

选矿产品矿物自动分析的光片制备

肖仪武 叶小璐 武若晨 李磊 方明山

(北京矿冶科技集团有限公司, 北京 102628)

摘 要 基于扫描电子显微镜的矿物自动分析仪(Quantitative Evaluation of Minerals by Scanning Electronic Microscopy)、MLA (Mineral Liberation Analyser) 和 AMICS (Advanced Mineral Identification and Characterization System)可用于测定选矿产品中目的矿物的粒度和单体解离度,为确定合理的磨矿细度以及优化选矿工艺流程提供依据。环氧树脂光片的制备是矿物自动识别和测量的最关键的一环,其代表性直接关系到后续数据测量的准确性和真实性。对于金属矿产品来说,由于选矿产品中矿物颗粒粗细不均、密度差异较大,在环氧树脂胶结固化过程中矿物颗粒会产生明显的分异作用并互相黏连,造成分析结果失真。实验证明,把样品与晶质石墨混匀,然后加入环氧树脂以及固化剂搅拌均匀倒入圆柱状模具进行冷镶嵌,待样品固化后再沿圆柱体的纵向进行切割,并对其切割面进行粗磨、细磨、精磨以及抛光,就可以制备出样品分散性好、分布均匀、表面光滑平整的具有代表性的环氧树脂光片。

关键词 选矿产品;矿物自动分析;环氧树脂光片;代表性

中图分类号:O652.4

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2020)02-0001-06

Polished Section Sample Preparation of Mineral Processing Products for Mineral Automatic Analysis

XIAO Yiwu, YE Xiaolu, WU Ruochen, LI Lei, FANG Mingshan

(BGRIMM Technology Group, Beijing 102628, China)

Abstract Mineral automatic analysis basing on scanning electron microscope, such as QEMSCAN (Quantitative Evaluation of Minerals by Scanning Electronic Microscopy), MLA (Mineral Liberation Analyser), and AMICS (Advanced Mineral Identification and Characterization System) can be used to study and measure grain size and liberation degree of target minerals in mineral processing products. Through these data, a reasonable suggestion for grind-fineness and mineral processing flowsheet can be provided. To achieve these aims, the step of sample polished section preparation is important, the representativeness of which is directly influence the veracity and authenticity of measurement results. For metallic ore, the mineral processing products are characteristic by variation of mineral grain size, density variation of different type minerals. In this situation, a differentiation process and conglutination may happen easily during the curing process of epoxy resin, which result a distortion of measurement data in following steps. This paper provides a sample preparation method to assure sample representativeness; a mixture of sample and crystal graphite were added into a mixing liquid which include epoxy resin and curing agent, and

收稿日期:2019-08-05 修回日期:2019-11-22

作者简介:肖仪武,男,教授,主要从事金属矿产资源可利用性评价、选矿流程缺陷工艺矿物学诊断技术以及工艺特征参数自动测量技术研究。E-mail:xywkl@sina.com

本文引用格式:肖仪武,叶小璐,武若晨,等. 选矿产品矿物自动分析的光片制备[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(2): 1-6.
XIAO Yiwu, YE Xiaolu, WU Ruochen, et al. Polished Section Sample Preparation of Mineral Processing Products for Mineral Automatic Analysis[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(2): 1-6.

then stir and pour into a cylinder mode. After solidification, a longitudinal cutting did to expose the longitudinal section. Then a process including a series of grinding steps and polishing were done focusing on this section. Through this method, it is possible to produce a representative polish section with smooth surface, samples in which are also with good dispersibility and balance distribution.

Keywords mineral process product; mineral automatic analysis; epoxy resin polish thin section; representativeness

前言

以 QEMSCAN、MLA 和 AMICS 为代表的基于扫描电子显微镜的矿物自动分析系统可用于选矿产品中目标矿物的粒度和解离度测量。在测量前,粉状产品需通过铸模模具进行固结制样。固结后的柱状样品,通过打磨抛光将矿物颗粒暴露,矿物自动分析系统就可以对这些矿物颗粒进行测量,获取相关的数据^[1-5]。

在整个制样的过程中,可能会产生两个问题:由于矿物相对密度差异造成的矿物分异和由于矿物相互堆积造成的矿物黏连。在这种情况下,样品所暴露出来的表面颗粒将无法代表整体样品的情况。这

将导致矿物自动分析系统在测量过程出现错误识别,最终给出完全错误的的结果。

为了解决这个问题,制作出具有代表性的光片样品,进行了相关的制样实验并最终提出了一套完整的制样方法。

1 材料和方法

1.1 样品

样品是一个铜铅锌矿产出的选矿产品样品,样品的主要化学成分见表 1。由表 1 可知,样品中铅的品位 8.31%,锌的品位 12.84%,铁的品位 8.27%,铜的品位为 1.87%,硫的品位为 17.07%。

表 1 样品的多元素分析

Table 1 Chemical analysis of sample

元素	Pb	Zn	Cu	Fe	S	Si	Ca	Mg	Al	K	Na
含量/%	8.31	12.84	1.87	8.27	17.07	18.37	0.74	0.83	1.71	0.38	0.18

通过显微镜观察,基于样品的化学多元素分析结果,计算出矿物组成及相对含量。该样品中的主要矿物成分为闪锌矿、方铅矿、黄铁矿和黄铜矿。脉石矿物主要为石英,适量的高岭石、白云石和正长石,微量的斜长石、方解石和其它矿物。矿物组成及相对含量详见表 2。

表 2 矿物组成及相对含量

Table 2 Mineral composition and relative content

矿物	含量/%	矿物	含量/%
闪锌矿	19.14	正长石	2.71
方铅矿	9.59	高岭石	6.82
黄铁矿	14.20	白云石	6.30
黄铜矿	5.43	方解石	0.80
石英	34.12	其他	0.68
斜长石	0.21		

1.2 制样材料和方法

为了将样品制成柱状光片用于测量,使用树胶作为制样基底,苯甲醇作为稀释剂,乙二胺作为固化剂。

为了解决颗粒的黏连问题,片状矿物石墨被加入以便分割颗粒。选择石墨的原因是因为在自动测量前,为了确保样品的导电性将会对样品表面进行喷碳处理。由于石墨的化学成分也是碳,所以测量

时石墨会被掩盖,无法显示,将不影响自动测量的矿物识别。

光学显微镜和 MLA 矿物自动分析系统被用于观察样品的情况。

1.3 实验

样品的制样实验流程如下:

1)制模:6 份相同的粉末样品(标号为 1~6)分别放入模具中,并分别加入 10 mL 的环氧树脂、2 mL 的稀释剂和 3 mL 的固化剂,之后室温下静止 12 h 待样品完全固结后取出。

2)细磨:使用物料细度在 40 μm 左右的磨料对观测表面进行细磨。

3)精磨:使用物料细度在 20 μm 以下的磨料对观测表面进行精磨。

4)砂纸打磨:使用砂纸对观测表面进行砂纸打磨。

5)抛光:将样品进行抛光。

为了观察样品的分异和黏连现象,对一个没有添加石墨的样品进行横切,以暴露出不同的表面,横切间距为 0.5 mm,共观测了 4 个横切面(图 1)。这 4 个观测面在观察前,都分别按照上述流程中 2~5 的步骤进行打磨抛光,以达到观察要求。

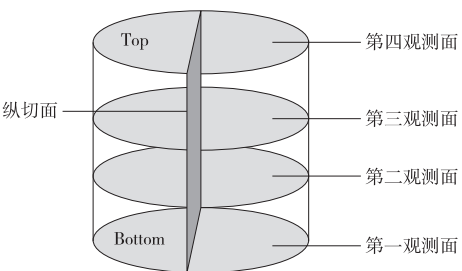


图 1 切面位置示意图
Figure 1 Position of different sections.

为了观察黏连现象并找出解决该问题的最佳石墨添加量,在 5 个样品中(标号分别为 2~6)分别加入 1、1.5、2、2.5 和 3 g 的石墨。

2 结果和讨论

2.1 矿物组成

样品的矿物组成相对密度见表 3。由矿物组成可知,样品中的金属矿物(如方铅矿、黄铜矿、闪锌矿和黄铁矿)以及脉石矿物之间存在着明显的相对密度差。在这种情况下,很容易发生由密度差导致的重力分异现象,造成底层的观测面无法代表全样品的真实情况,测量结果与真实情况出现误差。

表 3 样品中所含矿物的相对密度

Table 3 Relative density of minerals in sample

矿物	相对密度	矿物	相对密度
闪锌矿	3.9~4.2	斜长石	2.61~2.76
方铅矿	7.4~7.6	正长石	2.57
黄铁矿	4.9~5.2	高岭石	2.60~2.63
黄铜矿	4.1~4.3	白云石	2.85
石英	2.65	方解石	2.6~2.9

2.2 重力分异

图 2~5 展示了一个样品中不同的横切面上矿物种类的分布情况,这四幅图清楚地展现出矿物在样品沉降固结过程中出现的分异现象。

图 2 显示了样品第一观测面(底部面)上矿物颗粒的分布情况。在这个面上,金属矿物的比例明显高于脉石矿物的比例。矿物的粒度在 0.15~0.20 mm。

图 3 显示了第二观测面上矿物颗粒的分布情况。在这个面上金属矿物的比例仍大于脉石矿物的比例,但相比于图 2 的情况,可以观察到更多的脉石矿物,相对比例已明显上升。在这个面上,矿物的粒度在 0.10~0.15 mm。

图 4 显示了第三观测面上的矿物分布情况。在这个面上,矿物的粒度主要分布在 0.10~0.15 mm。

金属矿物的相对比例明显降低,一些重矿物(如方铅矿)的粒度明显变细。

图 5 显示了第四观测面(顶部面)的矿物分布情况。在这个面上,金属矿物的粒度基本都小于 0.1 mm。金属矿物的比例远远低于脉石矿物。金属矿物的粒度基本都在 0.1 mm 以下。金属矿物的相对含量,特别是重矿物(如方铅矿)的相对含量下降的特别明显。

图 2~5 不同观测面上矿物含量的变化说明了由于不同矿物的相对密度差异,在选矿产品的光片制备过程中必然会产生分异现象。在这种情况下,上述的任何一个面都无法完全代表全样品情况,如果采用它们进行测量,测量结果与实际结果必然存在误差。同时,在这些测量面中都可以观察到矿物的黏连现象。

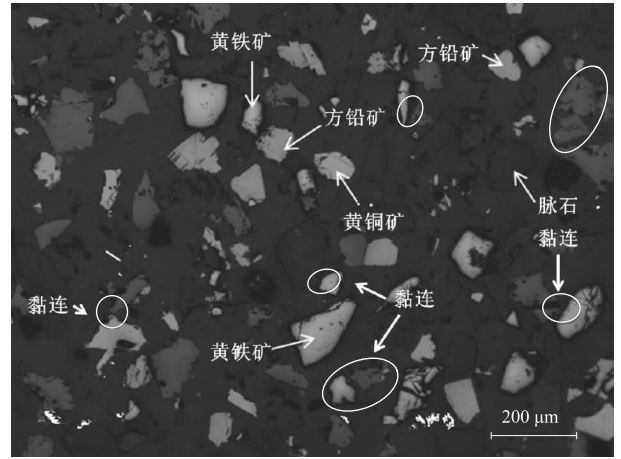


图 2 第一观测面内的矿物分布情况 光学显微镜 反光
Figure 2 Mineral distribution from the No. 1 cross section.
Optical microscope Reflect.

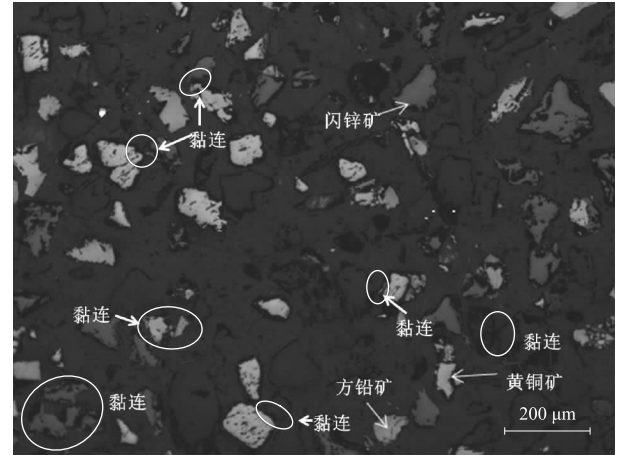


图 3 第二观测面内的矿物分布情况 光学显微镜 反光
Figure 3 Mineral distribution from the No. 2 cross section.
Optical microscope Reflect.

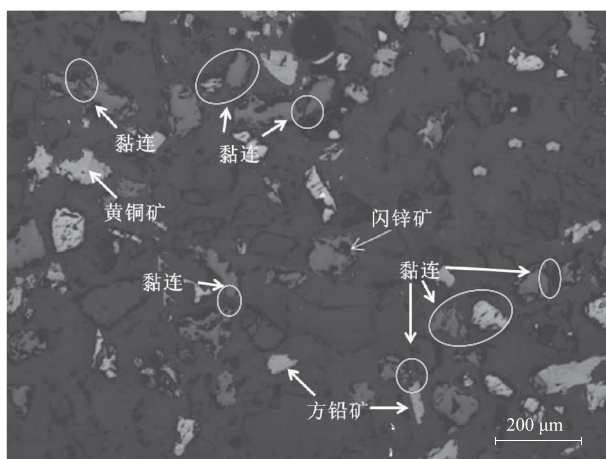


图4 第三观测面内的矿物分布情况 光学显微镜 反光
Figure 4 Mineral distribution from the No. 3 cross section.
Optical microscope Reflect.

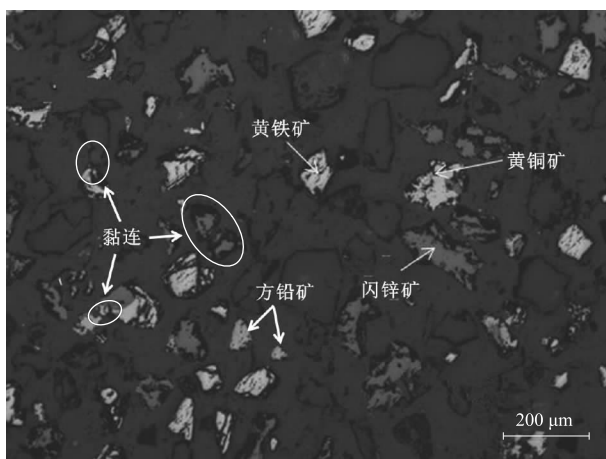


图5 第四观测面内的矿物分布情况 光学显微镜 反光
Figure 5 Mineral distribution from the No. 4 cross section.
Optical microscope Reflect.

因此,对样品进行纵切,暴露纵切面进行观测,以确认是否可以解决上述问题(图6)。

图6展示了样品纵切面的情况。这个面上清楚地显示出矿物的分异现象。如方铅矿、黄铜矿和黄铁矿这样的粗颗粒的重矿物主要集中在样品的底部,而一些相对密度较小的脉石矿物(如石英、高岭石等)则在样品的顶部相对富集。

相比于横切面,纵切面观测可以有效解决矿物分异所带来的制样问题。但是在纵切面上仍然可以看到矿物黏连现象。因此这种方法仅能解决分异问题,但不能解决黏连问题。

2.3 添加石墨的分散效果

矿物黏连问题是制样过程中的另一个问题。为了解决这个问题,选择石墨作为添加剂加入样品中。

当10 g样品中加入0.5 g的石墨时,此时石墨

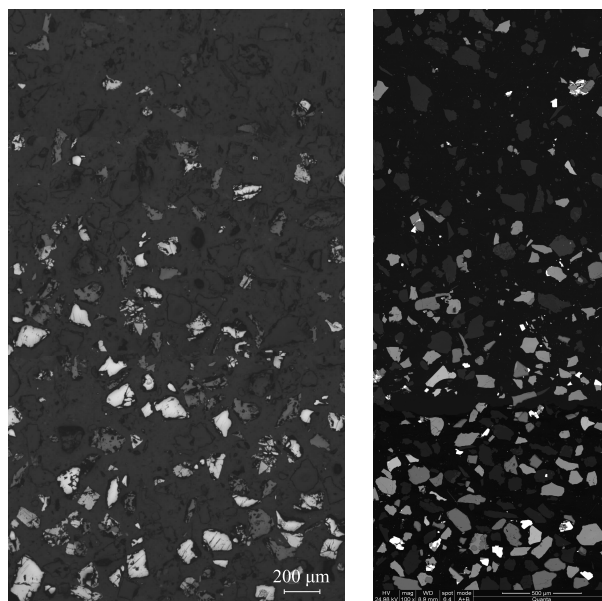


图6 矿物在纵切面的分布情况
左图:光学显微镜 反光;右图:扫描电镜
Figure 6 Mineral distribution from a longitudinal section.
Left:Optical microscope Reflect; Right:SEM.

在整个样品中的含量大概为5%(图7)。在这种情况下,石墨对矿物粒度的分散作用很小。矿物黏连的问题仍然很容易发生。

当10 g样品中加入1 g石墨,石墨在样品中所占比例大概为7%时(图8),矿物黏连的问题仍然容易发生。

在10 g样品中加入1.5 g的石墨,石墨含量占总样品量的10%左右时(图9),一些石墨插入矿物和矿物颗粒之间,形成了阻隔分离作用。但是在一些地方,仍然有矿物黏连现象。

当2 g石墨加入10 g样品中,石墨含量在14%时(图10),大量的石墨插入矿物和矿物颗粒之间,形成了阻隔分离作用。此时,矿物的黏连现象得到了显著的改善。

当2.5 g石墨加入10 g样品中,石墨含量在17%时(图11),同样有大量的石墨插入矿物和矿物颗粒之间,形成了阻隔分离作用。但由于制样模具的容量不便,而样品量增大,造成样品中部分空气无法排除,在样品中形成了少量的气泡空洞,造成样品观测面观测质量的下降。

当3 g石墨加入10 g样品中,石墨含量达到20%时(图12),由于石墨所占的比例占据了大量的空间,能观测到的金属矿物的比例明显下降。这种情况尽管黏连现象不再发生,但是非常不利于测量。

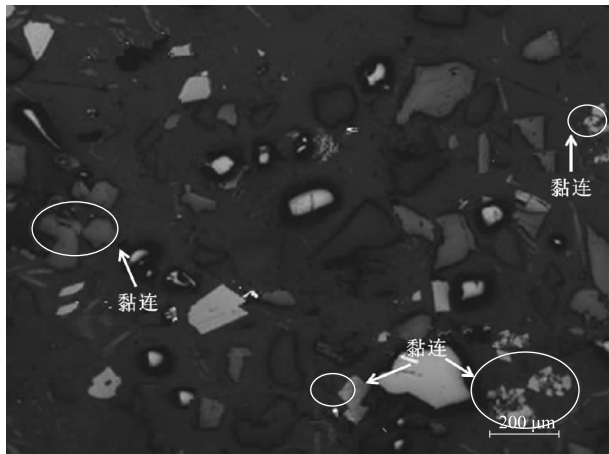


图 7 0.5 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 7 0.5 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

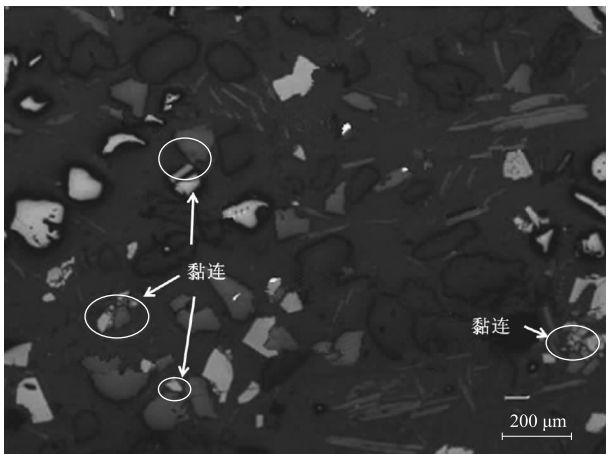


图 10 2 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 10 2 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

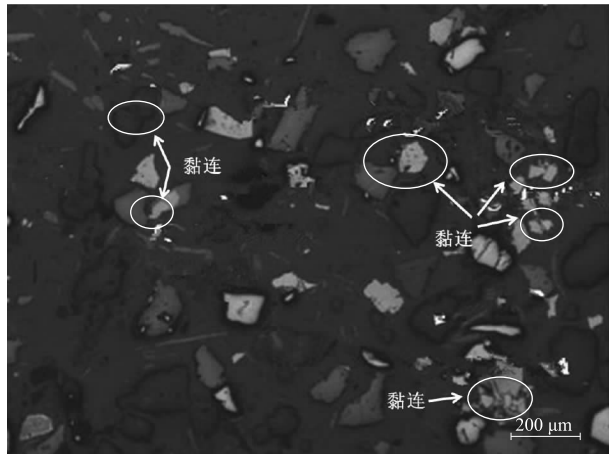


图 8 1 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 8 1 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

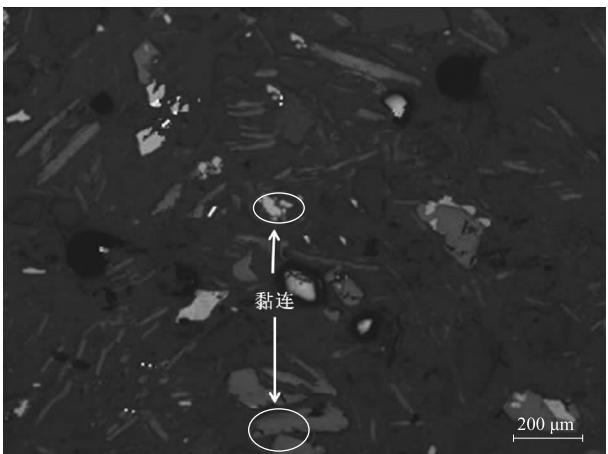


图 11 2.5 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 11 2.5 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

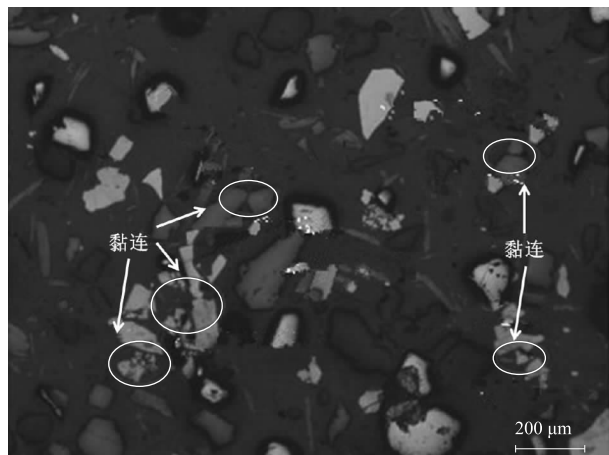


图 9 1.5 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 9 1.5 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

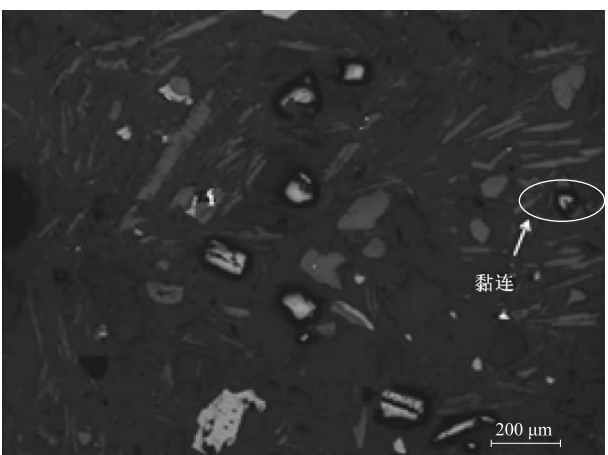


图 12 3 g 石墨加入样品情况 光学显微镜 反光
Figure 12 3 g graphite add into sample.
Optical microscope Reflect.

对比所有的情况,当样品/石墨的比例在 4~5 时,黏连现象可以有较好地改善,但是同时又不影响样品的测量效果。

图 13 展现了采用前述方法制样获得了选矿产品矿物自动分析光片在 MLA 下的观测结果。从图 13 可以观测到金属矿物颗粒被较好地分割开,但石墨颗粒又不被显示从而不影响最终的测量结果。

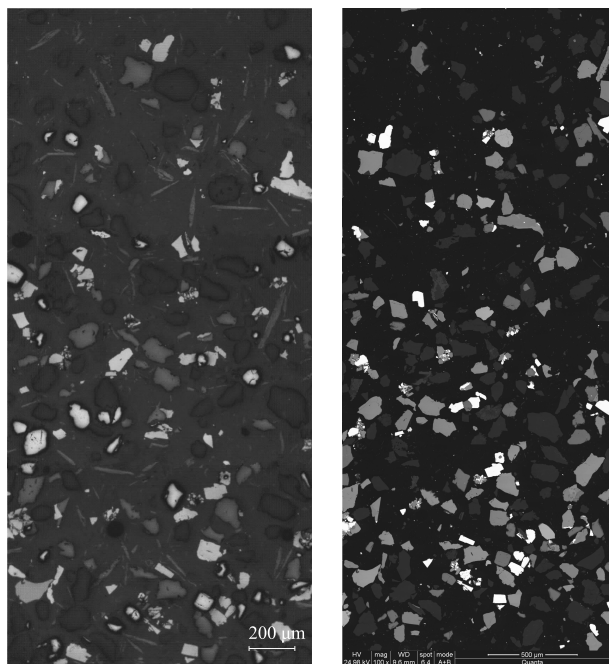


图 13 光学显微镜和扫描电子显微镜对比图

Figure 13 Compared between BSE & optical microscope.

3 结论

使用样品的纵切面进行观测,可以解决选矿产品矿物自动分析光片制样过程中由于矿物重力分异造成的传统横切面样品代表性缺失的问题。

此外,当样品/石墨的比例在 4~5 时,石墨能够

起到合适的阻隔作用,对金属矿物颗粒进行分割,降低矿物黏连对测量造成的影响。

采用上述方法制样获得了选矿产品矿物自动分析光片在 MLA 下的较好观测结果。

参考文献

- [1] 高倩倩,刘杨,杨艳芳,等. MLA 与偏光显微镜在工艺矿物学研究中的应用对比[J]. 矿业工程,2018,16(4): 39-40.
GAO Qianqian, LIU Yang, YANG Yanfang, et al. The application comparison between MLA and polarizing microscope in process mineralogy study [J]. Mining Engineering, 2018, 16(4): 39-40.
- [2] 李波,梁冬云,张莉莉,等. 自动矿物分析系统的统计误差分析[J]. 矿冶,2018,27(4):120-123.
LI Bo, LIANG Dongyun, ZHANG Lili, et al. The statistical deviation analysis of automatic process mineralogy analysis system [J]. Mining and Metallurgy, 2018, 27(4): 120-123.
- [3] 肖仪武,方明山,付强,等. 工艺矿物学研究的新技术与新理念[J]. 矿产保护与利用,2018(3):49-54.
XIAO Yiwu, FANG Mingshan, FU Qiang, et al. New techniques and concepts in process mineralogy [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2018(3): 49-54.
- [4] 李建华,孙小俊. MLA 技术在某铜钼矿选矿工艺研究中的应用[J]. 有色金属(选矿部分),2018(5):1-5.
LI Jianhua, SUN Xiaojun. Application of MLA automated quantitative mineralogy in process mineralogy research on copper-molybdenum ore [J]. Nonferrous Metals (Mineral Processing Section), 2018(5): 1-5.
- [5] 贾木欣. 国外工艺矿物学进展及发展趋势[J]. 矿冶, 2007,16(2):95-99.
JIA Muxin. Process mineralogy progress and its trend abroad [J]. Mining and Metallurgy, 2007, 16(2): 95-99.