

УДК 543.05, 543.06, 543.08

**УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА
СОСТАВА МИНЕРАЛОВ НА КОНВЕЙЕРЕ В РЕЖИМЕ РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ**

В. Кондратьев, К. Ландман, А. Соколов, В. Гостило

*ООО “Baltic Scientific Instruments”,
E-mail: office@bsi.lv, ул. Рамулю, 3, LV-1005, г. Рига, Латвия*

Приведены результаты модернизации онлайн-анализа состава материалов на конвейере с помощью рентгенофлуоресцентного анализатора. Улучшены метрологические характеристики анализатора за счет использования в приборной части современных электронных компонентов и разработанного аналитического программного обеспечения.

Рентгенофлуоресцентный анализ, горные породы, онлайн-анализатор CON-X

DOI: 10.15372/FTPRPI20200619

Быстрый и точный анализ содержимого породы, руды или концентрата — важный фактор обеспечения эффективной работы горнодобывающих и обогатительных предприятий. В настоящее время разработано множество методик, позволяющих точно определять состав подготовленных образцов, но это сложно осуществить в производственных масштабах без увеличения длительности самого исследования [1 – 5].

Производственный анализ выполняют в технологическом потоке без отбора проб, исключая человеческий фактор [6]. Автоматизированные системы для непрерывного испытания основываются на ядерно-физических методах: радиометрии, нейтронно-, гамма-активационном и рентгенофлуоресцентном анализе [6 – 9].

В [10, 11] приведено описание промышленного конвейерного рентгенофлуоресцентного анализатора CON-X для оценки состава материала и исследования состава железной руды с содержанием хрома в режиме реального времени. Данный анализатор с необходимой точностью позволяет проводить количественный онлайн-анализ калийных, фосфатных медно-никелевых и ураново-ториевых материалов [12 – 17].

Технологические проблемы, возникающие на горнодобывающих и перерабатывающих предприятиях, требуют наличия аналитического оборудования с более высокой производительностью. Цель настоящей работы — модернизация анализатора CON-X с учетом его новых возможностей по определению состава материалов на конвейере.

УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ АНАЛИЗАТОРА CON-X

Принцип рентгенофлуоресцентного анализа состава минералов на анализаторе CON-X представлен на рис. 1. Излучение 2 из рентгеновской трубки 1, проходя через радиационный фильтр и коллиматор 3, попадает на анализируемый образец 4, движущийся по конвейеру 5. Флуоресценция образца 6 регистрируется детектором 7, сигнал которого обрабатывается и сохраняется в многоканальном анализаторе 8. Спектр собирается в течение заданного времени измерения и передается через интерфейс RS-485 в компьютер 9, который может находиться на расстоянии до 1.5 км, а передача данных по стандарту Ethernet не ограничивает удаленность оператора. Программное обеспечение, установленное на компьютере, выполняет обработку спектра, определяет интенсивность спектральных линий и рассчитывает концентрации элементов в анализируемом материале.

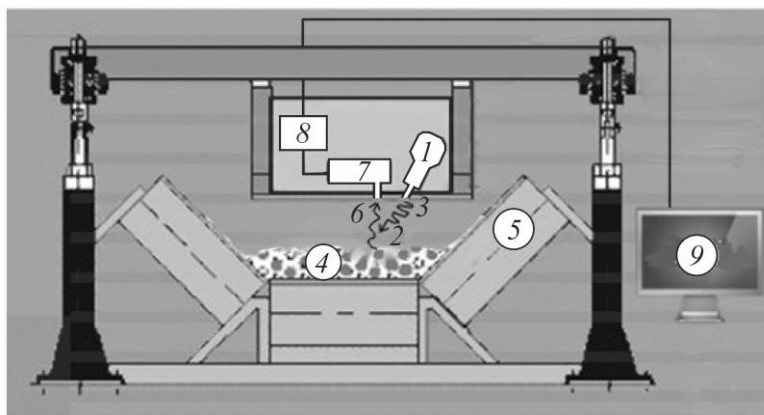


Рис. 1. Принцип работы рентгенофлуоресцентного анализатора CON-X в режиме реального времени

МОДЕРНИЗАЦИЯ КОНСТРУКЦИИ АНАЛИЗАТОРА CON-X

При создании новой версии анализатора его внешняя конструкция сохранилась, но ширина корпуса уменьшилась, что позволило использовать его на конвейерах с более узкой транспортирующей лентой (250 мм и более). На рис. 2 приведена фотография анализатора CON-X при одном из возможных размещений на предприятии. Герметичный двухкамерный корпус заполнен инертным газом. Во время работы анализатор можно мыть снаружи водой. Все переключающие приборы соответствуют стандарту степени защиты устройства IP67.



Рис. 2. Внешний вид промышленного онлайн-анализатора CON-X

Внутренний дизайн анализатора изменили для получения более высоких эксплуатационных характеристик. С помощью имитационного моделирования разработан новый измерительный блок, обеспечивающий оптимальное расположение рентгеновской трубки и детектора относительно материала на конвейере. Это позволило исследовать горную породу с расстояния 5–300 мм. С помощью изменения конструкции измерительного блока можно установить рентгеновские трубки с различными анодными материалами в зависимости от поставленной задачи, а внутренней компоновки — теплообменивающие панели по всему корпусу вместо одной из стенок, что расширяет температурный диапазон анализатора с -35 до $+55$ °С.

Метрологические характеристики анализатора улучшены за счет увеличения площади кремниевого дрейфового детектора с 10 до 25 мм², что повысило эффективность регистрации данных и обеспечило экономию времени. Полученные результаты важны в условиях производства с использованием конвейера. Энергетическое разрешение осталось на прежнем уровне: не более 150 эВ при энергии 5.9 кэВ.

Для обработки сигналов от детектора разработано новое спектрометрическое устройство, обладающее повышенной скоростью обработки данных (до $3 \cdot 10^5$ имп./с) и возможностью анализа скорости подсчета в определенных энергетических диапазонах. Такой прибор может применяться для исследования и сортировки образцов. В анализаторе используется дополнительный микропроцессорный блок, формирующий управляющие сигналы для внешних устройств, что позволяет организовать автоматическую сортировку образцов. Микропроцессорная система имеет четыре внешних входа управления для смены режима работы анализатора, т. е. входы и выходы установки оптически изолированы.

Для увеличения точности определения концентрации элементов, входящих в состав руды, которая движется по конвейеру, в конструкцию анализатора встроены: дальномер, измеряющий расстояние до руды; внешний измеритель влажности, учитывающий содержание влаги в материале; устройство автоматического размещения калиброванной пробы для оперативной корректировки результатов анализа во время работы. Для визуального контроля анализатора на конвейерной ленте можно задействовать внешнюю встроенную видеокамеру.

Анализатор может работать через линию связи с внешним ПК через интерфейсы для цифровой передачи данных: RS-232, RS-485, USB и оптический кабель. Во время сервисных работ к нему можно подключить ноутбук без разборки анализатора. Входные и выходные цепи анализатора защищены от статического электричества разрядными устройствами и цепью напряжения питания для повышения надежности его работы в промышленных условиях. Анализатор можно подключать к электрическим сетям различных стандартов с переменным током 100–240 Вт и частотой 50–60 Гц. CON-X сертифицирован на соответствие стандартам радиационной и электробезопасности, а также электромагнитной совместимости.

ОБНОВЛЕНИЕ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Для расчета концентрации элементов, которые содержатся в руде, движущейся по конвейеру, анализатор должен иметь необходимое программное обеспечение. Ранее для анализа и расчета использовался программный пакет MSPA_B300 (BSIKit) [10, 12–17], который, несмотря на простой и удобный интерфейс, рассчитывает концентрацию элементов в руде на конвейер-

ной ленте при помощи только эмпирических методик и требует достаточное количество калибровочных проб. Пакет MSPA_B300 имеет ручной и автоматический набор рентгеновских спектров, расчет концентраций различных химических элементов и молекул, обработку полученных данных (хранение, передачу и отображение) и позволяет рассчитывать концентрации по методу фундаментальных параметров с эмпирической коррекцией. Коэффициенты сначала должны быть откалиброваны в соответствии с результатами измерений относительно эталонного значения. Подробная информация об особенностях MSPA_B300 описана в [10].

Новая версия анализатора CON-X оснащена более современным программным пакетом XRS-FP [18], что позволяет удобно обрабатывать полученный спектр, включая устранение искажений, сглаживание, автоматическое исключение повторяющихся элементов, маскировку фона, улавливание сигналов и упругое рассеяние электромагнитного излучения на свободных электронах (эффект Комптона) или других неанализируемых образцах.

В отличие от пакета MSPA_B300, в XRS-FP метод фундаментальных параметров основан на большем количестве входных данных, что усложняет процесс анализа, обеспечивая более точные результаты. Входные данные включают в себя: параметры рентгеновской трубки (тип трубки, анодную мишень и ее толщину, угол падения электронов на мишень, угол подъема мишени, толщину бериллиевого окна, фильтры, напряжение, ток); параметры детектора (тип, площадь и толщину детектора; толщину мертвого слоя; энергетическое разрешение и параметры бериллиевого окна); параметры расположения элементов анализатора (расстояние от образца до детектора и рентгеновской трубки, углы падения первичного и вторичного излучения, геометрию всех коллиматоров и угол рассеяния). К параметрам также относятся внешние условия, например окружающая среда.

Важная характеристика метода фундаментальных параметров в пакете XRS-FP — способность работать не только с эмпирической коррекцией, т. е. с эталонной выборкой, но и без нее. Это означает, что с его помощью можно проводить рентгенофлуоресцентный анализ без калибровочных образцов.

Известно, что элементы с атомным номером $Z < 12$ не могут анализироваться рентгенофлуоресцентным методом [7, 9]. Для этого необходимы косвенные методы, например применение пакета XRS-FP. Анализ матриц света в XRS-FP происходит путем обработки соотношения эффекта Комптона и рэлеевского рассеяния. Гибкость программы позволяет вычислять световые элементы по разнице, если содержание образца известно и нормализовано до 100 %, или путем выбора концентрации фиксированного светового элемента, если его содержание не меняется от одного образца к другому. Пакет XRS-FP имеет удобную графическую статистику по большому количеству радиоспектров, что ускоряет обработку и анализ данных.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты анализа, полученные с помощью программного пакета XRS-FP, отображаются на экране компьютера в таблицах и графически в режиме реального времени. На рис. 3 представлены данные измерений концентрации оксида хрома в руде на конвейере одного из горнодобывающих предприятий. Опыт работы с онлайн-анализатором CON-X показал, что при использовании подобных рентгенофлуоресцентных устройств результаты не отличаются от достигнутых традиционным химическим методом.

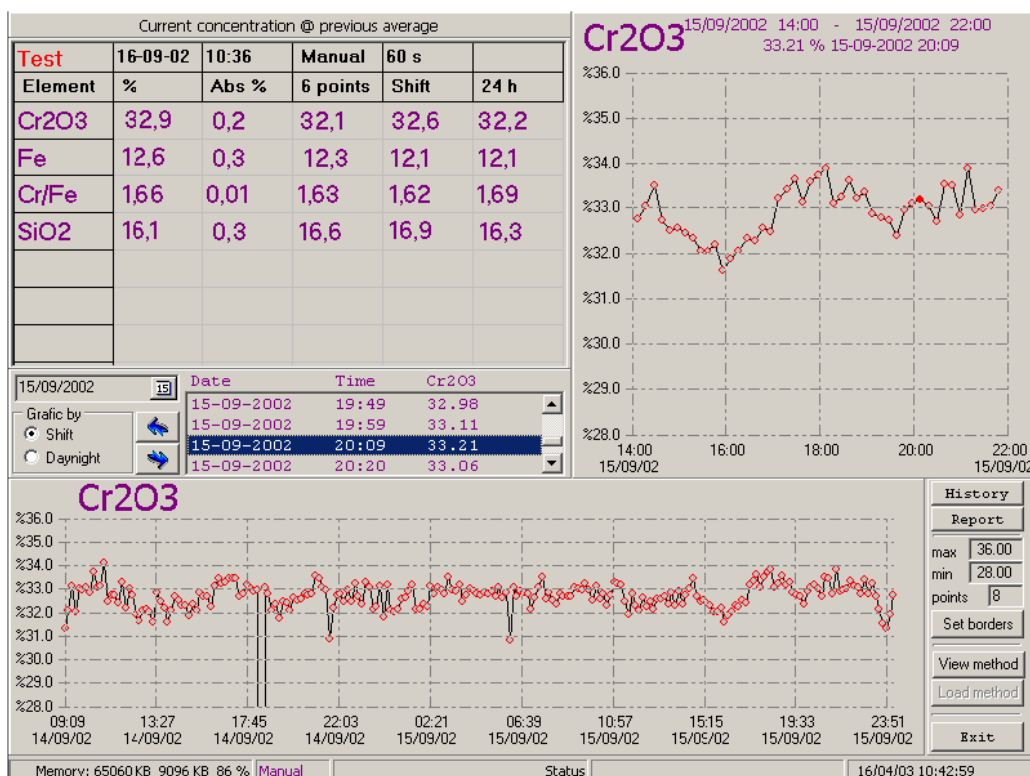


Рис. 3. Снимок экрана компьютера, отображающий состав руды, которая движется по конвейеру

На рис. 4 приведены значения концентрации железа в руде, полученные с помощью анализатора CON-X (кривая 1) и традиционным химическим методом на отобранных пробах в лаборатории предприятия (кривая 2). Выявлено, что величины концентрации не отличаются друг от друга более чем на 2%. В таблице представлены данные о расхождении между концентрациями минералов и элементов, определяемыми обоими методами в различных областях применения.

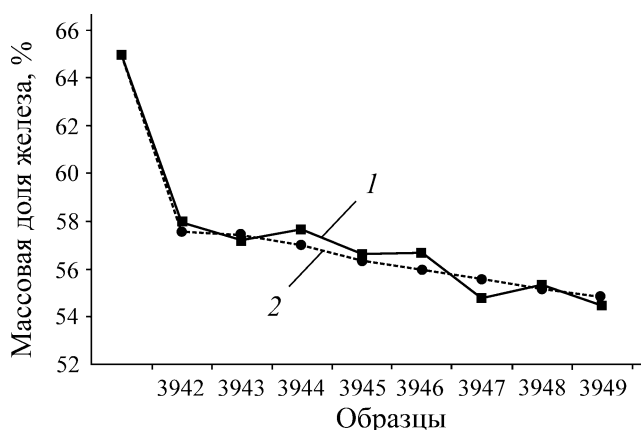


Рис. 4. Данные о концентрации железа в руде, полученные с помощью онлайн-анализатора CON-X (1) и традиционного метода анализа состава вещества (2)

Измерения концентрации элементов в руде на конвейере в режиме реального времени показали те же результаты, что и в заводской лаборатории. Но результаты анализа из химической лаборатории получены через несколько часов после отбора образцов. Онлайн-анализатор CON-X позволяет принимать оперативные решения, поскольку обеспечивает передачу данных о составе минералов в режиме реального времени.

Расхождение между концентрациями минералов и элементов, определяемое с помощью анализатора CON-X и традиционным химическим методом, в различных областях применения, %

Минерал/элемент	Концентрация	Процент расхождения	Источник
Cr ₂ O ₃	33	2.5	[8]
U ₂ O ₃	10	≤ 1.0	[10]
Cu	15–21	≤ 3.3	[11]
Zn	2–3	≤ 5.0	[11]
S	25–32	≤ 4.0	[11]
Pb	1–3	≤ 7.0	[11]
KCl	26–38	1.3	[13]
P ₂ O ₅	1–25	≤ 2.0	[14]

ВЫВОДЫ

Результаты работы онлайн-анализаторов для определения элементного состава руды, движущейся по конвейеру, показали, что концентрации находятся в соответствии со значениями, полученными традиционным химическим анализом. Модернизация рентгенофлуоресцентного анализатора CON-X и использование более современного программного обеспечения улучшает метрологические характеристики анализа и расширяет его область применения (сепарацию и сортировку руды по концентрации элемента и регистрацию легких элементов).

Авторы благодарят М. Халлера (CrossRoads Scientific LLC) за предоставленную возможность обсудить особенности пакета программного обеспечения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Whiten B.** Calculation of mineral composition from chemical assays, *Miner. Process. Extr. Metall. Rev.*, 2007, Vol. 29, Issue 2. — P. 83–97.
2. **Coomber D.** Radiochemical methods in analysis, Springer, 1975.
3. **Gandhi S. M. and Sarkar B. C.** Essentials of mineral exploration and evaluation, Elsevier, 2016.
4. **Gromov E. V., Biryukov V. V., and Zotov A. M.** Solving problems in ore mining and processing using information technologies, *J. Min. Sci.*, 2018, Vol. 54, No. 6. — P. 995–1003.
5. **Rostovtsev V. I., Kondrat'ev S. A., and Baksheeva I. I.** Improvement of copper-nickel ore concentration under energy deposition, *J. Min. Sci.*, 2017, Vol. 53, No. 5. — P. 907–914.
6. **Volkov A. I. and Alov N. V.** Automated systems for determining the chemical composition of bulk and lump materials on a conveyor (overview), *Problems Ferrous Metal. Mater. Sci.*, 2011, No. 2. — P. 75–88.
7. **Beckhoff B., Kanngießer B., Langhoff N., Wedell R., and Wolff H.** Handbook of practical X-Ray fluorescence analysis, Springer, 2006.
8. **Molnar G.** Handbook of prompt gamma activation analysis, Springer, 2004.
9. **X-Ray spectrometry: Recent technological advances**, ed. by K. Tsuji, J. Injuk, R. Van Grieken, John Wiley and Sons Ltd., 2004.
10. **Sokolov A., Docenko D., Bliakher E., et al.** On-line analysis of chrome-iron ores on a conveyor belt using X-Ray fluorescence analysis, *X-Ray Spectrometry*, 2005, Vol. 34. — P. 456–459.
11. **Baltic scientific instruments.** On-line XRF conveyor analyzer CON-X, 2019. <http://bsi.lv/en/products/xrf-analyzers/line-xrf-conveyor-analyzer-con-x>.

12. **Hasikova E. I., Sokolov A. D., and Titov V. L.** Quantitative analysis of uranium and thorium containing materials using industrial on-line XRF analyzer, ALTA U-REE, 2017. — P. 289–299.
13. **Hasikova E. I., Sokolov A. D., and Titov V. L.** Real-time X-Ray fluorescence analysis of copper-nickel materials flow on conveyor belt, ALTA Ni-Co-Cu, 2017. — P. 326–333.
14. **Hasikova J., Sokolov A., and Titov V.** On-line X-Ray fluorescence analysis of uranium and thorium materials in mining and processing industry “Uranium — past and future challenges”, Proc. 7th Int. Conf. Uranium Min. Hydrogeol., Springer, 2014. — 793 p.
15. **Hasikova J., Titov V., Sokolov A., and Gostilo V.** On-line XRF analysis of potash materials at various stages of processing, Can. Inst. Min. Metall. Pet. — CIM J., 2014, Vol. 5, No. 4. — P. 256–260.
16. **Hasikova J., Sokolov A., Titov V., and Dirba A.** On-line XRF analysis of phosphate materials at various stages of processing, Procedia Eng., 2014, Vol. 83. — P. 455–461.
17. **Docenko D., Gostilo V., Sokolov A., and Rozite A.** On-line measurement of uranium in ores using, URAM 2009 Proc., Vienna, 2009. — P. 22–26.
18. **Crossroads scientific.** Software XRS-FP, 2019. <https://crossroadsscientific.com/xrs-fp.html>.

Поступила в редакцию 15/XI 2019

После доработки 01/XI 2020

Принята к публикации 03/XI 2020