



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105973796 B

(45)授权公告日 2019.03.08

(21)申请号 201610464243.X

(22)申请日 2016.06.24

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105973796 A

(43)申请公布日 2016.09.28

(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

(72)发明人 李和平 王璐颖 梁文

(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 17/02(2006.01)

G01N 27/30(2006.01)

(56)对比文件

CN 203396743 U,2014.01.15,

CN 103439384 A,2013.12.11,

CN 1603282 A,2005.04.06,

CN 204107471 U,2015.01.21,

JP 2013155416 A,2013.08.15,

审查员 张爽

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种黄铜矿电极的制备方法

(57)摘要

一种黄铜矿电极的制备方法,包括挑选黄铜矿颗粒;将黄铜矿颗粒清洗后烘干备用;称取烘干后的黄铜矿颗粒0.5-0.7g,将其磨成200目以上的粉末,在粉末压片机中以2MPa压力将黄铜矿粉末压成黄铜矿圆柱体并用银箔包裹;称取1.2-1.4g氯化钠将其磨成200目以上粉末,将氯化钠粉末放置在烘箱中以150℃温度烘干1-5小时;用烘干后氯化钠粉末制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体;将得到的氯化钠圆柱体放入高压组装机内,进行加温加压烧结;烧结完成后的样品打磨抛光即得黄铜矿电极;解决了黄铜矿性脆,延展性差以及黄铜矿与其他硫化物矿物共生影响黄铜矿电化学腐蚀结果等因素,存在的黄铜矿电极很难加工制备等问题。

1. 一种黄铜矿电极的制备方法,它包括
步骤1、挑选黄铜矿颗粒;
步骤2、将黄铜矿颗粒清洗后烘干备用;
步骤3、称取烘干后的黄铜矿颗粒0.5-0.7g,将其磨成200目以上的粉末,在粉末压片机中以2MPa压力将黄铜矿粉末压成黄铜矿圆柱体并用银箔包裹;
步骤4、称取1.2-1.4g氯化钠将其磨成200目以上粉末,将氯化钠粉末放置在烘箱中以150℃温度烘干1-5小时;
步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体;
步骤6、将步骤5得到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国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.25-1.75 GPa,设定温度为200-700℃,反应时间为20-90min;
步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得黄铜矿电极。
2. 根据权利要求1所述的一种黄铜矿电极的制备方法,其特征在于:步骤1挑选黄铜矿颗粒的方法为:将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒。
3. 根据权利要求1所述的一种黄铜矿电极的制备方法,其特征在于:步骤2所述黄铜矿颗粒清洗后烘干方法为:用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗,然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min。
4. 根据权利要求1所述的一种黄铜矿电极的制备方法,其特征在于:步骤5所述制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为:称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将用银箔包裹的黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片机中4MPa条件下压实,得到内含黄铜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所述的一种黄铜矿电极的制备方法,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、在圆形通孔内放置一个圆形的石墨加热炉;
步骤6.3、在石墨加热炉中间放置内含黄铜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所述的一种黄铜矿电极的制备方法,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所述的一种黄铜矿电极的制备方法,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、将烧结完成后的黄铜矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上;
步骤7.2、用磨床将烧结完成后的黄铜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。

一种黄铜矿电极的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于黄铜矿电极制备技术,尤其涉及一种黄铜矿电极的制备方法。

背景技术

[0002] 黄铜矿作为工业炼铜的重要矿产原料,其成因分为岩浆型、接触交代型和热液型。研究黄铜矿在水热体系中的电化学氧化行为,有助于了解岩浆矿床和热液矿床的产生、组成及变化过程,并为高温湿法冶金提供理论依据。在自然界中,黄铜矿往往和其他硫化物矿物共生,而共生矿物间的原电池作用会影响黄铜矿电化学腐蚀结果。此外,黄铜矿性脆,延展性差,很难加工成电化学研究所需要的电极。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题:提供一种黄铜矿电极的制备方法,以解决现有技术黄铜矿性脆,延展性差以及黄铜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黄铜矿电化学腐蚀结果等因素,存在的黄铜矿电极很难加工制备等技术问题。

[0004] 本发明技术方案:

[0005] 一种黄铜矿电极的制备方法,它包括

[0006] 步骤1、挑选黄铜矿颗粒;

[0007] 步骤2、将黄铜矿颗粒清洗后烘干备用;

[0008] 步骤3、称取烘干后的黄铜矿颗粒0.5-0.7g,将其磨成200目以上的粉末,在粉末压片机中以2MPa压力将黄铜矿粉末压成黄铜矿圆柱体并用银箔包裹;

[0009] 步骤4、称取1.2-1.4g氯化钠将其磨成200目以上粉末,将氯化钠粉末放置在烘箱中以150℃温度烘干1-5小时;

[0010] 步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体;

[0011] 步骤6、将步骤5得到的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;

[0012] 步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得黄铜矿电极。

[0013] 步骤1挑选黄铜矿颗粒的方法为:将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒。

[0014] 步骤2所述黄铜矿颗粒清洗后烘干方法为:用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗,然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min。

[0015] 步骤5所述制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为:称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将用银箔包裹的黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片机中4MPa条件下压实,得到内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。

[0016] 步骤6所述样品放入高压组装块内,其实现方法包括:

[0017] 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;

[0018] 步骤6.2、在圆形通孔内放置一个圆形的石墨加热炉;

- [0019] 步骤6.3、在石墨加热炉中间放置内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体样品；
- [0020] 步骤6.4、将圆形石墨加热炉上下两端用叶腊石堵头密封。
- [0021] 步骤6所述的加温加压烧结是将高压组装块放入国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.25-1.75 GPa,设定温度为200-700℃,反应时间为20-90min。
- [0022] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0023] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光,其方法为:
- [0024] 步骤7.1、将烧结完成后的黄铜矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上；
- [0025] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的黄铜矿圆柱体加工成圆台；
- [0026] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光；
- [0027] 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。
- [0028] 本发明的有益效果:
- [0029] 本发明在高温高压的条件下,以挑选的黄铜矿为原料,在黄铜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,使黄铜矿粉末形成块材,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黄铜矿电极;解决了现有技术黄铜矿性脆,延展性差以及黄铜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黄铜矿电化学腐蚀结果等因素,存在的黄铜矿电极很难加工制备等技术问题。
- [0030] 具体实施方式:
- [0031] 一种黄铜矿电极的制备方法,它包括
- [0032] 步骤1、挑选黄铜矿颗粒;
- [0033] 步骤2、将黄铜矿颗粒清洗后烘干备用;
- [0034] 步骤3、称取烘干后的黄铜矿颗粒0.5-0.7g,将其磨成200目以上的粉末,在粉末压片机中以2MPa压力将黄铜矿粉末压成黄铜矿圆柱体并用银箔包裹;
- [0035] 步骤4、称取1.2-1.4g氯化钠将其磨成200目以上粉末,将氯化钠粉末放置在烘箱中以150℃温度烘干1-5小时;
- [0036] 步骤5、用烘干后的氯化钠粉末制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体;
- [0037] 步骤6、将步骤5得到的氯化钠圆柱体放入高压组装块内,进行加温加压烧结;
- [0038] 步骤7、烧结完成后的样品打磨抛光即得黄铜矿电极。
- [0039] 步骤1挑选黄铜矿颗粒的方法为:将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒。
- [0040] 步骤2所述黄铜矿颗粒清洗后烘干方法为:用丙酮超声清洗10-20min,再用无水乙醇清洗,然后置于烘箱中30-60℃温度下5-30min。
- [0041] 步骤5所述制备内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体的方法为:称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将用银箔包裹的黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片机中4MPa条件下压实,得到内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体,完成样品准备。
- [0042] 步骤6所述样品放入高压组装块内,其实现方法包括:
- [0043] 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;

- [0044] 步骤6.2、在圆形通孔内放置一个圆形的石墨加热炉；
- [0045] 步骤6.3、在石墨加热炉中间放置内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体样品；
- [0046] 步骤6.4、将圆形石墨加热炉上下两端用叶腊石堵头密封。
- [0047] 步骤6所述的加温加压烧结是将高压组装块放入国产6*600t六面顶压机中加温加压烧结,设定压力为0.25-1.75 GPa,设定温度为200-700℃,反应时间为20-90min。
- [0048] 所述高压组装块内设置有热电偶。
- [0049] 步骤7所述的将烧结完成后的样品打磨抛光,其方法为:
- [0050] 步骤7.1、将烧结完成后的黄铜矿圆柱体用AB胶粘在钛棒上；
- [0051] 步骤7.2、用磨床将烧结完成后的黄铜矿圆柱体加工成圆台；
- [0052] 步骤7.3、将圆台的大小端面打磨抛光；
- [0053] 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。
- [0054] 实施案例1:
- [0055] 将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒,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0.5g-0.7g黄铜矿颗粒,将其磨成200目以上粉末,在粉末压片机中2MPa条件下压成圆柱体,用铝箔包裹。称取1.2-1.4g氯化钠也将其磨成200目以上粉末,置于烘箱中150℃温度下1-5h后烘干备用。称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片中4MPa条件下压实,得到内含黄铜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:
- [0056] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔；
- [0057] 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；
- [0058] ③ 石墨加热炉中间放内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。
- [0059] 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黄铜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,可防止实验过程中氧气进入,使样品氧化;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1.75 GPa,设定温度为200℃,反应时间为90min,反应完成后,将样品取出,得到纯度为99%-100%,密度为4.1-4.3的黄铜矿圆柱体。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黄铜矿稳定的条件,在此条件下,黄铜矿不会转变为其他物质;② 选取的温度压力条件有利于黄铜矿重结晶,能够得到电极所要硬度。将纯黄铜矿圆柱体用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。

[0060] 实施案例2:

[0061] 将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒,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0.5g-0.7g黄铜矿颗粒,将其磨成200目以上粉末,在粉末压片机中2MPa条件下压成圆柱体,用银箔包裹。称取1.2-1.4g氯化钠也将其磨成200目以上粉末,置于烘箱中150℃温度下1-5h后烘干备用。称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g氯化钠覆盖,在粉末压片中4MPa条件下压实,得到内含黄铜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:

[0062] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔;

[0063] 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;

[0064] ③ 石墨加热炉中间放内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。

[0065] 至此,高压组装块完成。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。该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,可防止实验过程中氧气进入,使样品氧化;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0.8 GPa,设定温度为350℃,反应时间为60min,反应完后,将样品取出,得到纯度为99%-100%,密度为4.1-4.3的黄铜矿圆柱体。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黄铜矿稳定的条件,在此条件下,黄铜矿不会转变为其他物质;

② 选取的温度压力条件有利于黄铜矿重结晶,能够得到电极所要硬度。将纯黄铜矿圆柱体用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。

[0066] 实施案例3:

[0067] 将含有黄铜矿的岩石碎成40-60目,在双目镜下挑选出纯度为99%-100%的黄铜矿颗粒,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0.5g-0.7g黄铜矿颗粒,将其磨成200目以上粉末,在粉末压片机中2MPa条件下压成圆柱体,用银箔包裹。称取1.2-1.4g氯化钠也将其磨成200目以上粉末,置于烘箱中100-120℃温度下1-5h后烘干备用。称取0.55-0.65g氯化钠,在粉末压片机中压成圆柱状,然后将黄铜矿圆柱体放在氯化钠圆柱体上表面的中间位置,再倒入0.65-0.75g

氯化钠覆盖,在粉末压片中4MPa条件下压实,得到内含黄铜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:

[0068] ① 32×32mm的叶腊石块中心打直径为14mm的通孔;

[0069] 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;

[0070] ③ 石墨加热炉中间放内含黄铜矿圆柱体的氯化钠圆柱体,上下为直径为10mm的叶腊石堵头。

[0071] 至此,高压组装块完成。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。该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,可防止实验过程中氧气进入,使样品氧化;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0.25GPa,设定温度为700℃,反应时间为20min,反应完成后,将样品取出,得到纯度为99%-100%,密度为4.1-4.3的黄铜矿圆柱体。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黄铜矿稳定的条件,在此条件下,黄铜矿不会转变为其他物质;② 选取的温度压力条件有利于黄铜矿重结晶,能够得到电极所要硬度。将纯黄铜矿圆柱体用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。