

ОПРЕДЕЛЕНИЯ Fe, Co, Ni, Cu и S В ПУЛЬПОВЫХ ПРОДУКТАХ НА ПОТОКОВОМ РЕНТГЕНОВСКОМ АНАЛИЗАТОРЕ AP-35

ВВЕДЕНИЕ

1.1 Определение средних элементов в полиметаллических рудах

Анализ содержания железа Fe, кобальта Co, никеля Ni и меди Cu в ходе технологического процесса обогащения полиметаллических руд методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) и поточным рентгеновским анализатором AP-35 является типовой задачей и не представляет каких-либо трудностей.



1.2 Определение лёгких элементов в полиметаллических рудах



Определение лёгких элементов методом РФА затруднено тем, что флуоресцентные линии этих элементов сильно поглощаются воздухом, а также материалами разделительных окон на всём пути от образца до рабочей среды детектора.

Прямой анализ серы S без дополнительных доработок, уменьшающих поглощение линий легких элементов, невозможен ввиду практически полного поглощения линий $SK_{\alpha, \beta}$ объёмом воздуха между образцом и рабочей поверхностью детектора.

АППАРАТУРА И МЕТОДЫ

Для проведения измерений пульповых проб использовалась конфигурация анализатора AP-35, включающая:

- рентгеновская трубка с Pd анодом;
- спектрометрические каналы на линии FeK_{α} , CoK_{α} , NiK_{α} , CuK_{α} , SK_{α} и рассеянное излучение $Pd_{\text{нкг}}$;
- пневматическая заслонка с фильтром первичного рентгеновского излучения;
- измерительная кювета с рабочей и защитной плёнкой ПЭТ.

При проведении измерений применялись два режима, отличающихся использованием фильтрации первичного рентгеновского излучения.

ИСПЫТАНИЯ НА РЕАЛЬНЫХ ОБРАЗЦАХ ПУЛЬПЫ

В качестве объектов испытаний использовался комплект из 16 проб, представленных четырьмя технологическими продуктами:

- Сгущённый никелевый концентрат;
- Никель-пирротиновый концентрат;
- Металлосодержащий продукт;
- Сгущённый никель-сульфидный концентрат.

Параметры построенных градуировочных зависимостей:

Элемент	Диапазон содержания, %	Регрессионное уравнение	Остаточная погрешность градуировки σ , % масс.	Линейный коэффициент корреляции, R
Fe	от 26.6 до 42.5	$C_P = a_0 + a_1 I_{FeK\alpha} + a_2 I_{CuK\alpha} + a_3 I_{PI}$	0.503	1
Co	от 0.034 до 0.371	$C_P = a_0 + a_1 I_{CoK\alpha} + a_2 I_{CuK\alpha} + a_3 I_{FeK\alpha}$	0.0055	1
Ni	от 0.87 до 8.51	$C_P = a_0 + a_1 I_{CoK\alpha} + a_2 I_{FeK\alpha} + a_3 I_{CuK\alpha}$	0.113	1
Cu	от 0.39 до 3.58	$C_P = a_0 + a_1 I_{CuK\alpha} + a_2 I_{FeK\alpha} + a_3 I_{PI}$	0.058	1
S	от 17.1 до 30.1	$C_P = a_0 + a_1 I_{SK\alpha} \cdot I_{SK\alpha} + a_2 I_{SK\alpha} \cdot I_{CuK\alpha} + a_3 I_{SK\alpha} \cdot I_{FeK\alpha} + a_4 I_{PI}$	0.393	1

Значения пределов определения, рассчитанные по измерениям реальных пульповых проб:

Элемент	Fe	Co	Ni	Cu	S
Интенсивность фона, имп/с	13.0	9.0	19.0	61.0	15.0
Шифр исходной пробы	11	22	33	44	55
Интенсивность линии от пульповой пробы, имп/с	8650	44.3	564	429	73
Концентрация элемента в пробе, %	26.6	0.034	0.87	0.39	17.1
Экспозиция T, с	40	40	40	40	40
Предел определения, %	0.018	0.005	0.011	0.013	1.81

ВЫВОДЫ

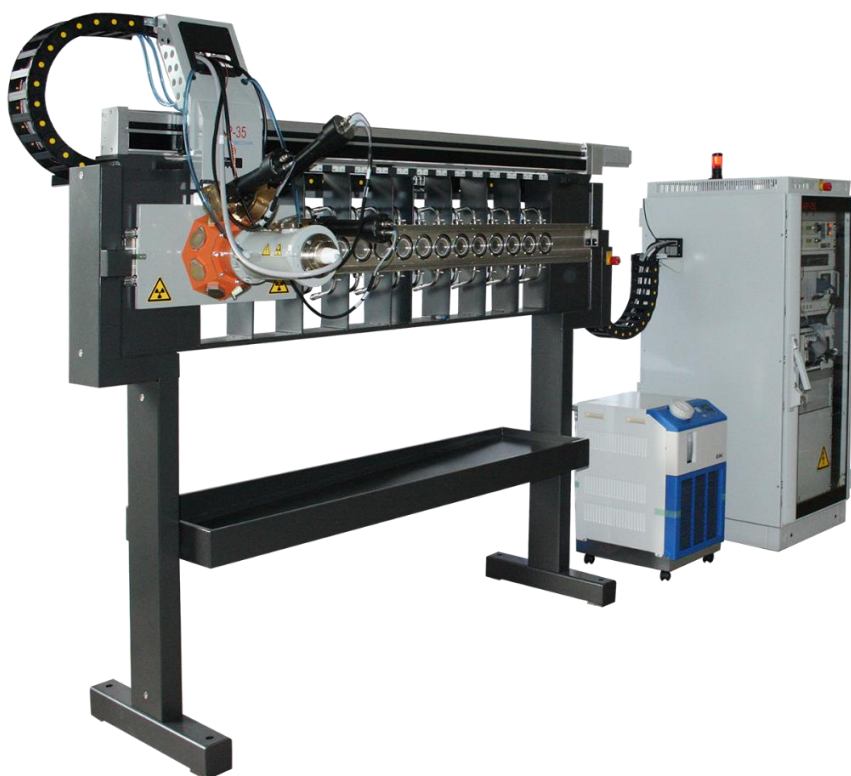
1. Рентгеновский потоковый анализатор AP-35 позволяет определять концентрации железа Fe, кобальта Co, никеля Ni и меди Cu в твёрдой фазе жидких пульповых проб с собственной погрешностью анализа до 10% относительных.

Определение серы S возможно проводить после доработки анализатора AP-35 и установки спектрометрического канала. Погрешность анализа серы S составит от 5% до 20% относительных в зависимости от диапазона концентраций.

2. Значения пределов определения для Fe, Co, Ni и Cu находятся на уровне 0.01%, а для S предел определения составил 1.8%.

Значение пределов определения и итоговой погрешности анализа зависит от свойств продукта: плотность пульпы, крупность измельчения, минералогический состав и т.п. Разработаны методические рекомендации по улучшению показателей анализа, которые подбираются индивидуально для каждого предприятия.

3. Время измерения одного продукта от 40 секунд, общее время цикла для 15 линий – не более 15 минут.



На фотографии: анализатор AP-35 на 15 кювет, система охлаждения, стойка автоматического управления

Приложения:

Приложение 1. Визуализация градуировочных зависимостей.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1. Градуировочные зависимости

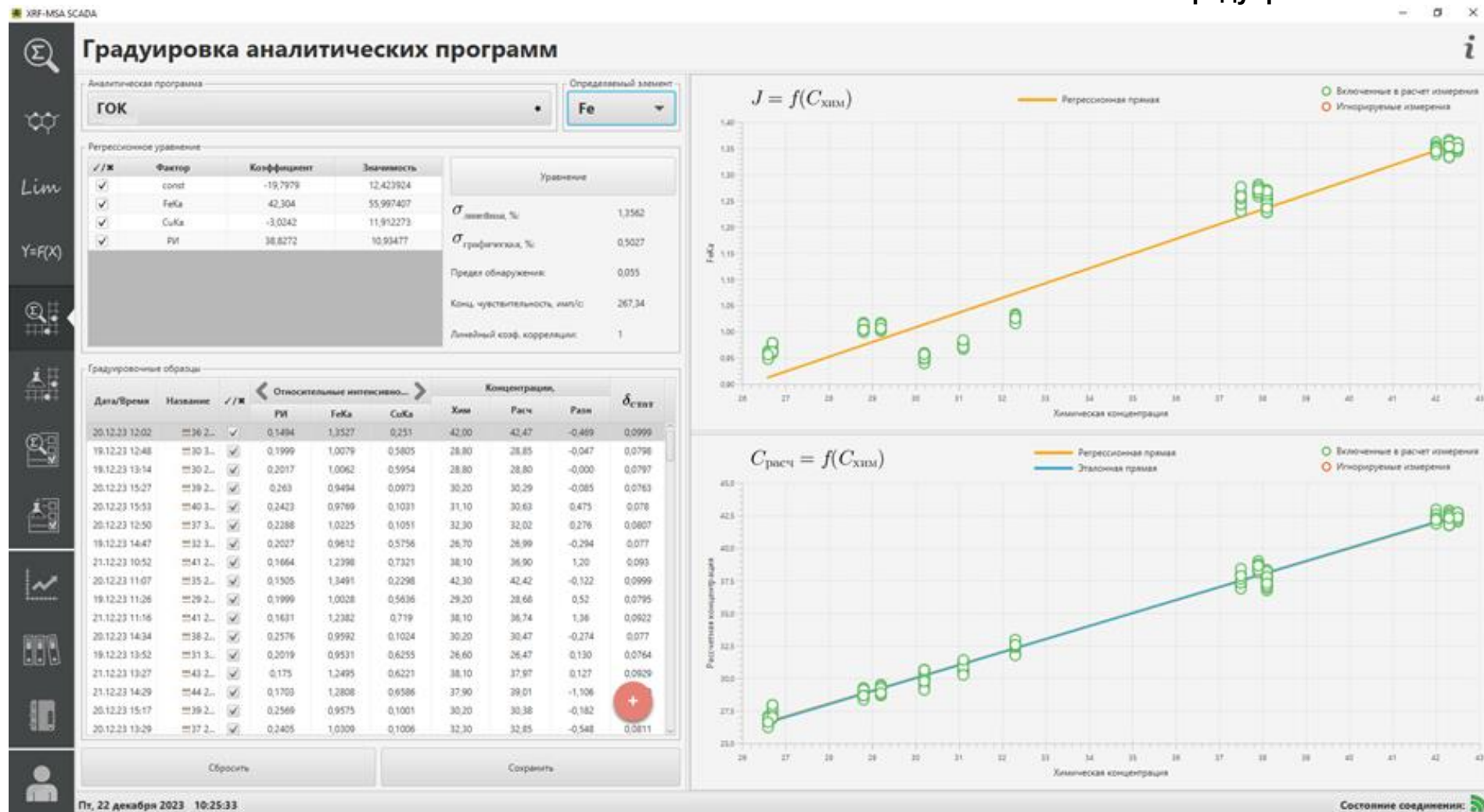


Рисунок 1 – Градуировочная зависимость для железа.

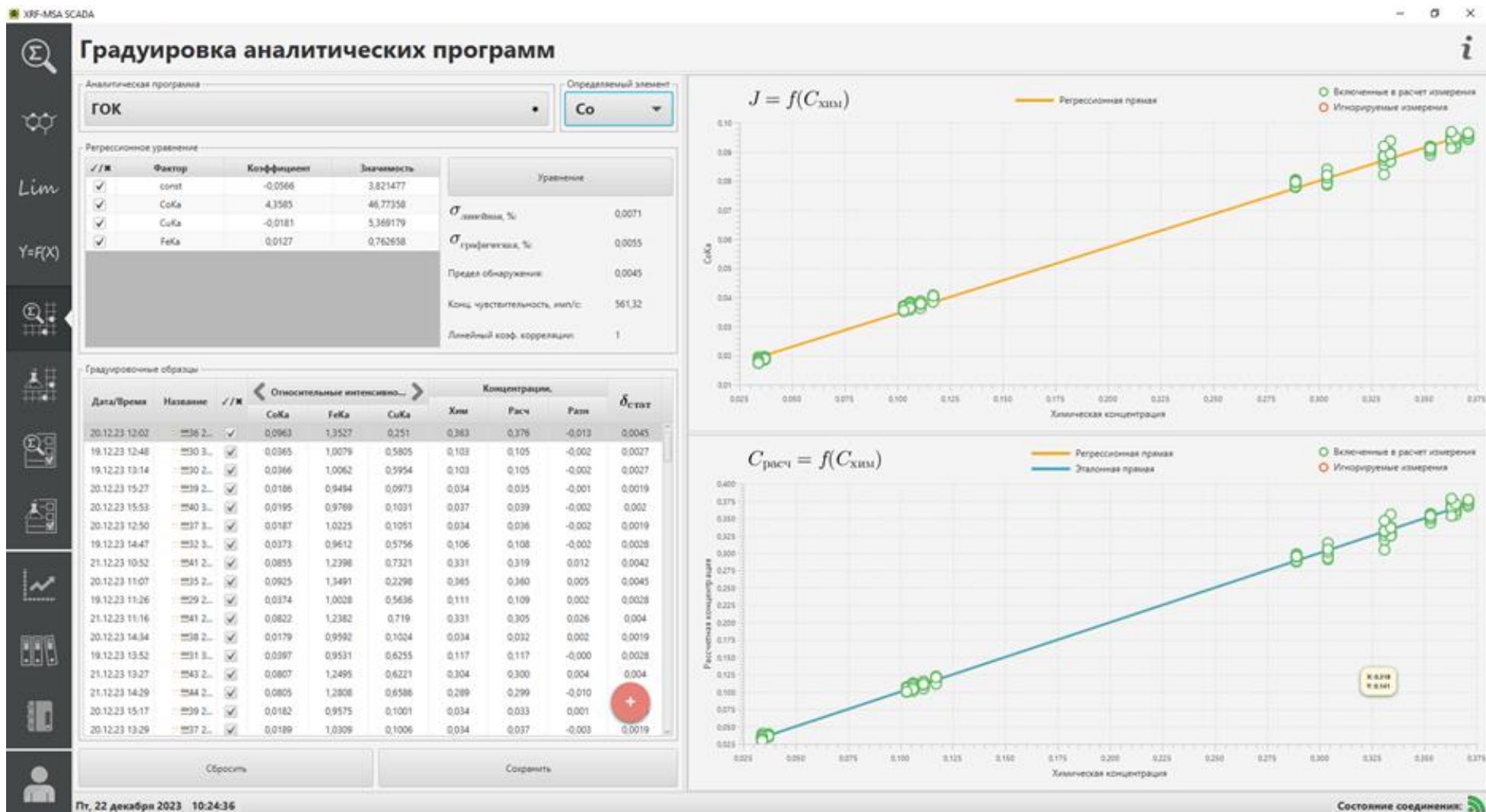


Рисунок 2 – Градуировочная зависимость для кобальта

XRF-MSA SCADA

Градуировка аналитических программ

Аналитическая программа

ГОК

Определяемый элемент

Ni

Регрессионное уравнение

✓/✗	Фактор	Коэффициент	Значимость	Уравнение
✓	const	-1,9386	6,896599	$\sigma_{\text{линейная, \%}}$ 0,3552 $\sigma_{\text{графиковая, \%}}$ 0,1129 Предел обнаружения: 0,0123 Конц. чувствительность, мкг/с: 567,03 Линейный коэф. корреляции: 1
✓	NiKa	14,4567	51,767863	
✓	FeKa	1,9961	6,600037	
✓	CuKa	-1,0009	9,641617	

Градуировочные образцы

Дата/Время	Название	✓/✗	Относительные интенсивности...			Концентрации			$\delta_{\text{стат}}$
			NiKa	FeKa	CuKa	Хим	Расч	Разн	
20.12.23 12:02	30 2...	✓	0,5576	1,3527	0,291	8,49	8,57	-0,081	0,0242
19.12.23 12:40	30 3...	✓	0,2643	1,0079	0,5805	3,31	3,31	-0,004	0,0151
19.12.23 13:14	30 2...	✓	0,2674	1,0062	0,5954	3,31	3,34	-0,029	0,0152
20.12.23 15:27	39 2...	✓	0,0644	0,9494	0,0973	0,87	0,79	0,080	0,0068
20.12.23 15:53	40 3...	✓	0,0689	0,9769	0,1031	0,94	0,90	0,035	0,0071
20.12.23 12:50	37 3...	✓	0,0658	1,0225	0,1051	0,88	0,95	-0,069	0,0069
19.12.23 14:47	32 3...	✓	0,2732	0,9612	0,5756	3,26	3,35	-0,094	0,0154
21.12.23 10:52	41 2...	✓	0,564	1,2390	0,7321	8,33	7,96	0,373	0,0242
20.12.23 11:07	35 2...	✓	0,5488	1,3491	0,2298	8,40	8,46	-0,057	0,024
19.12.23 11:26	29 2...	✓	0,2795	1,0028	0,5636	3,47	3,54	-0,070	0,0156
21.12.23 11:16	41 2...	✓	0,542	1,2382	0,719	8,33	7,65	0,68	0,0231
20.12.23 14:34	38 2...	✓	0,0649	0,9592	0,1024	0,87	0,81	0,059	0,0069
19.12.23 13:52	31 3...	✓	0,2949	0,9531	0,6255	3,57	3,60	-0,032	0,0161
21.12.23 13:27	43 2...	✓	0,5322	1,2495	0,6221	7,70	7,63	0,074	0,0229
21.12.23 14:29	44 2...	✓	0,5226	1,2808	0,6586	7,30	7,51	-0,214	
20.12.23 15:17	39 2...	✓	0,0652	0,9575	0,1001	0,87	0,81	0,055	
20.12.23 13:29	SP-00137 2...	✓	0,0641	1,0309	0,1006	0,88	0,95	-0,066	0,0068

Сбросить

Сохранить

Пт, 22 декабря 2023 10:23:49

Состояние соединения:

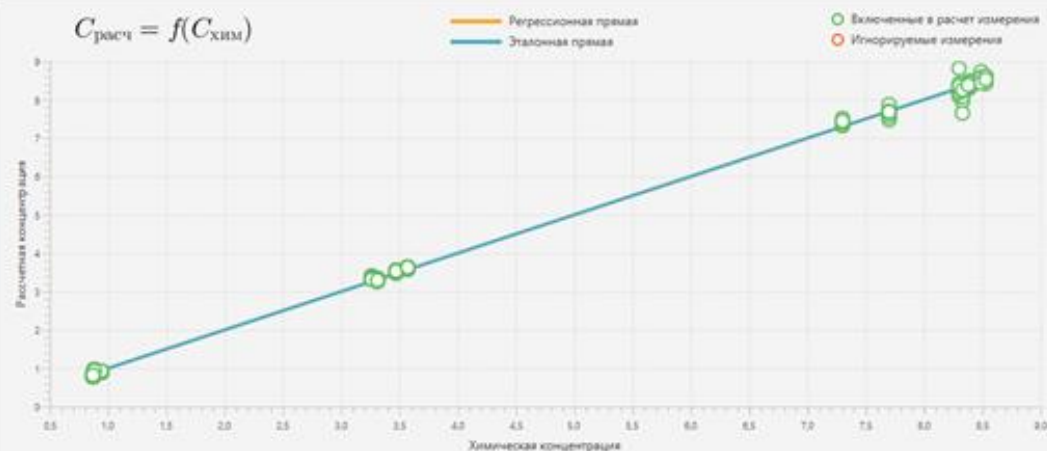
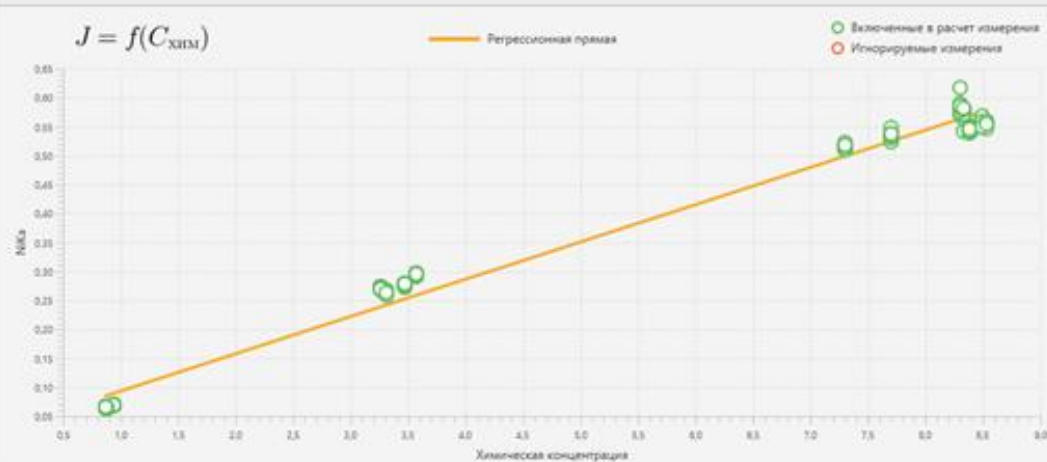


Рисунок 3 – Градуировочная зависимость для никеля

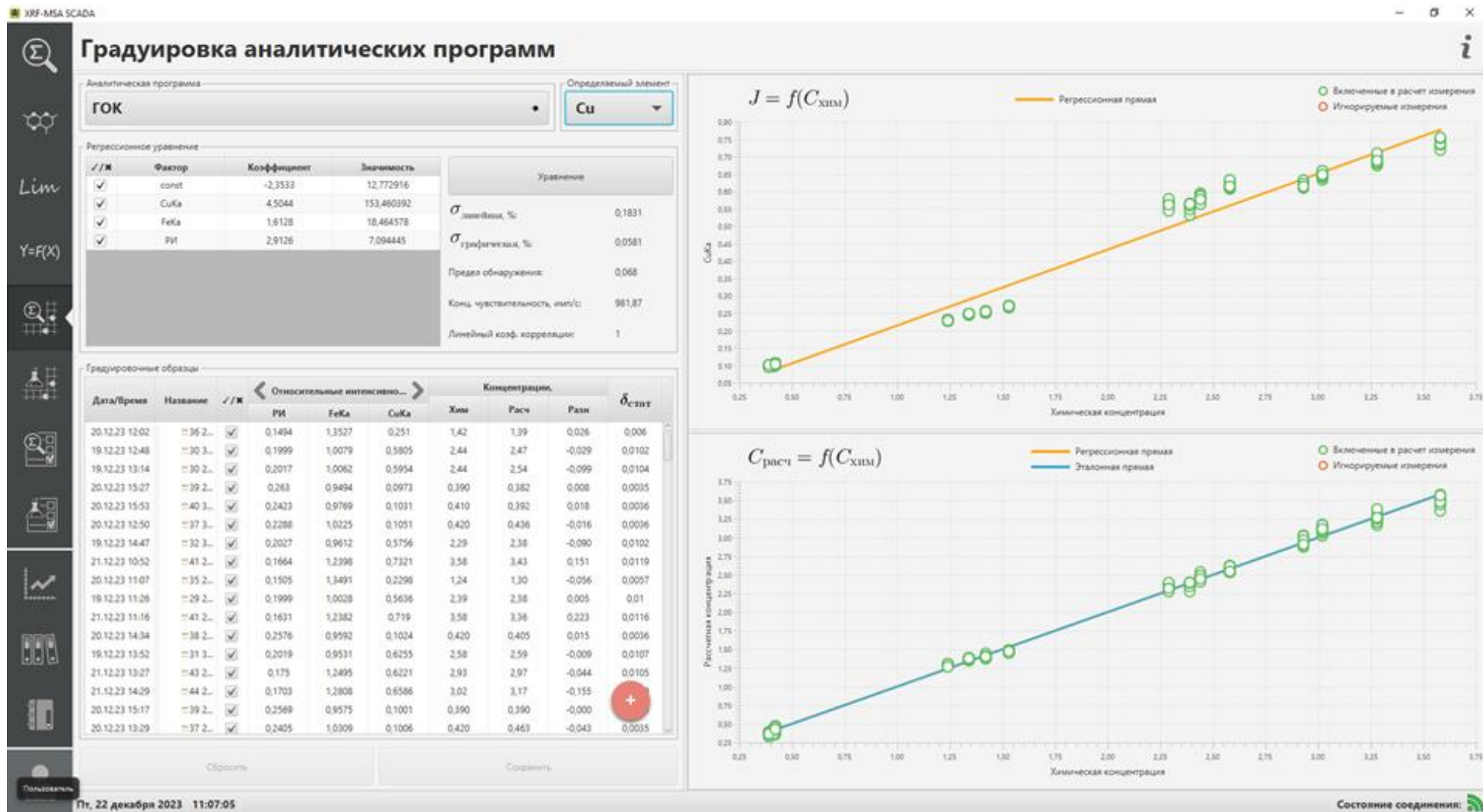


Рисунок 4 – Градуировочная зависимость для меди

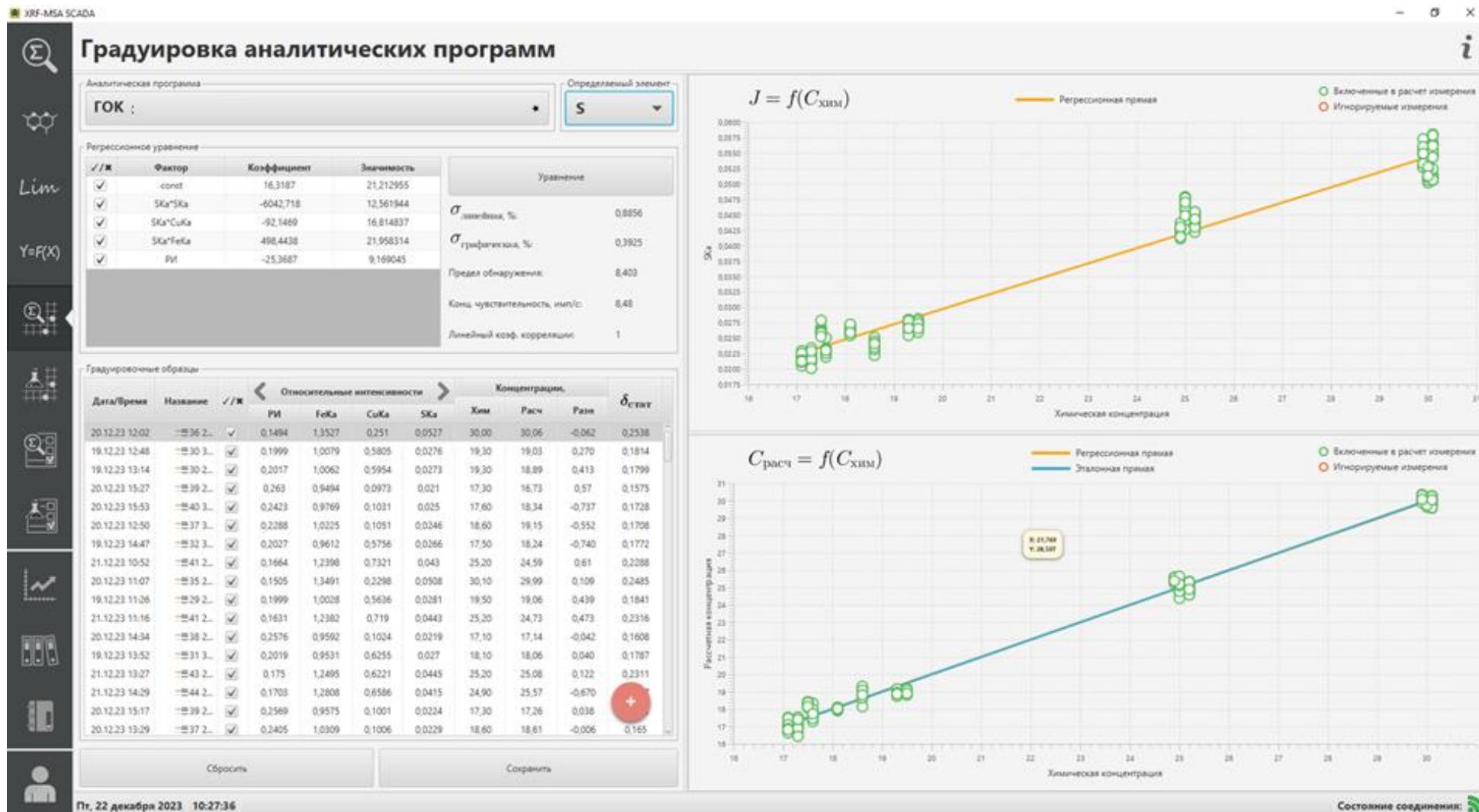


Рисунок 5 – Градуировочная зависимость для серы