



Особенности определения содержания меди, цинка и свинца в продуктах переработки полиметаллических руд методом рентгенофлуоресцентного анализа

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) представляет собой метод анализа химических элементов, основанный на выделении наиболее интенсивных линий вторичного рентгеновского спектра, известного как спектр рентгеновской флуоресценции. Этот метод представляет собой неразрушающий подход к многоэлементному качественному и количественному анализу.

Образцы для анализа могут включать как жидкие, так и твердые вещества, последние могут иметь различную консистенцию. Метод обеспечивает широкий диапазон определения содержания элементов от 10^{-4} до 100 масс. % с удовлетворительной инструментальной точностью. Важно отметить простоту подготовки образцов и стандартов для проведения анализа.

Рентгеноспектральные методы по мере появления современной аппаратуры, все шире применяются в геологических, минералогических и геохимических исследованиях.

Определение содержания меди, цинка и свинца в полиметаллических рудах методом рентгенофлуоресцентного анализа рассматривается на примере технологических продуктов переработки в лабораторных условиях полиметаллических руд месторождения Хандиза (Узбекистан).

Полиметаллические руды – комплексные руды, содержащие целый ряд химических элементов, среди которых основные свинец, цинк, медь, и сопутствующие золото, серебро, кадмий, иногда висмут.

Продукты переработки полиметаллических руд – это технологические пробы, полученные путем флотационных опытов, проводимых в лаборатории.

Диапазон концентраций меди, свинца и цинка в продуктах переработки руды Хандизинского месторождения представлен очень широко: Cu: 0,05 – 25%, Pb: 0,2 – 45%, Zn: 3,0 – 60%. Наполнителем матрицы в пробах преимущественно является SiO₂.

Химический состав большинства проб показывает высокую разницу концентраций одного или нескольких из основных определяемых элементов, например, имеем высокое содержание меди на фоне низких концентраций цинка и свинца, высокое содержание цинка и свинца при низкой меди. Поэтому при измерении продуктов полиметаллических руд методом рентгенофлуоресцентного анализа возникает необходимость построения отдельных калибровочных кривых по каждому основному определяемому элементу.

Для построения калибровочных кривых выбрали сорок пять проб с различными концентрациями основных компонентов в пробе. Химический анализ данных проб был проведен в аккредитованной аналитической лаборатории.

Пробы на РФА поступали в виде порошка крупностью менее 44 мкм. Порошок насыпали в кюветы с полипропиленовой пленкой толщиной 5 мкм. В процессе пробоподготовки особое внимание уделялось представительности и гомогенности образцов.

Программное обеспечение энергодисперсионных спектрометров предусматривает цифровую обработку профилей полученных спектров (измерение интенсивности пиков по площадям с разделением контуров, автоматическую и ручную коррекцию фона с аппроксимацией несколькими ручными функциями).

На первом этапе работы были построены исходные калибровочные кривые на медь, свинец и цинк. Для их построения выборка проб производилась с учетом всего диапазона измеряемых концентраций. Измерение проб проводилось при следующих условиях: среда – атмосфера воздуха, напряжение на рентгеновской трубке 45 кВ, ток 300 мкА, диаметр коллиматора 8 мм, время измерения 100 секунд. При определении элементов использовались

следующие аналитические линии Cu K α , Zn K α , Pb L α 1.

По измеренным значениям интенсивности для каждого определяемого элемента был построен аналитический график зависимости интенсивности от концентрации $I=f(Ca)$. Разброс точек на этом графике определяется влиянием концентрации определяемого элемента в матрице пробы на интенсивность аналитической линии и характеризует правильность результатов РФА проб данного продукта.

Спектральные линии меди, свинца и цинка находятся рядом или накладываются друг на друга, тем самым искажая результат. Следовательно, интенсивность вторичного (характеристического) рентгеновского излучения при выходе с поверхности пробы изменяется в соответствии со степенью их воздействия. Даже если количество элемента в анализируемой пробе не изменяется, интенсивность рентгеновского излучения может измениться, а калибровочная кривая отклониться.

На втором этапе исходные калибровочные кривые каждого элемента были ориентировочно разбиты на три участка: первый - «хвосты», низкие содержания определяемого элемента; второй - «промпродукты» это область содержаний основного элемента выше, чем у «хвостов», и третий - «концентраты» область с высокими концентрациями определяемого элемента.

Выбор данных областей обуславливался положением точек на исходной калибровочной кривой, т.е. точки, в выбранной области графика, должны преимущественно иметь линейную зависимость. Также должно выполняться условие перекрывания (наложения) пограничных областей соседних графиков.

Затем производится измерение интенсивности проб входящих в каждый из трех участков для каждого элемента с целью построения новых калибровочных кривых. В нашем случае для определения содержаний меди, свинца и цинка необходимо получить девять графических зависимостей интенсивности от концентрации определяемого элемента. Для повышения достоверности результатов измерений число графических зависимостей можно увеличить, создав отдельные графики с предельно высокими и предельно низкими концентрациями элементов в пробе.

Как следствие, для определения концентраций меди, цинка и свинца, необходимо будет измерять образец минимум по трем калибровочным кривым. В связи с этим увеличивается общее время измерения одной пробы, но значительно повышается точность определения содержаний меди, цинка и свинца в пробе.

Ввиду того, что рентгеновские спектрометры – это как правило, универсальные аналитические приборы широкого назначения, однозначное определение таких параметров, как предел обнаружения, воспроизводимость и правильность анализа, а так же производительность затруднительны, потому что зависят от свойств используемого прибора, конкретного анализируемого объекта, аналитической задачи и применяемой методики.

Использование РФА в лабораторных условиях позволяет ориентировочно произвести оценку химического состава любого продукта используемого или полученного в ходе проведения работ. Значительно увеличивает скорость получения результатов поставленных опытов, что дает возможность своевременно вносить изменения в данные проводимой исследовательской работы в целом.



СИБИРСКИЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ

www.sas24.ru

Красноярск
+7 (391) 258-09-23
sas@sas24.ru

Новосибирск
+7 (383) 335-96-35
dmg@sas24.ru

Москва
+7 (916) 503-50-59
avs@sas24.ru

Екатеринбург
+7 (922) 035-88-58
dnd@sas24.ru

Санкт-Петербург
+7 (905) 202-31-01
dsa@sas24.ru