

ЗЭСИЙН ХҮДРИЙН РЕНТГЕНОГРАФЫН ТООН АНАЛИЗ

Д.Сангаа¹, С.Даваа², П.Зузаан², Б.Отгоолой², Л.Дэлгэрбат³,
Г.Жаргалжав³, Л.Ням-Очир¹, Д.Отгонбаяр¹

¹МУИС, Физик Электроникийн Сургууль, Физикийн тэнхим

²МУИС, Физик Электроникийн Сургууль, Цөмийн Судалгааны Төв

³Монгол-Оросын хамтарсан Эрдэнэт үйлдвэр.

Товч утга

Эрдэнэтийн зэсийн хүдэрт тоон анализ хийж халькопиритийн (CuFeS₂) агуулгыг тодорхойлж, богино хугацаанд хүдэр дэхь Cu-I-ийн хэмжээг үнэлэх аргачлал боловсруулав.

Түлхүүр үг: Дифрактограмм, тоон анализ, шалгуур

ОРШИЛ

Дифракцын ерөнхий онолоос ν_i эзэлхүүний концентраци бүхий i -дүгээр фазын дифракцын максимумын интеграл эрчим нь:

$$J_i = K_1 K_2 K_{3i} A(\vartheta, \mu) \nu_i d\nu \quad (1)$$

Үүний J_i нь i -р фазын харгалзах максимумын эрчим. K_1 физикийн тулгуур тогтмолуудаар тодорхойлогдох, цахилгаан соронзон долгионы сарнилыг илэрхийлэх коэффициент.

$$K_1 = \frac{e^4}{m^2 c^4}$$

K_2 -туршилтын нөхцлийг тодорхойлох коэффициент.

$$K_2 = \frac{J_0 \lambda^3}{32\pi R}$$

J_0 -анхны цацрагийн эрчим, R -гониометрийн радиус, λ -рентген цацрагийн долгионы урт. K_{3i} фазын кристалл бүтцээр тодорхойлогдох коэффициент

$$K_{3i} = \frac{1 + \cos^2 2\vartheta_i}{\cos \vartheta_i \sin^2 \vartheta_i} M_{hkl} |F_{hkl}|^2 N_i^2$$

\mathcal{G}_i -Брегийн өнцөг, M_{hkl} -давтагдалтын үржвэр, $|F_{hkl}|^2$ -бүтцийн фактор, N_i -нэгж эзэлхүүн дэх, эгэл торын тоо, $A(\mathcal{G}; \mu)$ -шингээлтийн коэффициент, \mathcal{G} -рентген туяаны шингээлтийн шугаман коэффициент, v_i -эзлэхүүн концентраци, $d\nu$ -дээжийн эзлэхүүний элемент.

Концентраци гэсэн ойлголт ихэнх тохиолдолд жингийн харьцаагаар тодорхойлогдох ба эзлэхүүний концентрациас жингийн концентрацид дараах илэрхийллээр шилжинэ.

$$c_i = v_i \frac{\rho_i}{\rho}$$

Энд ρ_i ба ρ нь i -дүгээр фаз ба дээжийн нягт. Иймээс:

$$J_i = K_i \frac{c_i}{\rho_i \mu^*} = K_i \frac{c_i}{\rho_i \sum_{i=1}^n c_i \mu_i^*} \quad (2)$$

Энд $K_i = \frac{\rho}{2} K_1 K_2 K_3 U_0$ -тухайн туршлагын нөхцлийн хувьд

тогтмол коэффициент, $\mu^* = \frac{\mu}{\rho}$ -тухайн дээжийн хувьд рентген

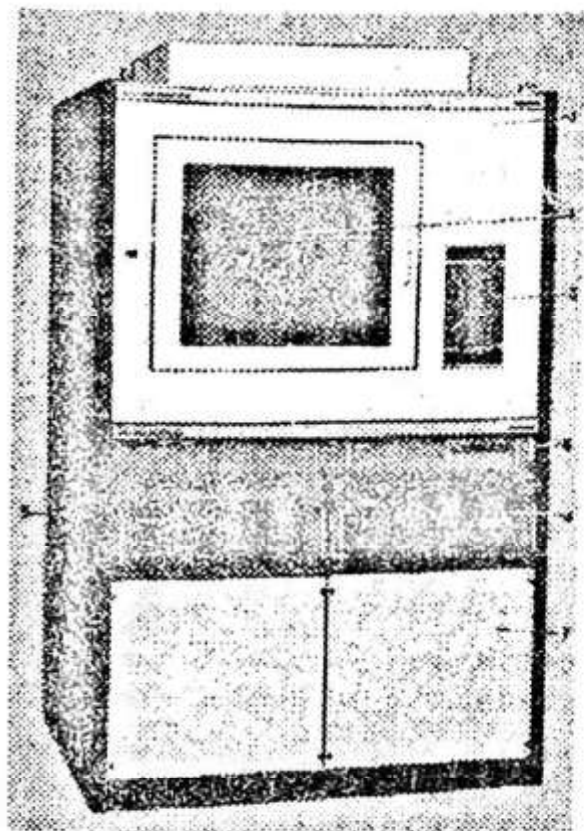
туяаны шингээлтийн масс коэффициент, μ_i^* нь i -дүгээр фазын шингээлтийн масс коэффициент, n -дээж дэх фазын тоо.

(2) тэгшитгэл нь фазын тоон анализын аргын үндсийг тодорхойлно [1].

Энэ ажлын зорилго нь рентген дифракцын тоон анализын аргыг ашиглан Эрдэнэтийн уулын баяжуулах үйлдвэрийн хүдэр дэх Си-I ийн агуулгыг технологийн шаардлагад нийцүүлэн богино хугацаанд үнэлэх аргачлал боловсруулах явдал юм.

СУДАЛГААНЫ БАГАЖ, АРГАЧЛАЛ

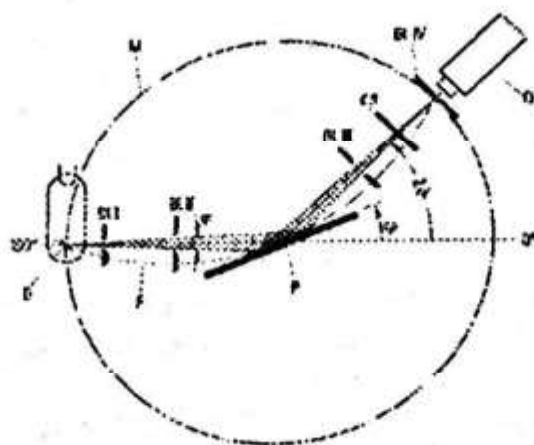
Тоон анализын судалгааг рентгендифрактометр SIEMENS D500 болон DIFFRAC^{Plus} DQUANT программ хангамжийг ашиглан хийв. SIEMENS D500 рентгендифрактометрийг Зураг 1-д үзүүлэв.



Зураг 1.а D500

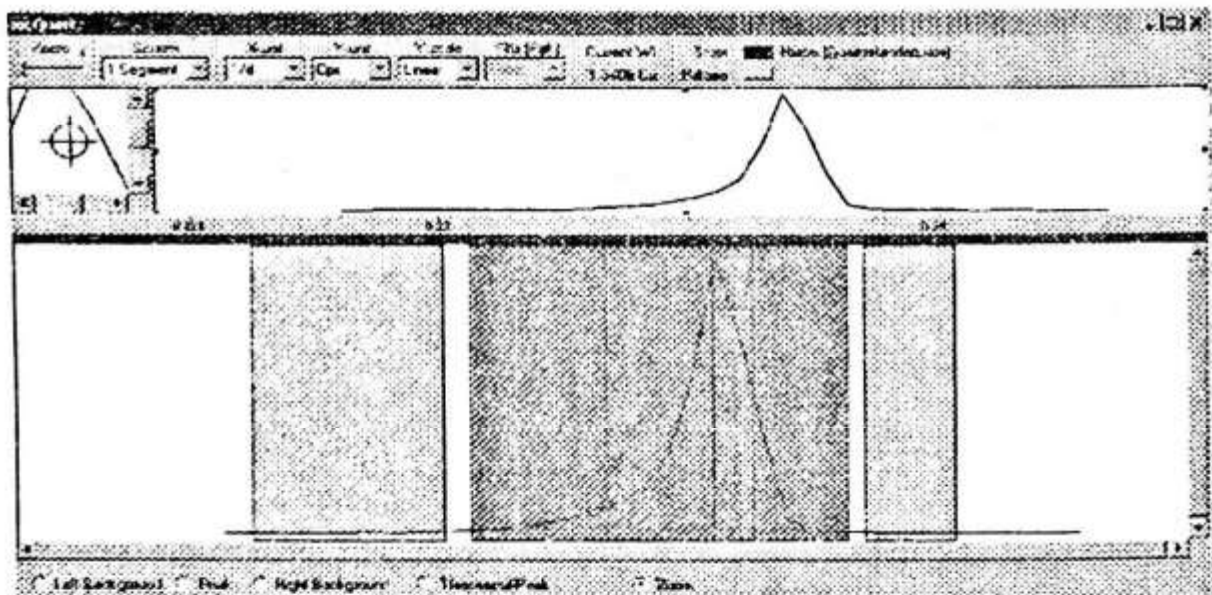
рентгендифрактометр

- 1-Гониометр
- 2-Цацрагийн хамгаалалт
- 3-Гар удирдлагын самбар
- 5-Өндөр хүчдэлийн самбар
- 6-Интерфейс



Зураг 1.б D500 дифрактометрийн хэмжилтийн схем,
Брегг-Брентаногийн фокуслалт

Cu ($K\alpha_1 = 1.5406$, $K\alpha_2 = 1.54439$) анодтой, Ni - филтэртэй. DIFFRAC^{Plus} DQUANT нь рентгендифрактограммд фазын тоон анализ хийхэд зориулагдсан WindowsNT орчны өргөн боломжтой программ юм. Тоон анализ хийхийн тулд тухайн фазад харгалзах нэгээс гурван пикийг хэмжсэн байх шаардлагатай. Тухайн тооцоонд ашиглах пик нь дангаараа ялгарсан байх нь тохиромжтой ба хэрэв өөр пиктэй давхардсан бол программаар тооцож засвар хийх боломжтой бөгөөд тоон анализ хийх DQN файлаа үүсгэсэний дараагаар түргэн хугацаанд өөр дээж дэх сонирхож буй фазын концентрацийг тодорхойлох давуу талтай [2].

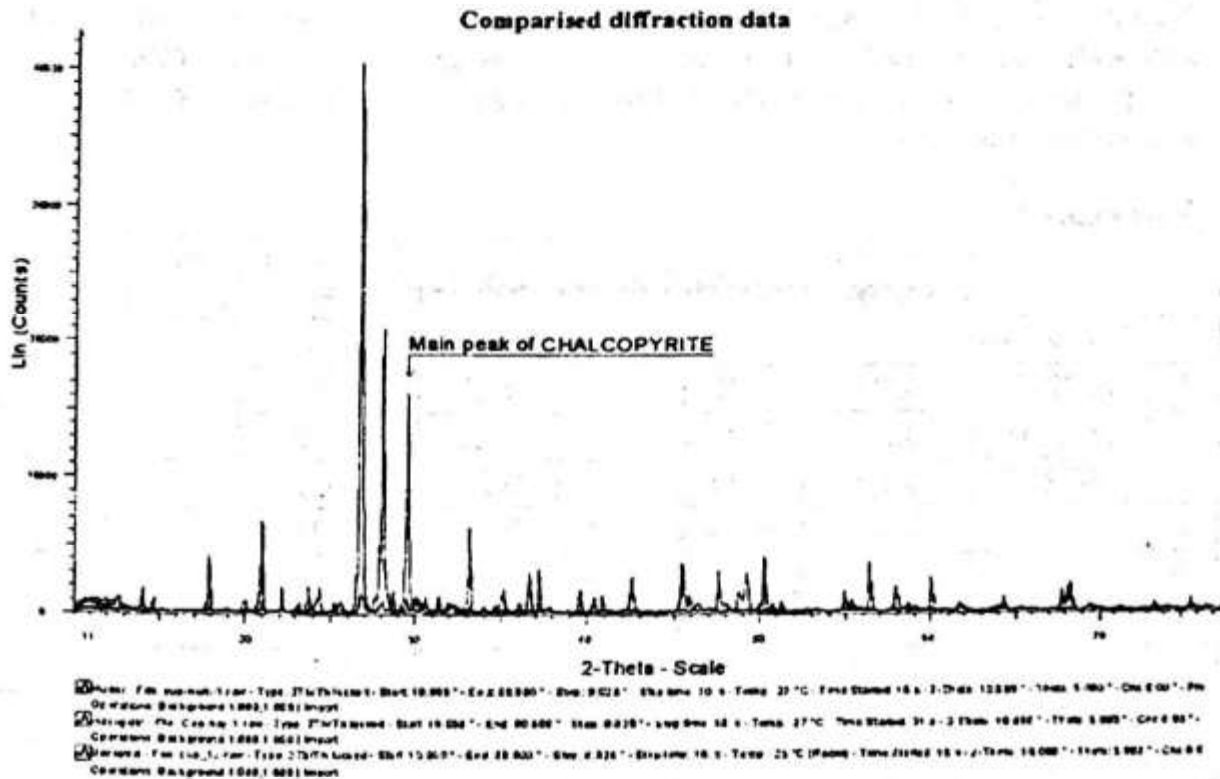


Зураг 2 - DIFFRAC^{Plus} DQUANT-ийн параметрийн ба пикийн тохируулгын цонх

ҮР ДҮН

Зэсийн хүдэр, баяжмал болон хаягдлын рентгендифрактограммыг Зураг.3-д үзүүлэв. Зэсийн хүдэрт CuFeS_2 нэгдлийн агуулагдах хувь нь нэлээд бага бөгөөд энэ фазаас дифрактограммд өгөх гол максимумыг зурагт тэмдэглэв.

Тоон анализыг харьцуулах аргаар гүйцэтгэхдээ халькопиритын гол пикэд харгалзах $2\theta - 28.7^\circ - 30.0^\circ$ мужийг зэсийн хүдэрт нарийвчлалтайгаар хэмжин эрчмээр калибровка хийв.



Зураг 3. Зэсийн хүдэр, баяжмал болон хаягдлын харьцуулсан рентгенограмм

Эрдэнэт уулын баяжуулах үйлдвэрээс ирүүлсэн зэс-молибдены өрөмцөр ба хүдрийн нийт 20 дээжинд CuFeS_2 -халькопиритийг тодорхойлсон С1, С2 үр дүнгүүдийг зэсний хувьд химийн аргаар тодорхойлсонтой харьцуулсан байдлыг 1-р хүснэгтэд нэгтгэв.

Судлагдаж буй дээжинд зэсний агуулга 0.2÷0.4 мужид байвал хоёр өөр лабораторид хийгдсэн шинжилгээний дүнгүүдийн дунджуудын абсолют зөрүү хэмжилтийн III зэрэглэлийн шаардлага ёсоор 0.06%-аас бага байх ёстой [3].

Хүснэгтээс харахад зэс-молибдены хүдрийн НС9; НС10 дээжүүдийн хувьд хэмжилтийн зөрүү заагдсан шалгуураас их гарчээ.

Гэвч нийт 20 дээжний хувьд дээрх зөрүү үл мэдэгдэм болохыг тухайн хүснэгтийн сүүлчийн мөрөөс харж болно.

Уламжлал ёсоор тухайн арга нь шинжилгээний тухайн зэрэглэлийн шалгуурыг хангаж буй эсэхийг нарийвчлалын нөөц (запас точность)-ний тусламжтайгаар шалгадаг.

Хэрэв $Z \geq 0.7$ нөхцлийг хангаж байвал тухайн арга нь хэмжилтийн III зэргийн ангиллыг бүрэн хангаж байна гэж үздэг. Дээр хэмжигдсэн дүнг ашиглан энэхүү шалгуурын тооцоог 2-р хүснэгтэд нэгтгэв.

Хүснэгт. 1

		Хим. Ан. Сх. %	C1, %	C2, %	Сср, %	Сср - Сх . %	зөвшөөрөгд- сэн алдаа. %
Өрөмцөр							
1	НС207	0,27	0,26	0,24	0,25	-0,02	0,06
2	НС208	0,25	0,26	0,23	0,25	0,00	0,06
3	НС209	0,23	0,24	0,24	0,24	0,01	0,06
4	НС210	0,23	0,24	0,24	0,24	0,01	0,06
5	НС211	0,22	0,24	0,23	0,24	0,02	0,06
6	НС212	0,21	0,24	0,22	0,23	0,02	0,06
7	НС213	0,24	0,24	0,27	0,25	0,01	0,06
8	НС214	0,25	0,24	0,26	0,25	0,00	0,06
9	НС215	0,28	0,24	0,26	0,25	-0,03	0,06
10	НС216	0,26	0,24	0,25	0,25	-0,01	0,06
Хүдэр							
1	НС1	0,3	0,31	0,31	0,31	0,01	0,06
2	НС2	0,33	0,27	0,30	0,29	-0,05	0,06
3	НС3	0,26	0,28	0,30	0,29	0,03	0,06
4	НС4	0,35	0,28	0,30	0,29	-0,06	0,06
5	НС5	0,27	0,30	0,30	0,30	0,03	0,06
6	НС6	0,28	0,31	0,29	0,30	0,02	0,06
7	НС7	0,27	0,33	0,30	0,31	0,04	0,06
8	НС8	0,33	0,31	0,30	0,30	-0,03	0,06
9	НС9	0,2	0,27	0,28	0,28	0,08	0,06
10	НС10	0,4	0,35	0,30	0,32	-0,08	0,06
	Дундаж	0,2715			0,2714	-0,0001	0,06

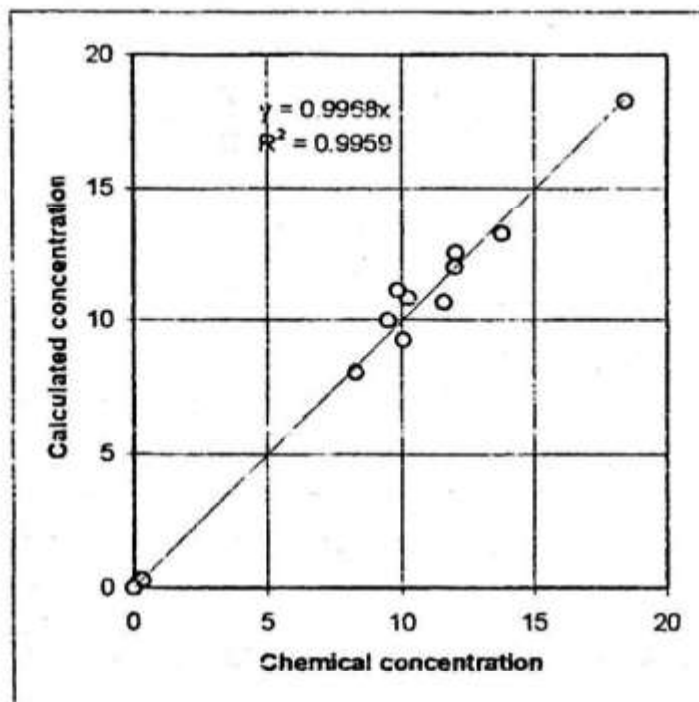
Хүснэгт 2.

				S	Sr	Δ	Ssum	D(%)	Z(%)
Өрөмцөр									
1	HC207	0,1271	0,1270	0,0113	4,49	-7,14	8,44	10,7	1,27
2	HC208	0,1214	0,1210	0,0184	7,47	-1,63	7,65	10,7	1,40
3	HC209	0,1133	0,1133	0,0014	0,59	3,36	3,41	10,7	3,13
4	HC210	0,1171	0,1171	0,0028	1,17	4,96	5,09	10,7	2,10
5	HC211	0,1133	0,1133	0,0057	2,38	7,56	7,93	10,7	1,35
6	HC212	0,1060	0,1058	0,0141	6,15	8,70	10,65	10,7	1,00
7	HC213	0,1284	0,1280	0,0184	7,27	5,14	8,90	10,7	1,20
8	HC214	0,1246	0,1245	0,0078	3,12	-0,20	3,12	10,7	3,43
9	HC215	0,1231	0,1230	0,0113	4,56	-12,90	13,69	10,7	0,78
10	HC216	0,1211	0,1210	0,0042	1,72	-5,69	5,95	10,7	1,80
Хүдэр									
1	HC1	0,1928	0,1928	0,0049	1,59	3,38	3,74	10,7	2,86
2	HC2	0,1628	0,1625	0,0184	6,45	-15,79	17,06	10,7	0,63
3	HC3	0,1684	0,1682	0,0141	4,88	10,34	11,44	10,7	0,94
4	HC4	0,1668	0,1665	0,0177	6,13	-21,32	22,18	10,7	0,48
5	HC5	0,1788	0,1788	0,0014	0,47	9,70	9,71	10,7	1,10
6	HC6	0,1807	0,1806	0,0092	3,06	6,82	7,48	10,7	1,43
7	HC7	0,1963	0,1959	0,0184	5,87	13,74	14,94	10,7	0,72
8	HC8	0,1812	0,1812	0,0057	1,88	-9,63	9,82	10,7	1,09
9	HC9	0,1513	0,1513	0,0071	2,57	27,27	27,39	10,7	0,39
10	HC10	0,2090	0,2080	0,0318	9,87	-24,03	25,98	10,7	0,41
Си-ийн агуулгын (0,2 – 0,4)% интервалд									
1	0,2/0,4	2,9835	2,9798	0,0136	5,012 1	- 0,0461	5,01	10,7	2,13

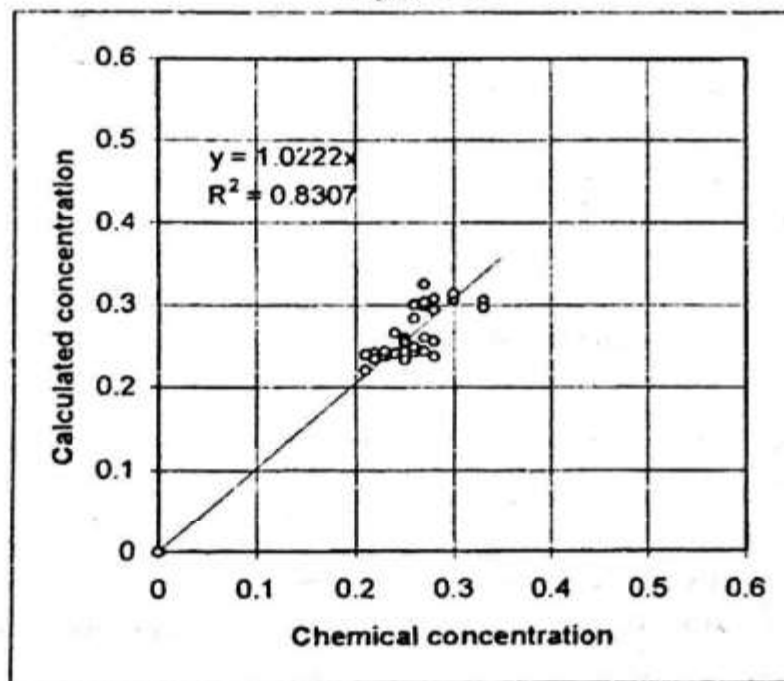
Шинжлэгдэж байгаа дээжин дэх зэсний агуулгын 0.1+0.99% мужид D хэмжигдэхүүний зөвшөөрөгдсөн утга 10.7% байдаг. Хүснэгт2-оос харахад зэс-молибдены хүдрийн HC2, HC4, HC9 болон HC10-р дээжүүдийн хувьд $Z < 0.7$ гарсан байна.

Харин нийт 20 дээжний хувьд (Хүснэгт2-ийн сүүлчийн мөрийг хар) $Z = 2.13$ буюу заагдсан шалгуураас их гарчээ. Энэ нь ерөнхийдөө рентгендифрактометрийн аргаар зэс-молибдены

хүдэрт халькопиритийн шинжилгээг найдвартай хийх боломжтойг харуулж байна.



Зураг 4.



Зураг 5.

Зураг 4, 5-д Эрдэнэт уулын баяжуулах үйлдвэрээс ирүүлсэн зэсийн баяжмал, өрөмцөр болон хүдрийн дээжүүдэд рентгенодифрактометрийн аргаар халькопирит (CuFeS_2)-ийг тодорхойлж дүнг зэсний эзлэх хувьд шилжүүлж, химийн үр дүнтэй харьцуулсныг үзүүлэв.

Зургуудаас харахад зэсийн агуулгын (0.2÷20)%-ийн болон (0.2÷0.4)% мужуудад хоёр өөр аргуудаар тодорхойлогдсон утгуудын $y = kx$ хамаарлын коэффициент $k=(0.997\div 1.022)$ мужид хэлбэлзэж байгаа нь рентгендифрактометрээр боловсруулсан бидний аргад ямар нэг онцгой систематик алдаа байхгүй болохыг харуулж байна.

ДҮГНЭЛТ

Эрдэнэтийн зэсийн хүдэрт тоон анализ хийж халькопиритийн (CuFeS_2) агуулгыг тодорхойлж, богино хугацаанд хүдэр дэх Cu-I-ийн хэмжээг үнэлэх аргачлал боловсруулав.

Рентген дифрактометр SIEMENS D500 багаж дээр боловсруулсан бидний энэхүү арга нь Эрдэнэтийн уулын баяжуулах үйлдвэрийн баяжуулах технологийн процессийг хянахад зориулагдсан шинжилгээний III зэргийн категорийн хүрээнд зэс-молибденийн хүдэр, өрөмцөрт халькопиритийн агуулгыг шуурхай үнэлэх боломжийг нээж байгаад тус ажлын ач холбогдол оршино.

НОМ ЗҮЙ

1. Smith, D.K., Johnson, G.G., Jr., Schible, A., Wims, A.N., Johnson, J.I., and Ullman, G. Quantitative X-ray powder diffraction using the full diffraction pattern. Powder Diffr. 2,73-77(1987)
2. DIFFRACplus DQUANT User's Guide, Bruker AXS GMBH, 2000
3. Справочные данные о методах измерений химического состава горных пород, руд и продуктов и переработки, Москва, Недра 1979