

使用 EDX 和 XRD 分析铜精矿

01-00104-CN

小川 理绘、漆崎 文斋

使用益处

- ◆ 使用 EDX 时，只需进行简单的预处理，即可在无损的情况下在短时间内完成元素定性。
- ◆ 借助 EDX 提供的元素信息，可帮助 XRD 更加准确地鉴定矿物。
- ◆ 借助 XRD 提供的元素化合物状态，可以提高 EDX 定性定量分析的精度。

前言

从矿床中开采出来的铜矿石，其铜含量约为 1%，通过破碎和磨矿等称为选矿的工序精炼为品位约为 20% 至 40% 的铜精矿。在冶炼厂提炼铜精矿，即可将铜的品位提高到近 99%。

铜矿石除了含铜矿物外，还含有各种矿物质。尽管可以利用 EDX 对元素定性定量，但无法识别其化合物形态或鉴定矿物。通过结合 EDX 元素信息并检索 X 射线衍射数据库，可以鉴定出铜矿石和经过选矿后的残渣中所含的矿物，并获得有用的信息，以用于下一道工序。此外，利用 X 射线衍射得到的化合物状态信息，可以使 EDX 的定性定量结果更加准确。

样品

图 1 为 2 份样品的照片。样品①为铜精矿粉末，样品②为铜矿经过选矿后的残渣。



样品①（铜精矿粉末）

样品②（铜矿经过选矿后的残渣）

图 1 样品照片

样品预处理

预处理样品时，将粉末样品在 110°C 的温度下加热 2 小时，直至其干燥，然后在研钵中研磨均匀。

将用于 EDX 分析的样品置于覆盖有 5 μm 厚的聚丙烯薄膜的样品容器中，轻轻压实进行测定。

用于 XRD 分析的样品要填入铝样品池中，压平后进行测定。图 2 为制备好的样品照片。

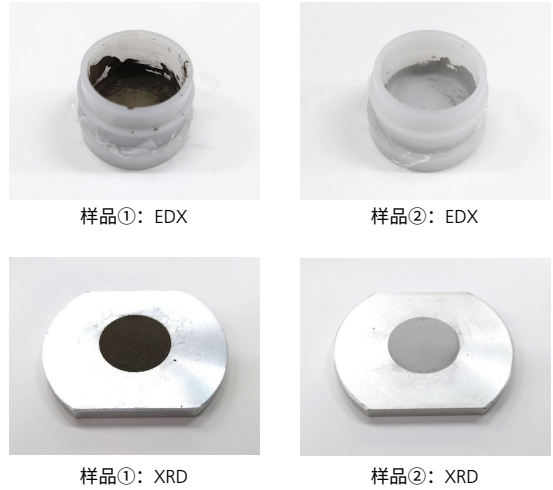


图 2 样品预处理

1. EDX 定性分析

元素

待鉴定元素为 11Na ~ 92U。

EDX 定性分析结果

利用 EDX 进行定性分析。

为了获得 XRD 定性分析所需的元素信息，简单地将化合物形态假设为氧化物，并使用基本参数 (FP) 法进行定量分析。表 1 所示为各样品中含量最多的 10 个元素

表 1 含量最多 10 个元素

样品名	元素
样品①	S、Fe、Zn、Cu、Si、Ca、Al、Mg、Pb、K
样品②	Si、Al、S、Fe、Mg、K、Zn、Cu、Ca、Ba

2. XRD 定性分析

■ XRD 测定

铜矿石由多种矿物构成。X 射线衍射仪 (XRD) 可有效鉴定这些矿物。使用 X 射线衍射仪 XRD-6100 对样品①及样品②的粉末进行测定。XRD-6100 上安装有 5 位样品自动更换台, 将装好粉末的铝样品池放置到设备上。安装状态如图 3 所示。此外, 表 4 所示为测定条件。

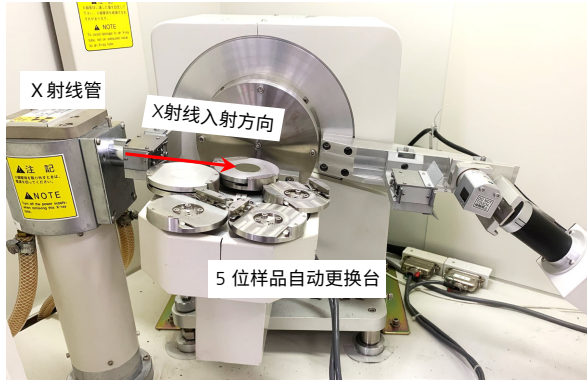


图 3 XRD-6100 上安装附件及样品的状态

■ X 射线衍射图和定性分析

图 4 所示为样品①及样品②的 X 射线衍射图。

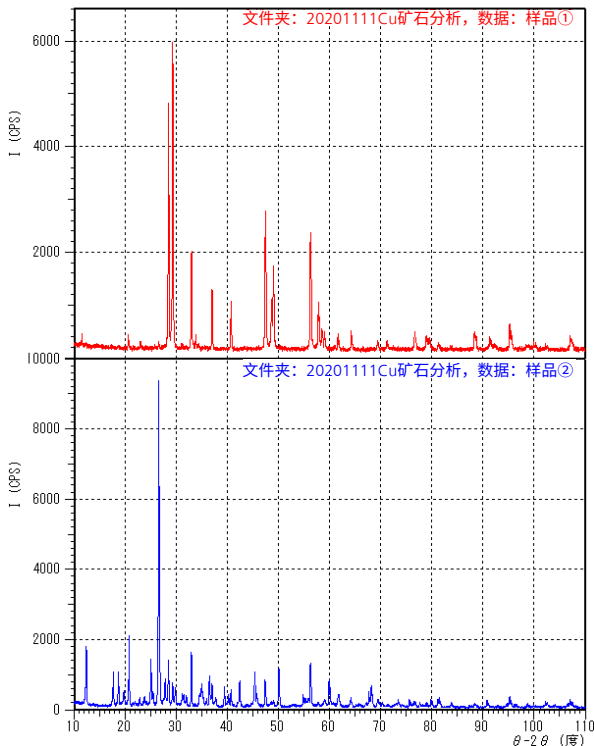


图 4 样品① (上段) 及样品② (下段) 的 X 射线衍射图

在 XRD 定性分析中, 如果在不限定元素的情况下检索数据库, 则可能会搜到晶系接近但元素组成不同的物质作为候选物相。因此, 为了获得正确的检索结果, 搜索前限定元素信息非常重要。

本次使用 EDX 获得的定性分析结果 (表 1), 通过定性分析软件将其登记为有效元素, 并使用 ICDD (International Centre for Diffraction Data) 的 PDF2 数据库进行检索。另外添加了 EDX 无法检测到的 H 和 O 两个元素。图 5、6 所示为定性分析结果。

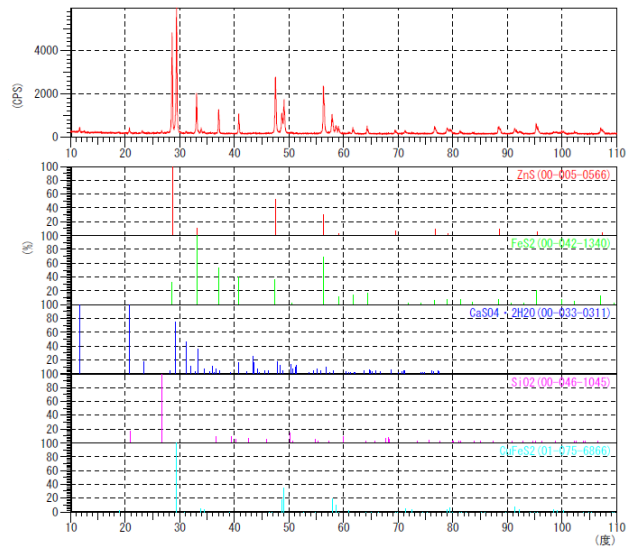


图 5 样品①定性分析检索结果

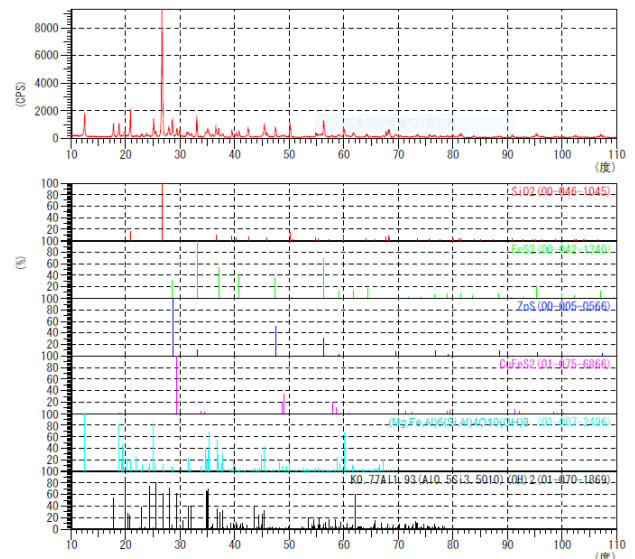


图 6 样品②的定性分析检索结果

表 2 所示为所含矿物列表和基于 RIR 法的简易定量值。样品①中存在大量的闪锌矿 (Sphalerite)、黄铁矿 (Pyrite)、黄铜矿 (Chalcopyrite) 等金属硫化物, 并含有少量的石膏 (Gypsum) 和石英 (Quartz)。样品②中存在大量的硅酸盐矿物石英 (Quartz)、斜绿泥石 (Clinocllore) 和白云母 (Muscovite), 硫化物矿有黄铁矿 (Pyrite) 以及少量闪锌矿 (Sphalerite) 和黄铜矿 (Chalcopyrite)。

表 2 所含矿物列表

样品名	组分		定量值 (RIR法)
样品①	ZnS	闪锌矿 (Sphalerite)	36
	FeS ₂	黄铁矿 (Pyrite)	37
	CaSO ₄ · 2H ₂ O	石膏 (Gypsum)	3
	SiO ₂	石英 (Quartz)	1
	CuFeS ₂	黄铜矿 (Chalcopyrite)	23
样品②	SiO ₂	石英 (Quartz)	35
	FeS ₂	黄铁矿 (Pyrite)	13
	ZnS	闪锌矿 (Sphalerite)	4
	CuFeS ₂	黄铜矿 (Chalcopyrite)	1
	(Mg, Fe, Al) ₆ (Si, Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈	斜绿泥石 (Clinocllore)	35
	KAl ₂ (Si, Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₂	白云母 (Muscovite)	11

(单位: wt%)

3. EDX 定量分析

EDX 定性定量分析结果如图 7、8 所示。

从 XRD 分析结果来看, Mg、Al、Si 和 K 主要以氧化物形式存在, Fe、Cu 和 Zn 以硫化物形式存在, Ca 以硫酸盐形式存在。

因此, 对于前述 EDX 的元素测量结果, 假设 Mg、Al、Si 和 K 的化合物形式为氧化物, 使用 FP 方法进行了定量分析。

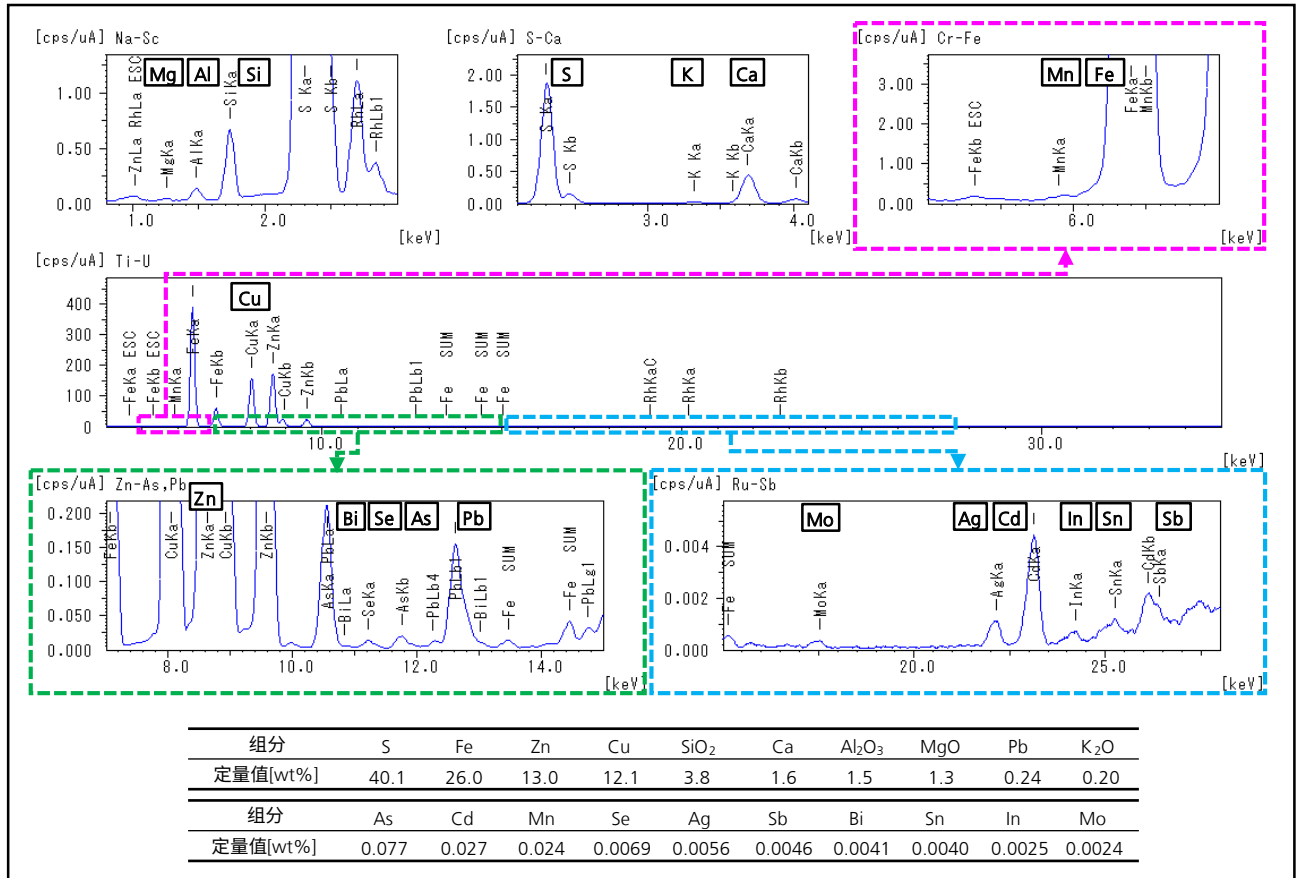


图 7 样品①的定性定量分析结果

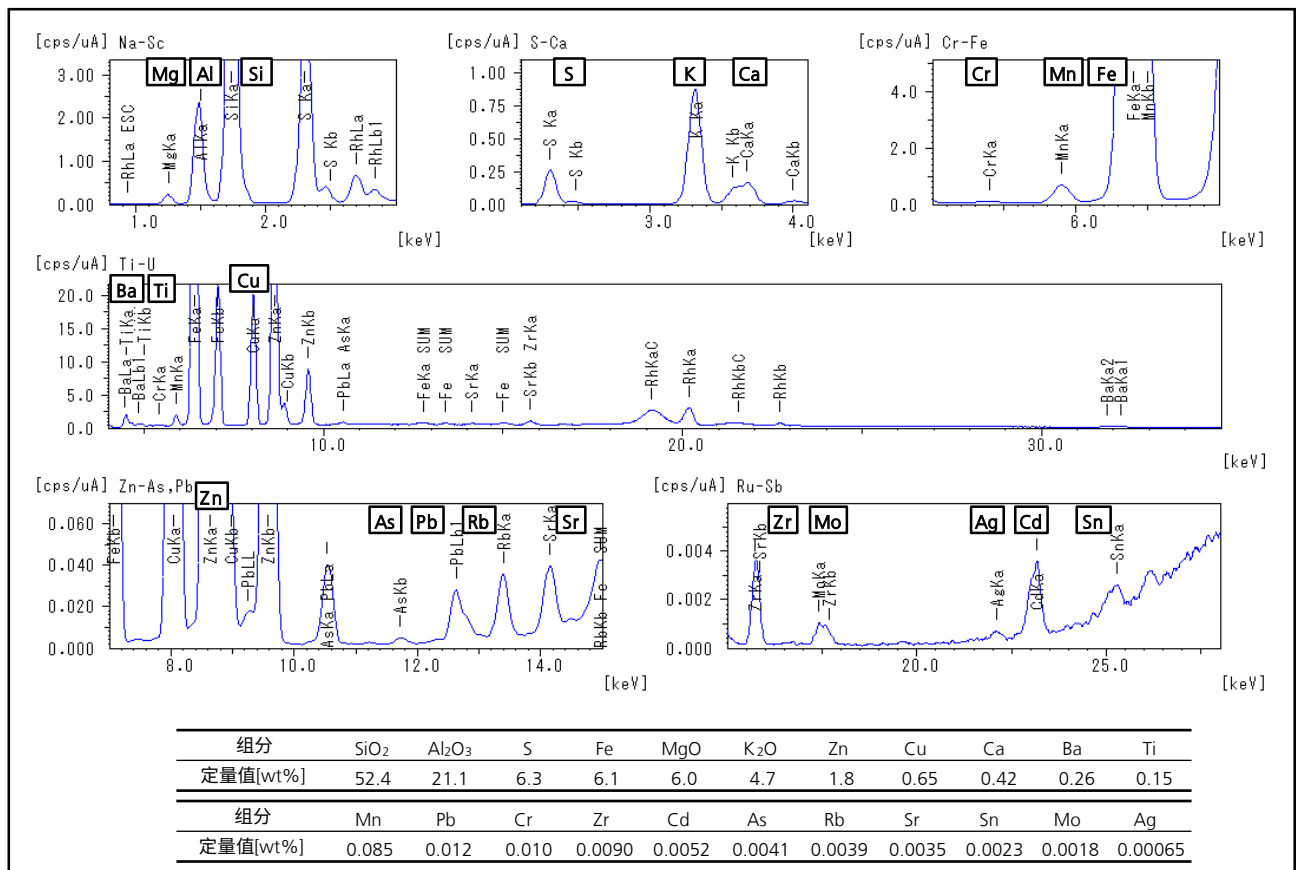


图 8 样品②的定性定量分析结果

■ 测定条件

表 3 EDX 测定条件

装置	: EDX-7000
元素	: Na-U
分析组	: 定性定量
检测器	: SDD
X 射线管	: Rh 靶
管电压	: 50 [kV] (Ti-U) (Cr-Fe) (Zn-As, Pb) (Ru-Sb), 15 [kV] (Na-Sc) (S-Ca)
管电流	: Auto [μA]
准直管	: Φ10 [mm]
一次滤光片	: Non (Ti-U) (Na-Sc), #2 (S-Ca), #3 (Cr-Fe), #4 (Zn-As, Pb), #1 (Ru-Sb)
气氛	: 真空
积分时间	: 60 [秒] × 6 通道
死时间	: 最大 30 [%]

表 4 X 射线衍射仪的定性分析测定条件

装置	: XRD-6100
X 射线管	: Cu 靶
Kβ 过滤	: 单色器
检测器	: 闪烁探测器
附件	: 5 样品自动更换台
电压 - 电流	: 40 kV-40 mA
狭缝条件	: DS=1 度, SS=1 度, RS=0.3 mm
测定模式	: θ-2θ 连续扫描
测定速度	: 2 度 / 分钟
测定步长	: 0.02 度
角度范围	: θ-2θ=10-110 度
旋转	: 60 转 / 分钟

■ 结论

利用 EDX 和 XRD 对选矿前后铜矿石中的成分和化合物形态作了分析。

借助 EDX 定性分析中获得的所含元素信息, 可使得 XRD 物相检索结果更准确。此外, 借助 XRD 定性分析获得的化合物信息, 可使得 EDX 元素定量分析更准确。

根据这些结果, 利用 EDX 和 XRD 可以有效地分析选矿前后的铜矿石。

< 参考文献 >

富田 坚二: 工业原料矿物选矿手册、共立出版 (1966)

关口 晴男: X 射线衍射法在药物方面的应用、岛津评论、Vol.52 [2] (1995)

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 3 月