

岛津电子探针 EPMA 快速判定钴产品成分

EPMA-074

摘要：钴的生产工艺流程复杂，存在大量的产品业态及应用场景，对各类钴产品进行准确、快速的成分判定具有重要的意义。本文利用岛津电子探针，对某钴粉颗粒进行了定量，并利用岛津 XRD 物相鉴定对定量结果进行了验证，结果表明岛津 EPMA 可实现对包括超轻元素在内的各元素进行准确定量。

关键词：钴粉 准确定量 EPMA

技术特点：

- ❖ 岛津电子探针 EPMA 对钴粉中包括超轻元素在内的多元素定量测试具有较高的准确度；
- ❖ 使用岛津 XRD 衍射仪对该钴粉进行了物相鉴定，相互印证了测试数据的可靠性。

钴，具有良好的耐高温、耐腐蚀、磁性性能、电化学性能，广泛应用于高温合金、硬质合金、磁性材料、陶瓷颜料、催化剂、电池等行业，尤其近年来随着全球移动电子产品、新一代电动汽车的销售快速增长，得益于以钴酸锂、三元材料（NCM、NCA）为代表的锂电池正极材料的优良性能表现，钴产品的消费市场进一步拓大。

钴的生产工艺流程复杂，钴矿石经过研磨、浸出和萃取等工序，产成含钴 15~25% 的钴精矿，钴精矿再经过火法或湿法精炼工艺得到包括氯化钴、硫酸钴、碳酸钴、草酸钴、钴氢氧化物、钴氧化物等在内的各类钴产品。其中，氯化钴是制备四氧化三钴和钴酸锂的中间品，另外可作为陶瓷行业的着

色剂使用；硫酸钴是锂电池三元正极材料前驱体的关键原材料；碳酸钴主要用作催化剂、伪装涂料的颜料及生产氧化钴的原料；草酸钴主要用于指示剂、催化剂及金属钴粉的制备；氢氧化钴主要用于制作橡胶粘剂及制备四氧化三钴；钴氧化物中的氧化钴（ Co_2O_3 ）主要用于制造搪瓷釉料、磁性材料及电子元器件原料，四氧化三钴（ Co_3O_4 ）主要用于合成锂离子电池正极材料钴酸锂，而氧化亚钴（ CoO ）则主要用于制造镍氢、镍镉电池正极材料。

钴的产业链存在大量的初级品、中间品、终端品业态及不同的应用场景，因此，对各类钴产品进行准确、快速的成分判定显然对于产品质量评价、工艺控制及优化具有重要的意义。

■ 仪器

岛津 EPMA-8050G 场发射型电子探针显微分析仪



■ 结果与讨论

对某钴粉样品，利用碳水胶包埋于铜箔并进行氩离子抛光，获得颗粒横断面后，利用岛津电子探针进行测试。图1为该样品二次电子像（SEI、6000×），选择较为表面平整的颗粒（图1中黄色数字标识处）进行微区成分定性分析及定量分析，定性分析谱图见图2，定量结果见表1（mass%）。

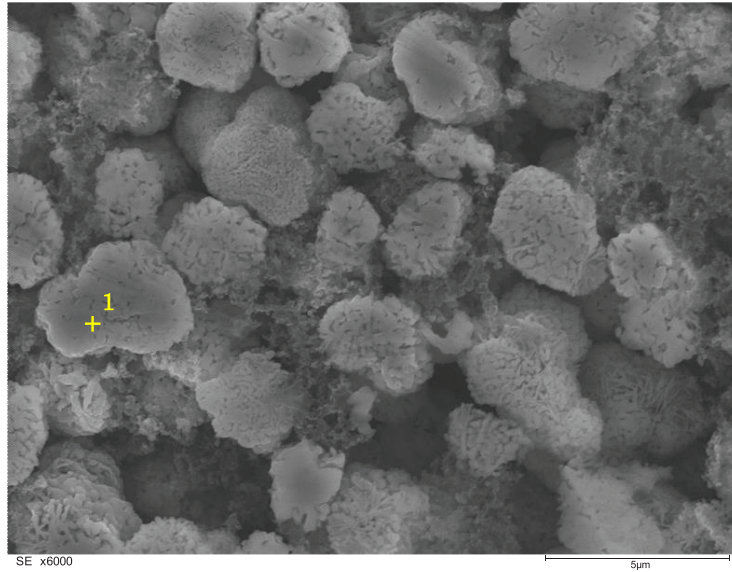


图1 某钴粉样品二次电子像（SEI、6000×）

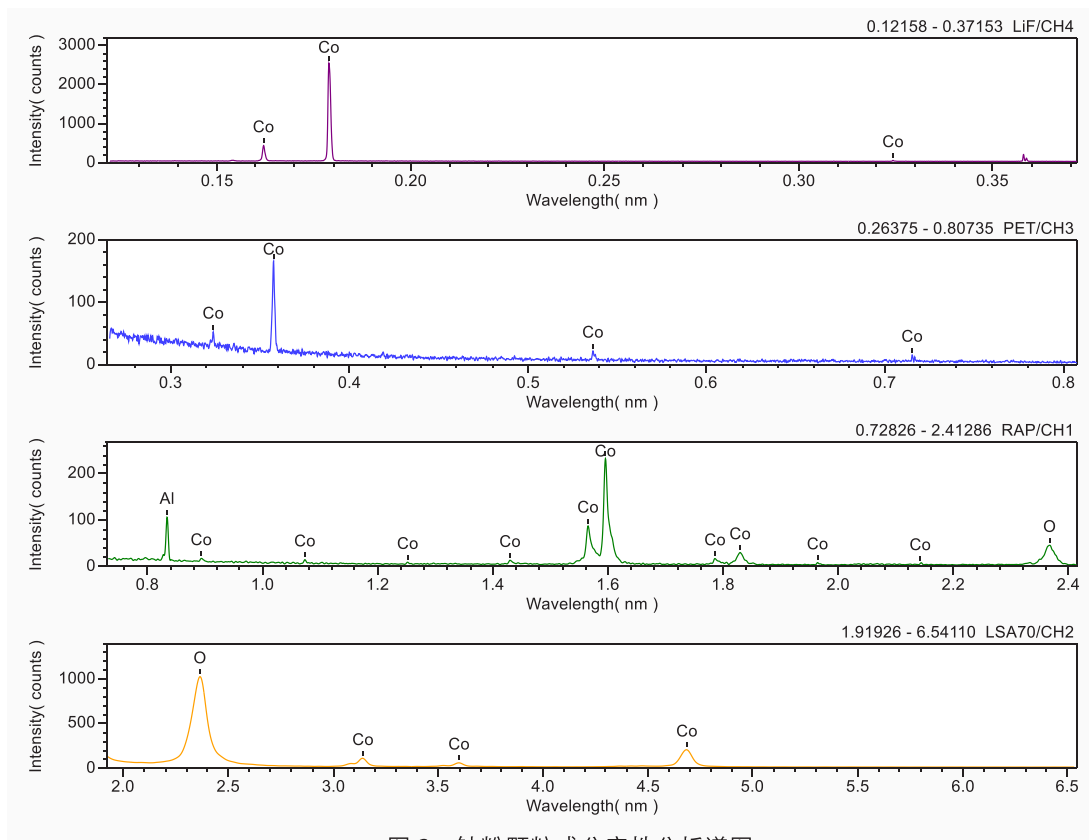


图2 钴粉颗粒成分定性分析谱图

表 1 钴粉颗粒定量分析结果 (mass%)

样品名称	O	Al	Co	Total
钴粉颗粒	26.88	0.42	72.61	99.91

定量结果显示，颗粒主要元素为 Co、O，含有微量的 Al，非归一化总量达到了 99.91%，表明定量结果总的绝对误差为 $100\% - 99.91\% = 0.09\%$ ，误差非常小。进一步将表 1 中各元素定量结果转换为 mol% 显示，结果列于表 2。

表 2 钴粉颗粒定量分析结果 (mol%)

样品名称	O	Al	Co	Total
钴粉颗粒	57.39	0.53	42.08	100

依据表 2 中 Co、Al 的摩尔含量（暂不考虑微量的 Al 元素的赋存状态），计算两者摩尔比约为 $42.08\% / 57.39\% = 0.73$ ，基本与四氧化三钴 (Co_3O_4) 中钴氧比相当，因此，基本可判定该钴粉颗粒为四氧化三钴。

利用岛津 XRD-7000 型衍射仪，对该钴粉进行物相分析，图 3 为该钴粉衍射谱图及物相鉴定结果。图 3 物相鉴定结果表明，该钴粉确为 Co_3O_4 ，进一步佐证了岛津 EPMA 定量结果的准确、可靠。

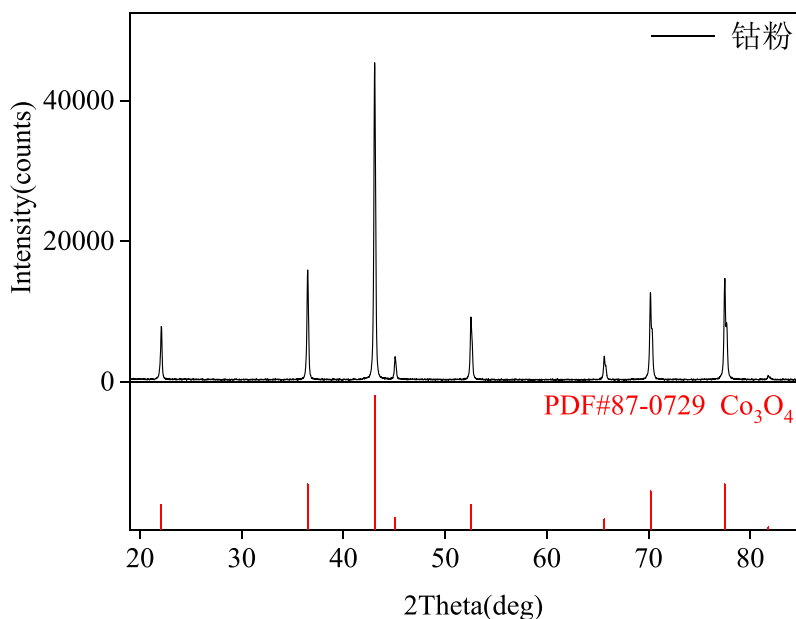


图 3 钴粉衍射谱图及物相鉴定结果

XRD 物相鉴定结果未发现其它杂相存在，推测 EPMA 检出的微量 Al 元素应该是以掺杂的形式存在于四氧化三钴结构中，即 Al 原子取代了部分 Co 原子晶格位置，这应该也是 EPMA 定量结果中 Co、O 比略低于理论的一个可能因素。

■ 结论

本文利用岛津电子探针，通过对某钴粉颗粒中包括超轻元素 O 在内的各元素进行了精确定量，定量结果中 Co、O 元素摩尔比显示该钴粉应为四氧化三钴。为验证 EPMA 定量结果的可靠性，利用岛津 XRD 衍射仪对该钴粉进行了物相鉴定，鉴定结果表明该钴粉确为四氧化三钴，表明岛津电子探针通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，可实现对包括超轻元素在内的元素进行准确定量。类似的分析，可拓展用于钴产业链各相关产品的成分判定，并为产品质量评价、工艺控制及优化提供科学可靠的指导。

岛津应用云

