

Часть 7. АКТУАЛЬНЫЕ МИНЕРАЛОГО-ГЕОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Е. В. Белозуб

*Институт минералогии УрО РАН, г. Миасс
Южно-Уральский государственный университет, филиал в г. Миассе
bel@mineralogy.ru*

Современные методы количественного минералогического анализа

В основе разработки технологий обогащения и переработки руд и неметаллического сырья, наряду с химическим, лежит минералогический анализ. В отличие от задач, связанных с выяснением генезиса руд, технологическая минералогия базируется на анализе усредненных представительных проб и количественном подходе. К сожалению, последняя справочная литература, посвященная методам минералого-технологической оценки руд, выпущена в 90-х гг. прошлого столетия [Технологическая..., 1990; Джонс, 1991]. С тех пор аналитические методы значительно усовершенствовались, в основном, за счет широкого внедрения компьютерных анализаторов изображения и методов микрогеохимического картирования. Бурно развиваются методы рентгеновской томографии. Цель данного обзора – знакомство с современными подходами технологической минералогии и областями их применения.

Основные задачи минералогического анализа для оценки руд связаны с прогнозом поведения сырья при рудоподготовке и обогащении и выяснением распределения полезных компонентов между минералами-концентраторами. В связи с этим, задачи минералогических методов можно разбить на три группы: 1) анализ размеров и формы выделения минералов; 2) количественное определение минерального состава руд; 3) выяснение баланса компонентов, распределенных между различными минеральными формами. Решение этих задач предваряет идентификация минералов.

Для **определения размеров и формы выделений** минералов применяются прямые методы измерений на макроскопическом уровне и с использованием оптических микроскопов. Для тонкодисперсных материалов применяются косвенные методы оценки размеров кристаллитов при помощи рентгеноструктурных и химических методов.

Оптико-микроскопическое определение морфологии минералов сводится к определению линейных и площадных размеров плоских сечений в шлифах и аншлифах природных образцов. Определенные этим методом размеры будут заведомо меньше истинных. Представительность морфологического анализа зависит от текстурно-структурной вариабельности руд и количества проанализированных образцов. Применяются ручные и компьютерные методы. В настоящее время существует множество анализаторов изображения. Наиболее доступным является программный пакет ImageTool. Специальные программные продукты разработаны производителями оптических микроскопов (Karl Zeiss, Olympus и др.). Из специализированных продуктов, предназначенных для обогатительных фабрик, в России наиболее попу-

лярны комплексы SIAMS (www.siams.com), адаптированные для решения материалovedческих и минералого-технологических задач. Ручные методы значительно более трудоемки, но компьютерный анализ зависит от качества изготовления препарата, а повышение его качества требует активного вмешательства аналитика.

Как при ручном, так и при компьютерном анализе используются следующие морфологические характеристики. *Длина большой оси* (a_{\max}) – длина самой длинной линии, которую можно провести на объекте. *Длина малой оси* (a_{\min}) – длина самой короткой линии, которую можно провести на объекте перпендикулярно большой оси. *Площадь* (S) – при ручной работе измерения проводятся при помощи палеток, в настоящее время площадь и описанные далее параметры измеряются исключительно в цифровом режиме. Среди измеряемых параметров важен *периметр* (Perimeter, P). Расчетные характеристики включают в себя *удлиненность* – отношение длин большой и малой осей a_{\min}/a_{\max} ; коэффициент равен 1, если объект изометричный; *приближенность к кругу* (Roundness), *компактность* (Compactness) и *ферет-диаметр* (Feret diameter). Приближенность к кругу рассчитывается как $4\pi S/P^2$ и варьирует от 0 до 1 (для круга). Ферет-диаметр – диаметр круга, имеющего ту же площадь, что и объект, и рассчитывается как $\sqrt{(4S/\pi)}$. Компактность (Compactness) рассчитывается как $\sqrt{(4S/\pi)}/a_{\max}$, характеризует приближенность к кругу и варьирует от 0 до 1 (круг). Морфологические характеристики применяются для оптимизации схем дробления и прогноза поведения руды в гидрометаллургических процессах.

Отойти от исследования плоских сечений позволяет интенсивно развивающийся метод рентгеновской микротомографии (X-Ray Tomography). Принцип работы заключается в получении последовательных срезов – изображений образца в соответствии с рентгеновской плотностью составляющих образец минералов и последующем компьютерном анализе этих изображений. Метод позволяет индивидуализировать частички размером около 10 мкм, выявить особенности их поверхности. Однако пока метод не находит широкого применения из-за высоких требований к компьютерам и длительности эксперимента, а в конечном итоге – из-за стоимости анализа.

При анализе минеральных смесей, содержащих частицы менее 1–5 мкм, применяется оценка степени кристалличности и размеров кристаллитов по форме дифракционного максимума на рентгенограммах. Соответствующие опции присутствуют в программных пакетах практически всех современных рентгеновских дифрактометров (Phillips, Brucker, Shimadzu).

Для **количественного минералогического анализа** используются визуально-микроскопические, оптико-микроскопические, электронно-микроскопические, рентген-флюоресцентные, рентгеноструктурные методы. Количественный минералогический анализ выполняется только для представительных усредненных проб, соответственно, производится в препаратах, изготовленных из дробленого материала.

Традиционный метод количественного анализа – разделение руды (сырья) на мономинеральные фракции с контролем их чистоты и их взвешивание. Подход оправдывается в случае, если разделение (или выделение интересующих минералов) можно реализовать по физическим свойствам – плотности, магнитности, электропроводности и т.п. Оценка минеральных включений в этом случае требует проведения дополнительных работ.

Также традиционно применяются приближенно-количественный метод минералогического анализа тяжелых концентратов при помощи бинокулярного микроскопа, аналогичный анализу шлихов. Анализ проводится статистическим методом – путем подсчета зерен каждого минерала в гранулометрических фракциях. Качество анализа зависит от квалификации и аккуратности аналитика. Метод трудоемок. Точность

метода различна для разных концентраций минералов и зависит от количества просмотренных зерен в соответствии с формулой $\delta = 0.67\sqrt{(A(100 - A)/n)}$, где A – содержание минерала (%), n – количество зерен.

Оптико-микроскопические методы позволяют одновременно определить количество минерала, оценить его размеры и выявить включения. Применяются как ручные, так и компьютерные методы анализа. Ручной количественно-минералогический анализ может быть статистическим (аналогично шлиховому методу, основан на подсчете количества зерен минералов, является приближенно-количественным и требует гранулометрической однородности препарата); линейным (измеряются суммарные линейные размеры каждого минерала в пределах препарата или части препарата, возможно измерение по максимальной длине или в серии параллельных сечений); площадным (при помощи палеток измеряется суммарная площадь сечений каждого минерала). Компьютерные методы позволяют значительно ускорить анализ. Ограничения при использовании компьютерных методов связаны с качеством полировки препарата, а также сложностью разделения минералов по оптической плотности и диагностики нерудных минералов.

Наиболее прогрессивными для количественного анализа руд на сегодня являются методы, основанные на анализе изображения полированного препарата в характеристических лучах элементов. Самый распространенный программный продукт – QEMSCAN к СЭМ фирмы Phillips. Пакет содержит базу данных минералов и может быть адаптирован к конкретным рудам. Применение ограничено размером зерен – выделения менее 10 мкм и тесные тонкозернистые сростки не идентифицируются в качестве различных минералов. Есть сложности в работе с изоморфно-емкими минералами и минералами с близким химическим составом. Точность метода зависит от возможности разделения минералов, а вероятность обнаружения редких минералов и их количественной оценки – от количества проанализированных зерен.

Для работы с тонкодисперсными рудами и сырьем (бокситы, глины) предпочтительно применение рентгеноструктурного полнопрофильного анализа методом Ритвельда. Метод основан на подборе оптимальной теоретической дифрактограммы минеральной смеси с наименьшим отклонением от экспериментальной. Программные пакеты к современному дифрактометрам, как правило, содержат опции количественной оценки. Существуют специализированные программы с более широкими возможностями, такие как QUANTA (бесплатный продукт для научных и образовательных целей), SIROQUANT и другие, которые позволяют оценить количество не только кристаллических, но и рентгеноаморфной составляющих и ввести поправки на текстурирование. Точность метода уступает точности оптико-микроскопических и микрогеохимических методов, но может быть значительно улучшена для однотипных проб с контролем более точными методами РКФА, таких как методы внутреннего эталона, добавки исследуемого вещества.

Определение *баланса полезного компонента между минеральными фазами* особенно важно для компонентов, которые присутствуют в виде изоморфной примеси или микровостков собственных минералов в рудо- или пороодообразующих. Для решения этой задачи выполняются химические анализы монофракций минералов, фазовый химический анализ путем стадийного растворения минералов-носителей искомого компонента. При сравнительно высоких содержаниях эффективно применение картирования в характеристических лучах при помощи рентгенофлюоресцентных анализаторов (Shimadzu, Horiba, Phillips и др.) и СЭМ (Phillips, Jeol, Tescan и др.).

Высококчувствительный современный метод, используемый для определения содержаний рассеянных элементов – ИСП-МС с лазерной абляцией вещества. Локальность метода – до 30 мкм и ниже. Методические сложности связаны со сложностью изготовления эталонов. Метод пока не получил широкого распространения как количественный из-за высокой стоимости.

Для проверки результатов количественного минералогического анализа применяют пересчет данных химического анализа на номинальный минеральный состав с учетом имеющихся данных о составе изоморфнозменяющихся соединений.

Данный обзор был бы невозможен без участия автора в конференции MEI'12 (www.min-eng.com), организованной Б. Уилсом (г. Кардифф, Великобритания), которому автор искренне признателен. Информация о программных пакетах для КРФА предоставлена П. В. Хворовым, консультации о компьютерных анализаторах изображения – К. А. Новоселовым.