



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106092687 B

(45)授权公告日 2019.03.12

(21)申请号 201610464273.0

G01N 1/44(2006.01)

(22)申请日 2016.06.24

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106092687 A

CN 103439384 A,2013.12.11,

CN 1761874 A,2006.04.19,

CN 1603282 A,2005.04.06,

(43)申请公布日 2016.11.09

US 3892833 A,1975.07.01,

(73)专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城

西路99号

CN 203396743 U,2014.01.15,

审查员 张爽

(72)发明人 梁文 王璐颖 尹远 李和平

(74)专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所

52100

代理人 商小川

(51)Int.Cl.

G01N 1/28(2006.01)

G01N 1/32(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种方铅矿电极的制备方法

(57)摘要

本发明公开了本发明一种方铅矿电极的制备方法,它包括挑选方铅矿颗粒;将挑选的方铅矿颗粒清洗后烘干备用;称取烘干后的方铅矿1g--1.2g,研磨成200目以上的粉末,将粉末在粉末压片机中1MPa条件下压成方铅矿圆柱体后用银箔包裹;将氯化钠研磨成200目以上的粉末,将粉末置于烘箱中150℃温度下烘干2小时;用烘干后的氯化钠粉末制备成内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体;将步骤5得到的内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;烧结完成后的样品打磨抛光即得方铅矿电极;解决了现有技术方铅矿性脆,延展性差以及方铅矿与其他硫化物矿物共生影响方铅矿电化学腐蚀结果等因素,存在的方铅矿电极很难加工制备等技术问题。

1. 一种方铅矿电极的制备方法,它包括
步骤1、挑选方铅矿颗粒;
步骤2、将挑选的方铅矿颗粒清洗后烘干备用;
步骤3、称取烘干后的方铅矿颗粒1g--1.2g,研磨成200目以上的粉末,将粉末在粉末压片机中1MPa条件下压成方铅矿圆柱体后用银箔包裹;
步骤4、将氯化钠研磨成200目以上的粉末,将粉末置于烘箱中150℃温度下烘干2小时;
步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备成内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体;
步骤6、将步骤5得到的内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;步骤6所述的加温加压烧结是将高压组装块放入6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.2-2.0 GPa,设定温度为200-700℃,反应时间10-90min;
步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得方铅矿电极。
2. 根据权利要求1所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:步骤1挑选方铅矿颗粒的方法为:将含有方铅矿的岩石碎成80-100目,在双目镜下挑选出纯度为95%以上的方铅矿。
3. 根据权利要求1所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:步骤2所述方铅矿颗粒清洗后烘干的方法为:用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗,然后置于烘箱中以30-60℃温度烘干5-30min。
4. 根据权利要求1所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:步骤5所述制备内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为:将氯化钠粉末在粉末压片机中压成圆柱状,然后将用银箔包裹的方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再加入氯化钠粉末覆盖;在粉末压片机中1MPa条件下压实,得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。
5. 根据权利要求1所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:步骤6所述样品放入高压组装块内,其实现方法包括:
步骤6.1、选取一块叶腊石块,在叶腊石块中心打一个圆形通孔;
步骤6.2、在圆形通孔内套一个圆形的石墨加热炉;
步骤6.3、石墨加热炉中间放置内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体样品;
步骤6.4、将圆形石墨加热炉上下两端用叶腊石堵头密封。
6. 根据权利要求5所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:所述高压组装块内设置有热电偶。
7. 根据权利要求1所述的一种方铅矿电极的制备方法,其特征在于:步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光,其方法为:
步骤7.1、将烧结完成后的方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上;
步骤7.2、用磨床将烧结完成后的方铅矿圆柱体加工成圆台;
步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光;
步骤7.4、将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min,自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。

一种方铅矿电极的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于方铅矿电极制备技术,尤其涉及一种方铅矿电极的制备方法。

背景技术

[0002] 方铅矿作为地球上分布最广的铅化物,存在于热液矿床中,是提炼铅的重要矿产。在水热体系中研究方铅矿的电化学腐蚀行为,有助于了解热液矿床的产生、组成及变化过程,为选矿工艺提供理论依据。

[0003] 天然的方铅矿往往和闪锌矿、黄铜矿等硫化物矿物共生。共生矿物间的原电池化学作用会对方铅矿电化学腐蚀过程造成干扰,影响其本质性质。因此,制备纯的方铅矿电极成为电化学腐蚀研究的必要条件。然而,极难找到纯度很高的天然块体方铅矿作为研究对象。此外,天然方铅矿延展性差,难以加工成电化学研究所需要的电极。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题:提供一种方铅矿电极的制备方法,以解决现有技术方铅矿性脆,延展性差以及方铅矿与其他硫化物矿物共生,而共生矿物间的原电池作用会影响方铅矿电化学腐蚀结果等因素,存在的方铅矿电极很难加工制备等技术问题。

[0005] 本发明技术方案:

[0006] 一种方铅矿电极的制备方法,它包括

[0007] 步骤1、挑选方铅矿颗粒;

[0008] 步骤2、将挑选的方铅矿颗粒清洗后烘干备用;

[0009] 步骤3、称取烘干后的方铅矿1g--1.2g,研磨成200目以上的粉末,将粉末在粉末压片机中1MPa条件下压成方铅矿圆柱体后用银箔包裹;

[0010] 步骤4、将氯化钠研磨成200目以上的粉末,将粉末置于烘箱中150℃温度下烘干2小时;

[0011] 步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备成内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体;

[0012] 步骤6、将步骤5得到的内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;

[0013] 步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得方铅矿电极。

[0014] 步骤1挑选方铅矿颗粒的方法为:将含有方铅矿的岩石碎成80-100目,在双目镜下挑选出纯度为95%以上的方铅矿。

[0015] 步骤2所述方铅矿颗粒清洗后烘干的方法为:用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗,然后置于烘箱中以30-60℃温度烘干5-30min。

[0016] 步骤5所述制备内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为:将氯化钠粉末在粉末压片机中压成圆柱状,然后将用银箔包裹的方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,加入氯化钠粉末覆盖。在粉末压片机中1MPa条件下压实,得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。

- [0017] 步骤6所述样品放入高压组装块内,其实现方法包括:
- [0018] 步骤6.1、选取一块叶腊石块,在叶腊石块中心打一个圆形通孔;
- [0019] 步骤6.2、在圆形通孔内套一个圆形的石墨加热炉;
- [0020] 步骤6.3、石墨加热炉中间放置内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体样品;
- [0021] 步骤6.4、将圆形石墨加热炉上下两端用叶腊石堵头密封。
- [0022] 步骤6所述的加温加压烧结是将高压组装块放入6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.2-2.0 GPa,设定温度为200-700℃,反应时间10-90min。
- [0023] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0024] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光,其方法为:
- [0025] 步骤7.1、将烧结完成后的方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上;
- [0026] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的方铅矿圆柱体加工成圆台;
- [0027] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光;
- [0028] 步骤7.4、将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min,自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。
- [0029] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0030] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光,其方法为:
- [0031] 步骤7.1、将烧结完成后的方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上;
- [0032] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的方铅矿圆柱体加工成圆台;
- [0033] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光;
- [0034] 步骤7.4、将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min,自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。
- [0035] 本发明的有益效果:
- [0036] 本发明在高温高压的条件下,以挑选的方铅矿为原料,在方铅矿稳定存在的压力和温度范围内,通过固相扩散反应的重结晶方法,消除晶体颗粒间的界面,让晶体颗粒长大,使方铅矿粉末形成块材,达到所需的硬度和强度,并将其加工成形,成功制备出相比天然较纯的方铅矿电极;解决了现有技术方铅矿性脆,延展性差以及方铅矿与其他硫化物矿物共生,而共生矿物间的原电池作用会影响方铅矿电化学腐蚀结果等因素,存在的方铅矿电极很难加工制备等技术问题。
- [0037] 具体实施方式:
- [0038] 一种方铅矿电极的制备方法,它包括
- [0039] 步骤1、挑选方铅矿颗粒;
- [0040] 步骤2、将挑选的方铅矿颗粒清洗后烘干备用;
- [0041] 步骤3、称取烘干后的方铅矿1g--1.2g,研磨成200目以上的粉末,将粉末在粉末压片机中1MPa条件下压成方铅矿圆柱体后用银箔包裹;
- [0042] 步骤4、将氯化钠研磨成200目以上的粉末,将粉末置于烘箱中150℃温度下烘干2小时;
- [0043] 步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备成内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体;
- [0044] 步骤6、将步骤5得到的内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;

- [0045] 步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得方铅矿电极。
- [0046] 步骤1挑选方铅矿颗粒的方法为：将含有方铅矿的岩石碎成80-100目，在双目镜下挑选出纯度为95%以上的方铅矿。
- [0047] 步骤2所述方铅矿颗粒清洗后烘干的方法为：用丙酮超声清洗10-20min，再用无水乙醇清洗，然后置于烘箱中以30-60℃温度烘干5-30min。
- [0048] 步骤5所述制备内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为：将氯化钠粉末在粉末压片机中压成圆柱状，然后将用银箔包裹的方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置，加入氯化钠覆盖。在粉末压片机中1MPa条件下压实，得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体，完成样品准备。
- [0049] 步骤6所述样品放入高压组装块内，其实现方法包括：
- [0050] 步骤6.1、选取一块叶腊石块，在叶腊石块中心打一个圆形通孔；
- [0051] 步骤6.2、在圆形通孔内套一个圆形的石墨加热炉；
- [0052] 步骤6.3、石墨加热炉中间放置内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体样品；
- [0053] 步骤6.4、将圆形石墨加热炉上下两端用叶腊石堵头密封。
- [0054] 步骤6所述的加温加压烧结是将高压组装块放入6*600t六面顶压机中加温加压烧结，设定压力为0.2-2.0 GPa，设定温度为200-700℃，反应时间10-90min。
- [0055] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0056] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光，其方法为：
- [0057] 步骤7.1、将烧结完成后的方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上；
- [0058] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的方铅矿圆柱体加工成圆台；
- [0059] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光；
- [0060] 步骤7.4、将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min，自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。
- [0061] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0062] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光，其方法为：
- [0063] 步骤7.1、将烧结完成后的方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上；
- [0064] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的方铅矿圆柱体加工成圆台；
- [0065] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光；
- [0066] 步骤7.4、将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min，自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。
- [0067] 实施案例1：
- [0068] 将含有方铅矿的岩石碎成80-100目，在双目镜下挑选出纯度大于95%的方铅矿颗粒，用丙酮超声清洗10-20min，再用无水乙醇清洗干净，然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min后烘干备用。称取1.2g方铅矿颗粒，将其研磨成200目以上的粉末，在粉末压片机中1MPa条件下压成圆柱体，用银箔包裹。称取氯化钠也将其研磨成200目以上的粉末，置于烘箱中150℃温度下2h后烘干作为传压介质备用。称取0.67g氯化钠，在粉末压片机中压成圆柱状，然后将方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置，再倒入0.75g氯化钠覆盖，在粉末压片中1MPa条件下压实，得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体，完成样品准备。高压组装块组装方式：

[0069] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔；

[0070] ② 叶腊石块孔里面套一个外径为14mm,内径为10mm的石墨加热炉；

[0071] ③ 石墨加热炉中间放内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。

[0072] 至此,高压组装块完成,其中高压组装块涉及到的尺寸可根据方铅矿电极的尺寸来具体确定;该组装块中,叶腊石和氯化钠作传压介质,石墨炉作加热炉,热电偶作控温装置。本发明高压组装块的优点是:① 使用热电偶控温,加热系统通过热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的实时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;② 叶腊石作为一级传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性,氯化钠是一种低剪切材料,作为二级传压介质,使腔体中的压力比较均匀,且其密封性好;③ 石墨炉作为加热炉,温度均匀性高。高压组装块完成后,将其放入国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为2 GPa,设定温度为700℃,反应时间为90min,反应完成后,将样品取出,得到纯度大于95%,密度为7.0-7.5的方铅矿圆柱体。本发明高温高压反应条件设定的优点是:① 设定的温度压力条件是方铅矿稳定的条件,在此条件下,方铅矿不会转变为其他物质;② 选取的温度压力条件有利于方铅矿重结晶,能够得到电极所要硬度。将纯方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上,用磨床将上述烧结成形的圆柱体加工成圆台,并将圆台的大小端面打磨抛光。将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min,自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。

[0073] 实施案例2:

[0074] 将含有方铅矿的岩石碎成80-100目,在双目镜下挑选出纯度大于95%的方铅矿颗粒,用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗干净,然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min后烘干备用。称取1.2g方铅矿颗粒,将其研磨成粉末,在粉末压片机中1MPa条件下压成圆柱体,用银箔包裹。称取氯化钠也将其研磨成200目以上的粉末,置于烘箱中150℃温度下2h后烘干作为传压介质备用。称取0.67g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片中1MPa条件下压实,得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。高压组装块组装方式:

[0075] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔；

[0076] ② 叶腊石块孔里面套一个外径为14mm,内径为10mm的石墨加热炉；

[0077] ③ 石墨加热炉中间放内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。

[0078] 至此,高压组装块完成,其中高压组装块涉及到的尺寸可根据方铅矿电极的尺寸

来具体确定;该组装块中,叶腊石和氯化钠作传压介质,石墨炉作加热炉,热电偶作控温装置。本发明高压组装块的优点是:① 使用热电偶控温,加热系统通过热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;② 叶腊石作为一级传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性,氯化钠是一种低剪切材料,作为二级传压介质,使腔体中的压力比较均匀,且其密封性好;③ 石墨炉作为加热炉,温度均匀性高。高压组装块完成后,将其放入国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.2 GPa,设定温度为400℃,反应时间为40min,反应完成后,将样品取出,得到纯度大于95%,密度为7.0-7.5的方铅矿圆柱体。本发明高温高压实验条件设定的优点是:① 设定的温度压力条件是方铅矿稳定的条件,在此条件下,方铅矿不会转变为其他物质;② 选取的温度压力条件有利于方铅矿重结晶,能够得到电极所要硬度。将纯方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上,用磨床将上述烧结成形的圆柱体加工成圆台,并将圆台的大小端面打磨抛光。将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min,自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。

[0079] 实施案例3:

[0080] 将含有方铅矿的岩石碎成80-100目,在双目镜下挑选出纯度大于95%的方铅矿颗粒,用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗干净,然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min后烘干备用。称取1.2g方铅矿颗粒,将其研磨成粉末,在粉末压片机中1MPa条件下压成圆柱体,用银箔包裹。称取氯化钠也将其研磨成200目以上的粉末,置于烘箱中150℃温度下2h后烘干作为传压介质备用。称取0.67g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将方铅矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片中1MPa条件下压实,得到内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。高压组装块组装方式:

[0081] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔;

[0082] ② 叶腊石块孔里面套一个外径为14mm,内径为10mm的石墨加热炉;

[0083] ③ 石墨加热炉中间放内含方铅矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。

[0084] 至此,高压组装块完成,其中高压组装块涉及到的尺寸可根据方铅矿电极的尺寸来具体确定;该组装块中,叶腊石和氯化钠作传压介质,石墨炉作加热炉,热电偶作控温装置。本发明高压组装块的优点是:① 使用热电偶控温,加热系统通过热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;② 叶腊石作为一级传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性,氯化钠是一种低剪切材料,作为二级传压介质,使腔体中的压力比较均匀,且其

密封性好；③ 石墨炉作为加热炉，温度均匀性高。高压组装块完成后，将其放入国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结，设定压力为1 GPa，设定温度为500℃，反应时间为90min，反应完成后，将样品取出，得到纯度大于95%，密度为7.0-7.5的方铅矿圆柱体。本发明高温高压实验条件设定的优点是：① 设定的温度压力条件是方铅矿稳定的条件，在此条件下，方铅矿不会转变为其他物质；② 选取的温度压力条件有利于方铅矿重结晶，能够得到电极所要硬度。将纯方铅矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上，用磨床将上述烧结成形的圆柱体加工成圆台，并将圆台的大小端面打磨抛光。将抛光后的圆台在丙酮中超声清洗10-20min，自然晾干后放入惰性气体氛围或真空环境中保存备用。