23	12
黑色	烧样	600	156	50.3	68.3	2.5	0.44	2.0	3.1
碳酸岩	非烧	800	167	56.7	108.7	2.7	0.56	3.2	11.8

表 2 结果显示，烧样与非烧样测定贵金属结果差异很大。样品经过灼烧后再进行熔矿，其结果普遍偏低，特别是黑色页岩结果严重偏低。这可能是因为黑色岩系中有机碳上有很多活性基团，吸附了细粒级贵金属，在烧样过程中会随着硫碳的灰化而损失。

2.3 覆盖剂选择

黑色岩系样品颗粒细，样品在熔融过程中，硫、碳、有机质氧化产生气流，易于使超细的贵金属颗粒随气流而逃逸损失。因此需加入覆盖剂防止熔融物的飞溅，同时隔绝空气，避免炉中空气与坩埚中的试剂及样品产生不希望的反应，如钨、钨的发生氧化反应而挥发。对黑色页岩样品用不同覆盖剂进行实验，结果列于表 3。

从表 3 可以看出，不同的覆盖剂对于测定结果有很大的影响^[3]。轻质氧化镁+碳化硅作为覆盖剂，对贵金属元素的测定结果是最好的。双份样平行结果一致。当试样熔融时，轻质氧化镁+碳化硅悬浮

表 3 不同覆盖剂对贵金属元素的影响 (n=2)

Tab.3 The determination results of precious metals elements with different covering agents (n=2) /(ng/g)							
覆盖剂	Pt	Pd	Rh	Ir	Ru	Os	Au
硼砂	135	105	8.1	1.3	2.4	10.5	125
	95	180	4.5	2.3	3.6	5.9	178
硼砂+	120	98	5.0	1.6	2.9	5.9	125
碳酸钠 ^[3]	90	100	4.8	3.2	5.0	10	178
氯化钠 ^[3]	168	150	9.0	2.5	4.4	30	117
	121	200	10.5	2.8	4.7	23	89
氧化镁	205	229	10.0	2.9	4.7	40	185
	255	269	7.9	3.3	5.0	50	185
氧化镁+	270	269	11.0	2.8	5.0	65	182
碳化硅	267	265	11.3	3.1	5.2	70	195

在溶融体上方，有效避免了试样随气流的挥发损失，对捕集贵金属元素起到了保护作用。更主要的是少量碳化硅在高温易分解为碳离子和硅离子，碳、硅离子与炉子内的氧结合，使得整个熔融在还原气氛中进行，有效避免了钨、钨的挥发损失。而以硼砂作为覆盖剂，不会浮在熔融体上面而隔绝空气，反而会进入熔融体改变熔渣的酸度。氯化钠作为覆盖剂，在熔化后是很稀的流体，浮在熔渣的顶上，某种程度上防止沸腾时的贱失，但金、银的氯化物易挥发损失，且在出炉时有大量白烟。

2.4 配料空白

配料空白的高低对铂族元素分析方法的检出限起着决定性的作用。在前文研究^[5-6]的基础上，本实验补充测定了空白试剂中全部贵金属元素的含量，最终选择上海国药生产的 SiO₂，广西柳州的 Sn 粉。

2.5 贵金属沉淀的洗涤

贵金属沉淀通过滤膜过滤，需要将大量的锡离子及杂质洗涤除去。同一个样品各加入 5 g 锡粉进行火试金，试金扣经过酸溶过滤后，采用不同配比洗涤剂各洗 10 次，用 ICP-MS 测定锡的质谱计数次，结果列于表 4。

表 4 不同酸洗涤后锡的 ICP-MS 计数

Tab.4 Tin count determined by ICP-MS after dissolution and filtering by different acids	
洗涤剂	锡计数
15%盐酸	21367, 23367, 22367, 23367
15%硝酸	33367, 36367, 34367, 26367
15%草酸	28367, 24367, 27367, 28367
15% (盐酸+草酸)	13367, 11367, 16367, 13367

由表 4 可见，15%(盐酸+草酸)洗涤效果最好，有效降低了等离子质谱测定的盐效应。

2.6 共存离子的影响

在贵金属的 ICP-MS 直接测定中，存在质谱和非质谱两类干扰，参照前文^[6]方法考察了各元素的干扰状况：在 2 mL 含有 0.50 ng/mL 金、铂、钯，0.25 ng/mL 钨、铼、铈、钕的溶液中加入容易与锡形成合金的干扰元素离子：Sn⁴⁺ 300 μg、Fe³⁺ 5 μg、Cu²⁺ 3 μg、Ni²⁺ 3 μg、Co²⁺ 3 μg、W⁶⁺ 3 μg、Mo⁶⁺ 3 μg，定容于 50 mL 比色管中。经对比测定上述元素均不干扰测定。待测溶液中其它干扰元素 Sr、Rb、Y、Hf、Ta、Lu、Zr 的实测含量很低，可不考虑其干扰。

2.7 锡扣的酸处理与还原

锡扣可溶于浓盐酸中，浓盐酸对锡扣分解很快，被捕集的镍等贱金属同时被溶解。锡与金、银、铂、钯、钨、铼的金属互化物不溶于盐酸，但钕、铈会有少量溶解，所以需要进一步还原为金属或转化为沉淀。实验表明钕最难还原，需要较强的还原剂。采用钕的标准溶液，对还原剂进行了选择^[5]。采用了锡粉、亚硫酸钠、抗坏血酸，进行 Ru(III)的还原、碲共沉淀(保温 1 h)，实验结果列于表 5。

表 5 不同试剂对钕的还原效果

Tab.5 Reducing effect of Ru by different reagents /(ng/g)		
还原剂	Ru 加入量	Ru 测得量
锡粉	2	1.9
抗坏血酸	2	1.4
亚硫酸钠	2	0.8
锡粉+亚碲酸钾	2	2.1

表 5 结果表明，只用还原剂，沉淀效果不好。还原后用碲共沉淀，沉淀不仅完全且颗粒大，易于过滤。但碲的用量不能大，否则溶液中少量的铜、钨会被还原，影响低含量元素测定。通过实验选定锡粉 0.1 g、5%亚碲酸钾 1 滴，即能将 ng/g 含量级的贵金属沉淀完全。

2.8 防止钨、钕挥发

钨、钕易氧化挥发，因此在熔融时一直保持在还原气氛中进行，通过还原剂的加入，还原覆盖剂的隔离，让钨、钕难于氧化成高价。同时，通过熔矿温度的控制、采用闪速熔炼(可能在物料融化后，钨、钕活度降低而不再挥发)可取得较好的效果。在溶解试金扣的过程中，采用加有分冷管的锥形瓶溶解贵金属滤渣^[5]，避免了钨、钕的损失。分别采用

同位素稀释法^[8]与本法对部分化探及黑色岩实际样品中元素钨进行了测定，结果比对见表 6。

表 6 不同方法测定钨元素含量

Tab.6 Os content determinated by different methods /(ng/g)							
样品 编号	同位素 稀释法	本法	RSD /%	样品 编号	同位素 稀释法	本法	RSD /%
524026	0.012	0.018	40	5240044	0.248	0.335	30
524027	0.021	0.024	13	5240045	0.061	0.071	15
5240028	0.021	0.017	-21	5240047	0.031	0.036	15
5240029	0.036	0.026	-32	5240048	0.03	0.024	-22
5240030	0.032	0.018	-56	5240049	0.023	0.023	0
5240031	0.03	0.038	24	5240050	0.084	0.097	14
5240032	0.024	0.017	-34	5240051	1.23	1.27	3
5240033	0.066	0.058	-13	HN-H-1	8.77	8.69	-1
5240034	0.228	0.191	-18	HN-H-2	1.56	1.84	16
5240035	0.022	0.034	43	HN-H-3	12.72	11.67	-9
5240037	0.023	0.027	16	HN-H-4	1.9	1.84	-3
5240038	0.03	0.023	-26	HN-H-5	0.58	0.73	23
5240039	0.031	0.035	12	HN-H-6	58.01	59.86	3
5240040	0.015	0.024	46	HN-H-7	0.92	1.03	11
5240041	0.014	0.018	25	HN-H-8	1.88	2.00	6
5240042	0.026	0.032	21	HN-H-9	1.45	1.76	19
5240043	0.014	0.012	-15	HN-H-10	16.1	15.82	-2

从表 6 可见，本法与同位素稀释法的测定结果可比性好，满足《地质矿产实验室测试质量管理规范》(DZ/T0130-2006)对贵金属测定的要求。

2.9 等离子体质谱测定钨的稳定性

ICP-MS 测定不同价态钨、钕的络离子的灵敏度有差异，尤其是钨元素，测定时钨(VIII)的灵敏度最高。测定前必须把标准溶液转化为同待测溶液同样状态的络合物，才能进行比较，否则会产生严重误差。将盐酸、硝酸、王水、逆王水介质的钨标准溶液放置 10 天，测定其中钨含量，结果列于表 7。

表 7 标准溶液放置 10 天后测定的 Os 浓度 /(ng/mL)

介质	标准溶液						
	0.05	0.1	0.2	0.5	1	3	5
盐酸	0.04	0.026	0.13	0.46	0.60	2.28	3.01
硝酸	0.05	0.043	0.15	0.21	0.96	2.88	3.90
王水	0.045	0.09	0.17	0.45	1.1	2.89	4.80
逆王水	0.045	0.11	0.19	0.49	0.96	3.01	5.0

由表 7 可见,放置 10 天后,逆王水介质中的标准溶液测定值变化最小,王水介质中变化也较小。考虑到其它贵金属元素在王水介质中测定最稳定,本实验仍然选择王水介质进行测定。

2.10 方法检出限、精密度和回收率

以全流程试验方法进行 12 次空白试验测定,以其结果的 3 倍标准偏差与空白值之和计算各元素的

检出限。按照试验方法,对 6 个铂族元素矿石成分分析标准物质中金及铂族元素、2 个银矿石成分分析标准物质中银元素平行测定 12 次,考察方法的精密度和准确度。选取 1 个黑色岩样品,加入 3 种不同浓度的贵金属元素标准混合液,进行全流程回收率试验。随机抽取 1 个黑色岩样品,按本法进行贵金属元素测试方法精密度试验,结果见表 8。

表 8 各元素的方法检出限

Tab.8 The detection limits of the elements											/(ng/g)
元素	空白溶液(n=12)			标准物质(n=12)			加标回收(n=2)			实际样品(n=12)	
	平均 值/(ng/g)	标准偏差/ (ng/g)	检出限 c _L /(ng/g)	推荐值/ (ng/g)	测定 值/(ng/g)	RSD/%	本底 值/ng	加标量/ng	平均 回收率	平均值	RSD/%
Au	0.05	0.019	0.11	4.3, 45	4.46, 47.6	17, 5.6	840	300, 500, 1000	99%	238.1	9.2
Pt	0.04	0.018	0.09	58, 440	57.2, 416	3, 12.7	91.5	30, 60, 90	97%	244	11.7
Pd	0.05	0.019	0.11	60, 568	59.9, 586	10.2, 11	58.5	30, 50, 100	94%	236.2	11.5
Os	0.008	0.0039	0.020	2.4, 15.6	2.20, 13.9	11.5, 12.6	130.5	30, 50, 100	90%	71.5	17.7
Ru	0.008	0.0031	0.017	2.5, 13	2.89, 14.8	24, 16	177	30, 50, 100	99%	4.2	11.9
Rh	0.008	0.0029	0.017	4.3, 22	4.67, 23.9	7.7, 4.8	18	30, 50, 100	96%	12.4	10.5
Ir	0.008	0.0031	0.017	4.7, 28	4.88, 26.1	9, 6.2	51	30, 50, 100	98%	6.1	11.8
Ag	17.3	3.5	27.8	3900, 5600, 18300	3800, 5400, 15500	16.3, 15.2, 11.4	1200	500, 1000, 1500	97%	6400	9.3

表 8 数据表明,本方法的检出限、精密度和回收率均可满足地质样品的分析要求,可以同时测定黑色岩中全部 8 个贵金属元素。方法已应用于相态分析研究工作中^[9]。

3 结论

本文建立了锡试金富集-电感耦合等离子体质谱测定黑色岩样品中全部 8 个贵金属元素的方法。以锡粉作捕集剂试金富集,用 HCl 溶解锡扣,过滤后用王水溶解沉淀物,ICP-MS 测定贵金属元素含量。通过对多批次黑色岩样品的实际测定,其检出限和精密度均能满足地质样品分析的要求。锡试金保持了铅试金操作简单、快速、富集倍数大的优点,克服了铅试金熔矿及灰吹过程中有毒,对人及环境产生污染的缺点。锡试金与 ICP-MS 联用,测定的准确度和精密度大大提高,拓宽了实际应用的范围。本方法对样品中碳和硫等强还原性物质的含量要求不高,且锡熔点低,易与贵金属元素形成合金,不仅适用于高含量还原性样品分析,通过调整配料配比,同样适用于地质其它多种岩石、矿物样品(包括难溶的铬铁矿样品)中贵金属元素的测定,并已在实

际工作中得到了应用。

参考文献:

[1] 范德廉,张涛,叶杰,等. 中国的黑色岩系及有关矿床[M]. 北京: 科学出版社, 2004: 4-5.

[2] 王登红,骆耀南,屈文俊,等. 中国西南铂族元素矿床地质、地球化学与找矿[M]. 北京: 地质出版社, 2007: 93-95.

[3] 赵素利,张欣,温宏利,等. 铈试金富集-电感耦合等离子体质谱法测定黑色页岩中的铂族元素[J]. 岩矿测试, 2011, 30(4): 723-726.

ZHAO S L, ZHANG X, WEN H L, et al. Determination of the platinum group elements in black shale by inductively coupled plasma-mass spectrometry with nickel sulphide fire-assay[J]. Rock and mineral analysis, 2011, 30(4): 723-726.

[4] 王君玉,毋喆,胡家贞,等. 黑色岩系样品中铂族元素的分析方法[J]. 黄金, 2011, 31(7): 723-726.

WANG J Y, WU Z, HU J Z, et al. Analysis method of platinum group elements in black rock samples[J]. Gold , 2011, 31(8): 723-726.

- [5] 王君玉, 孙自军, 袁润蕾, 等. 锡试金富集-电感耦合等离子体质谱法测定黑色页岩中的铂族元素[J]. 理化检验: 化学分册, 2013, 49(8): 22-27.
WANG J Y, SUN Z J, YUAN R L, et al. ICP-MS determination of platinum metals in black shale enriched by tin fire assay[J]. PTCA (Part B: Chem Anal), 2013, 49(8): 22-27.
- [6] 唐志中, 王君玉, 孙红林, 等. 锡试金富集—ICP-MS同时测定地质样品中的金铂钯[J]. 贵金属, 2013, 34(2): 51-55.
TANG Z Z, WANG J Y, SUN H L, et al. Determination of Au, Pt and Pd in geological samples by inductively coupled plasma mass spectrometry with tin fire assay[J]. Precious metals, 2013, 34(2): 51-55.
- [7] 李志伟, 郝胜涛, 孙自军, 等. 锡试金-电感耦合等离子体质谱法测定铬铁矿石中铂族元素[J]. 冶金分析, 2014, 34(3): 7-12.
LI Z W, HAO S T, SUN Z J, et al. Determination of platinum group elements in chromite by inductively coupled plasma mass spectrometry with tin fire assay[J]. Metallurgical analysis, 2014, 34(3): 7-12.
- [8] 国家地质实验测试中心. 地球化学样品中贵金属分析方法 第7部分: 铂族元素量的测定 镍钨试金-电感耦合等离子体质谱法: GB/T17418.7-2010[S]. 北京: 中国标准出版社.
- [9] 闫红岭, 连文莉, 来新泽, 等. 白云岩和石英岩型铂族矿床中铂钯金的相态分析[J]. 贵金属, 2016, 37(1): 56-62.
YAN H L, LIAN W L, LAI X Z, et al. Phase analysis of Pt, Pd and Au in dolomite and quartzite type PGE deposits[J]. Precious metals, 2016, 37(1): 56-62.

《贵金属》征订启事

《贵金属》季刊, 大16开, 每期约90页, 每期15元, 全年60元, 海外订户全年40美元(均含邮费)。可按以下2种方式订阅(详见《贵金属》编辑部网站“公告通知”及“联系我们”栏目):

- 银行汇款: 开户银行: 云南省工行营业部; 户名: 昆明贵金属研究所; 账号: 2502 0103 0902 0106 938。
- 邮局汇款: 650106, 昆明市高新技术开发区科技路988号 贵金属编辑部(收)

欢迎国内外相关专业的专家、学者、科研人员、大专院校师生以及科研院所和企业单位赐稿、订阅。

《贵金属》订阅回执(此表长期有效, 可复制或自行编制)

年份	单价/(元/本)	全年 4 期价格/元	联系人	
现刊订阅	15.00	60.00	电话（手机）	
2010~2015	20.00	80.00	E-mail	
1980~2009	25.00	100.00	邮政地址/邮编	
增刊	200.00			
订刊内容：_____年____期~____期			汇款方式：银行□/邮局□，汇款金额：_____元	

联系电话: 0871-68328632

联系邮箱: bjba@ipm.com.cn 或 gjsz@chinajournal.net.cn

《贵金属》网站: <http://www.j-preciousmetals.com> 或 <http://journal.ipm.com.cn>