

Определение элементного состава фосфорных руд с помощью метода меченых нейтронов

Кременец В.А.
ООО «Диамант», г. Дубна

<http://diamant-sk.ru>



ОПЭ АГП-Ф для анализа фосфорных руд

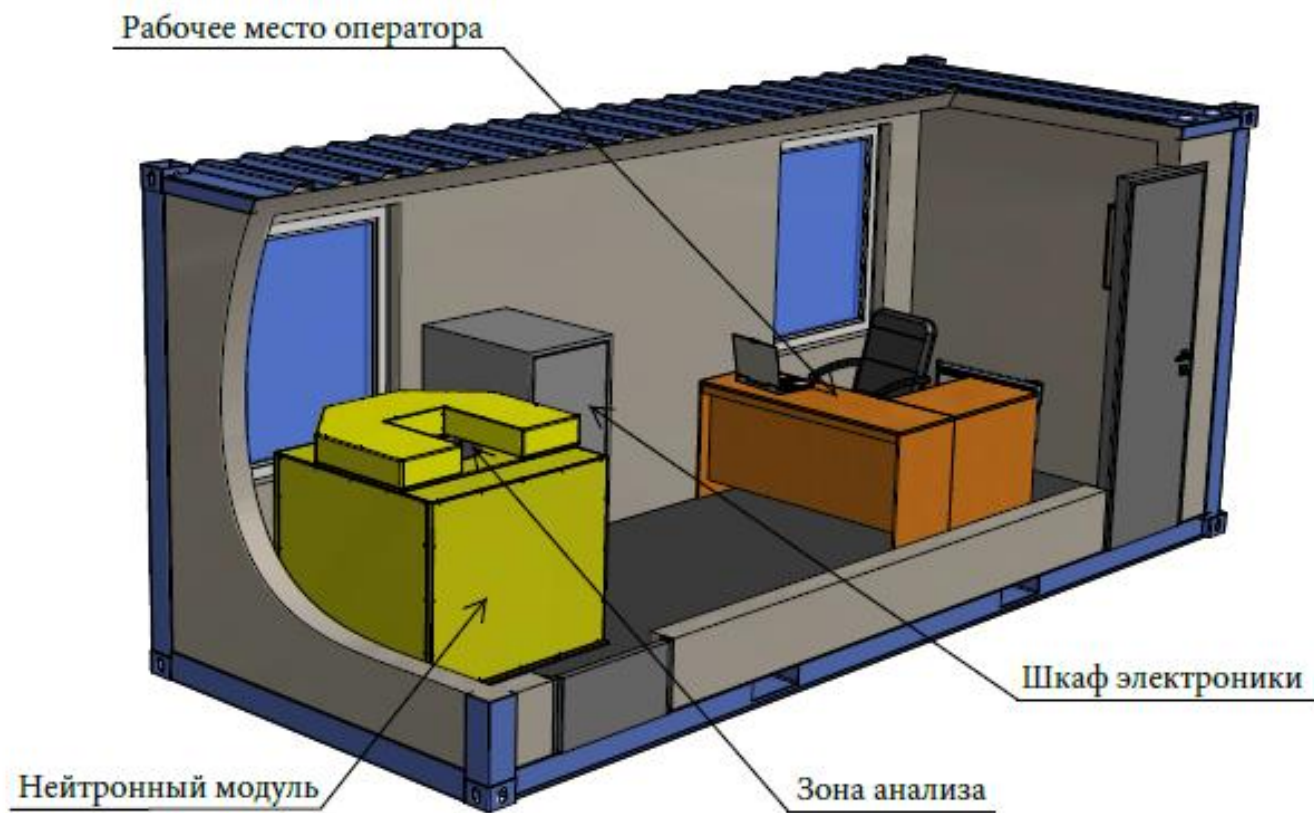


27.08.18-27.03.19 на Восточном руднике
АО «Апатит»



04.03.19-настоящее время на площадке
АО «Ковдорский ГОК»

Установка АГП-Ф

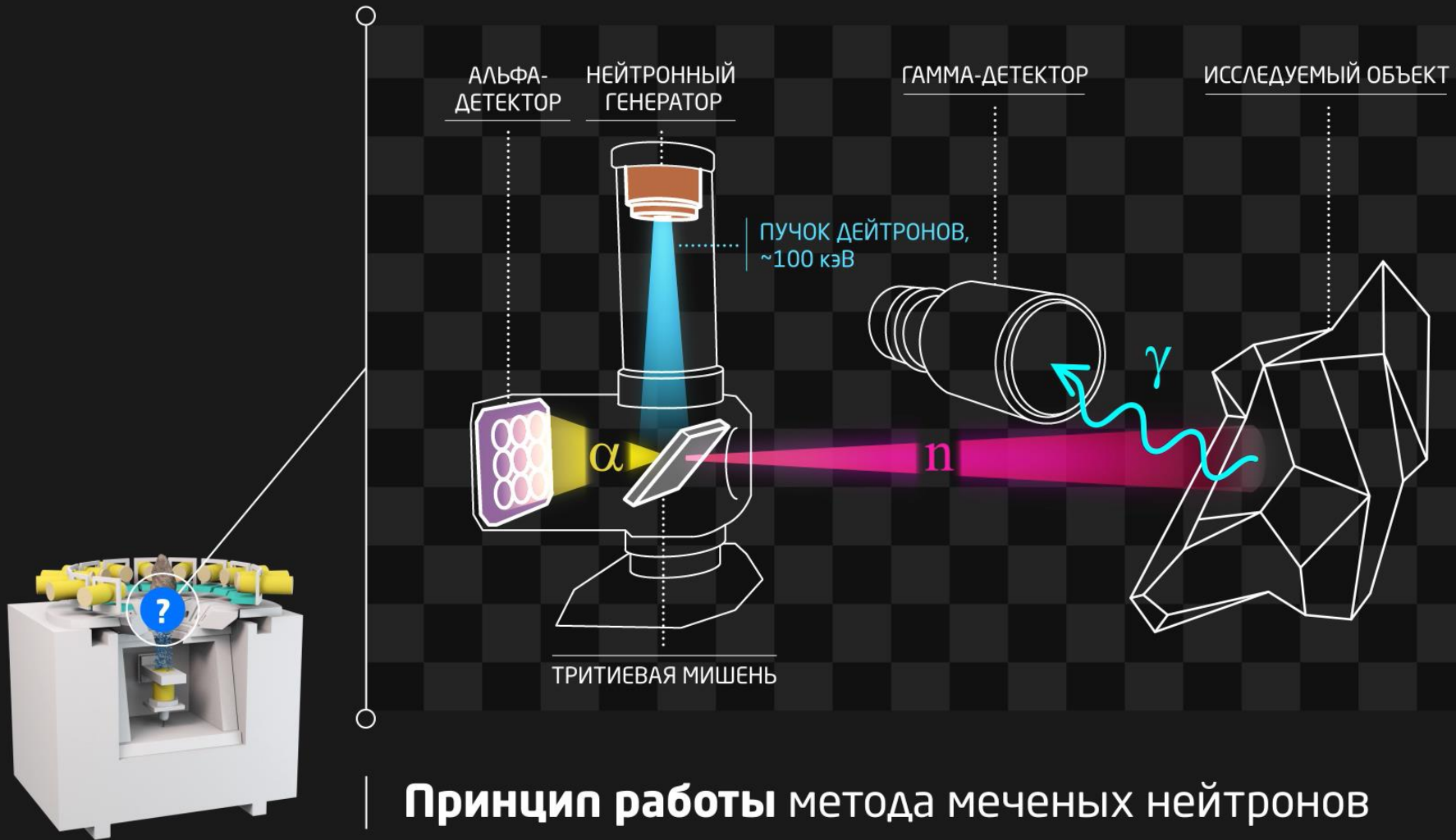


Na, Mg, C, N, O, F, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Zr, Pb, Sn, Bi, Sb

Нейтронный модуль

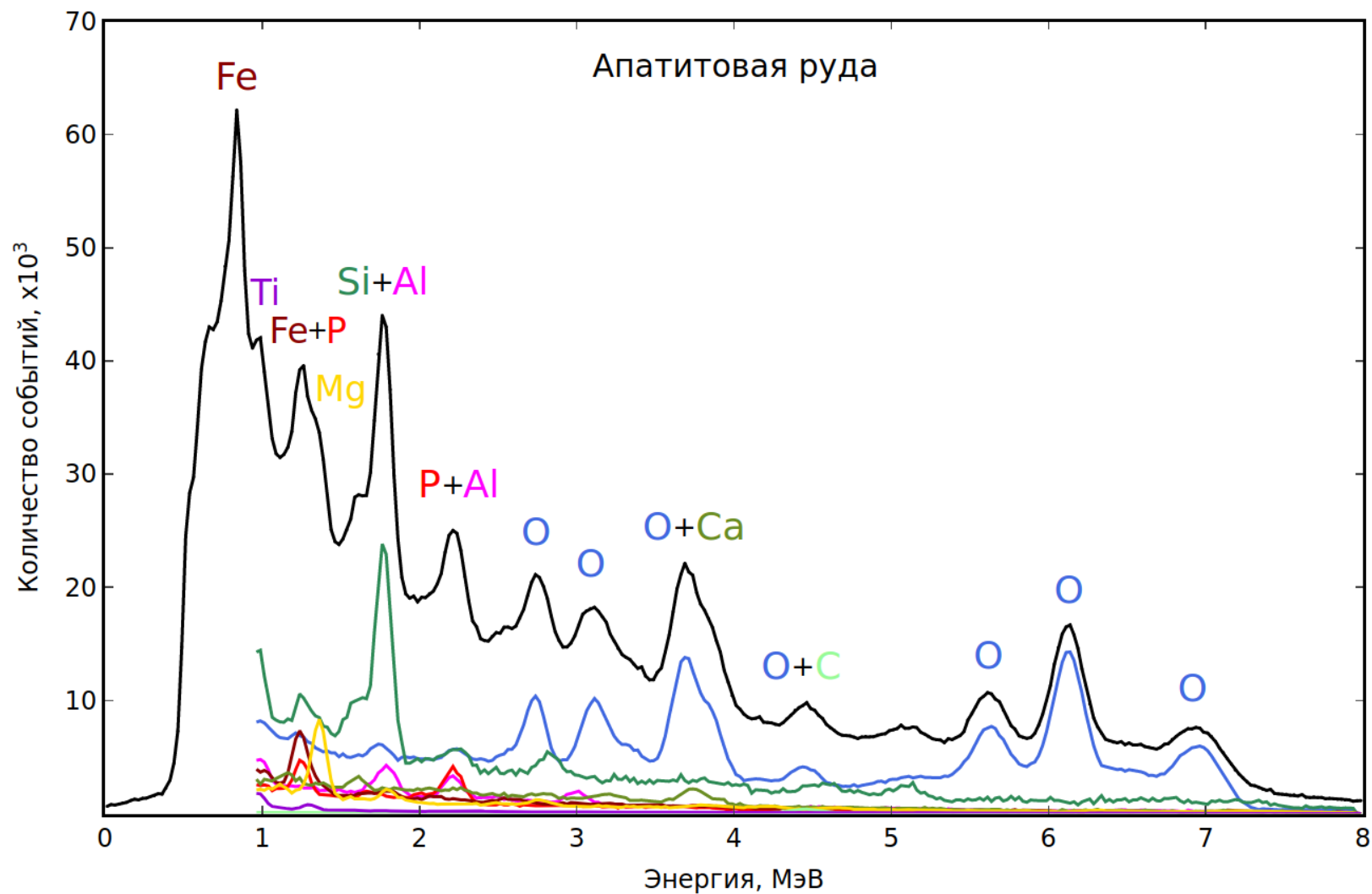


- ❑ Габаритные размеры
1200x1200x1200 мм
- ❑ Нейтронный генератор ИНГ-27:
 - ❑ 9 меченых пучков;
 - ❑ $I = 5 \cdot 10^7 \text{ c}^{-1}$.
- ❑ 12 гамма-детекторов:
 - ❑ кристаллы $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO)
диаметр 76 мм, высота 65 мм
 - ❑ ФЭУ Hamamatsu R6233

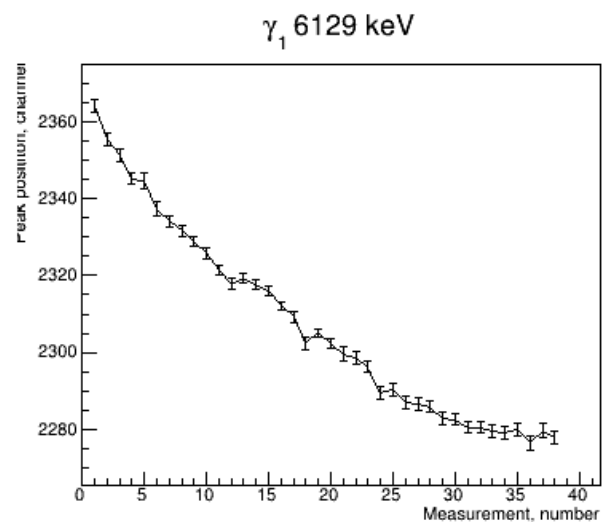
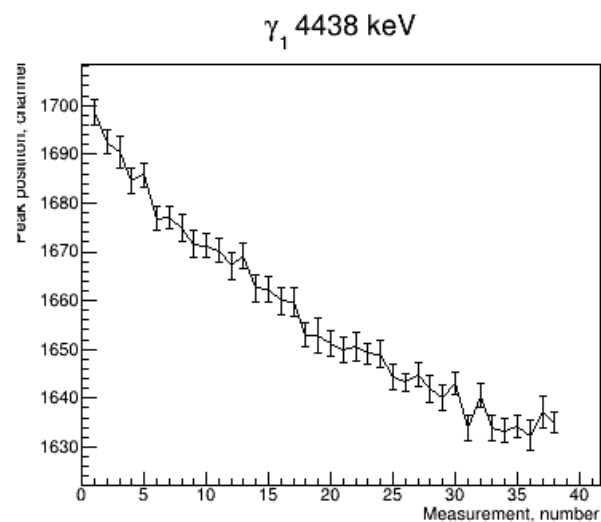
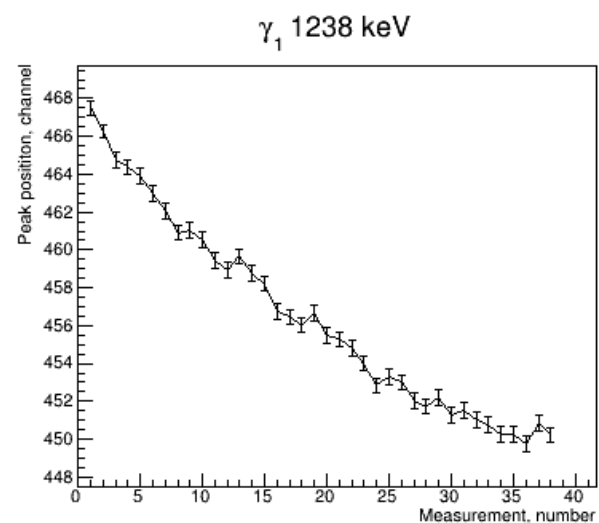
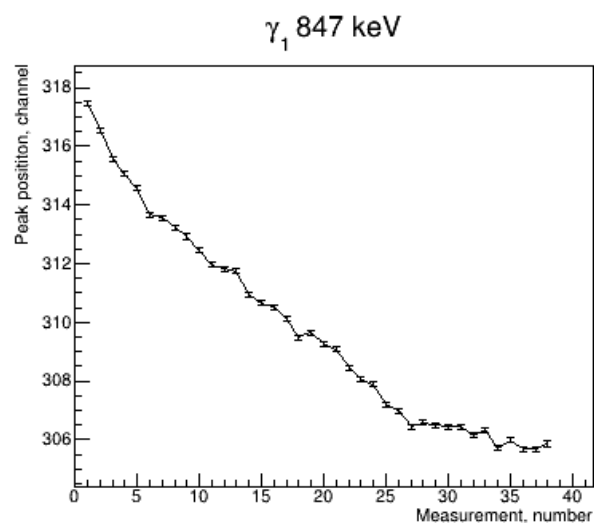


Принцип работы метода меченых нейтронов

Спектр пробы

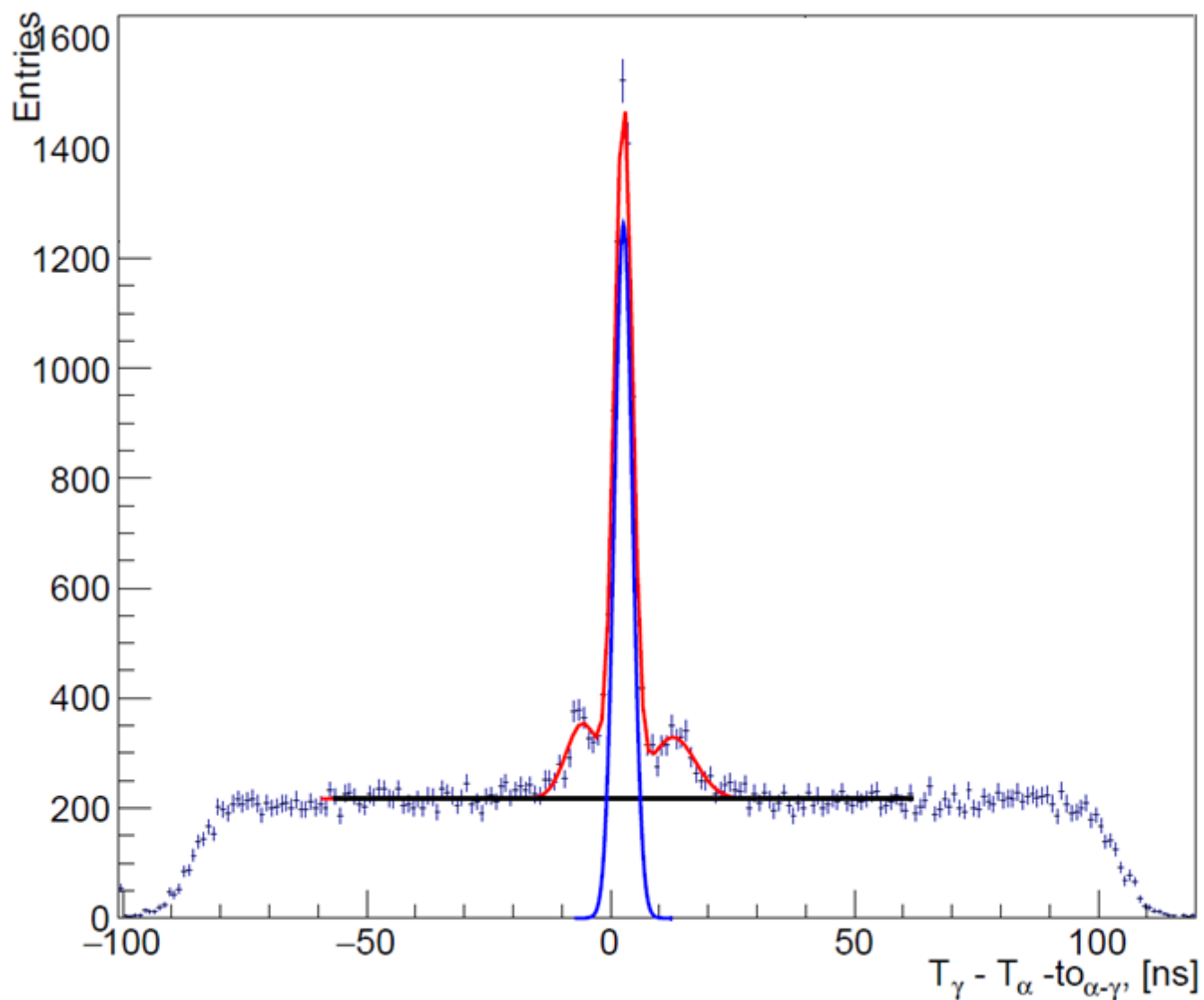


Дрейф положения пиков в каналах

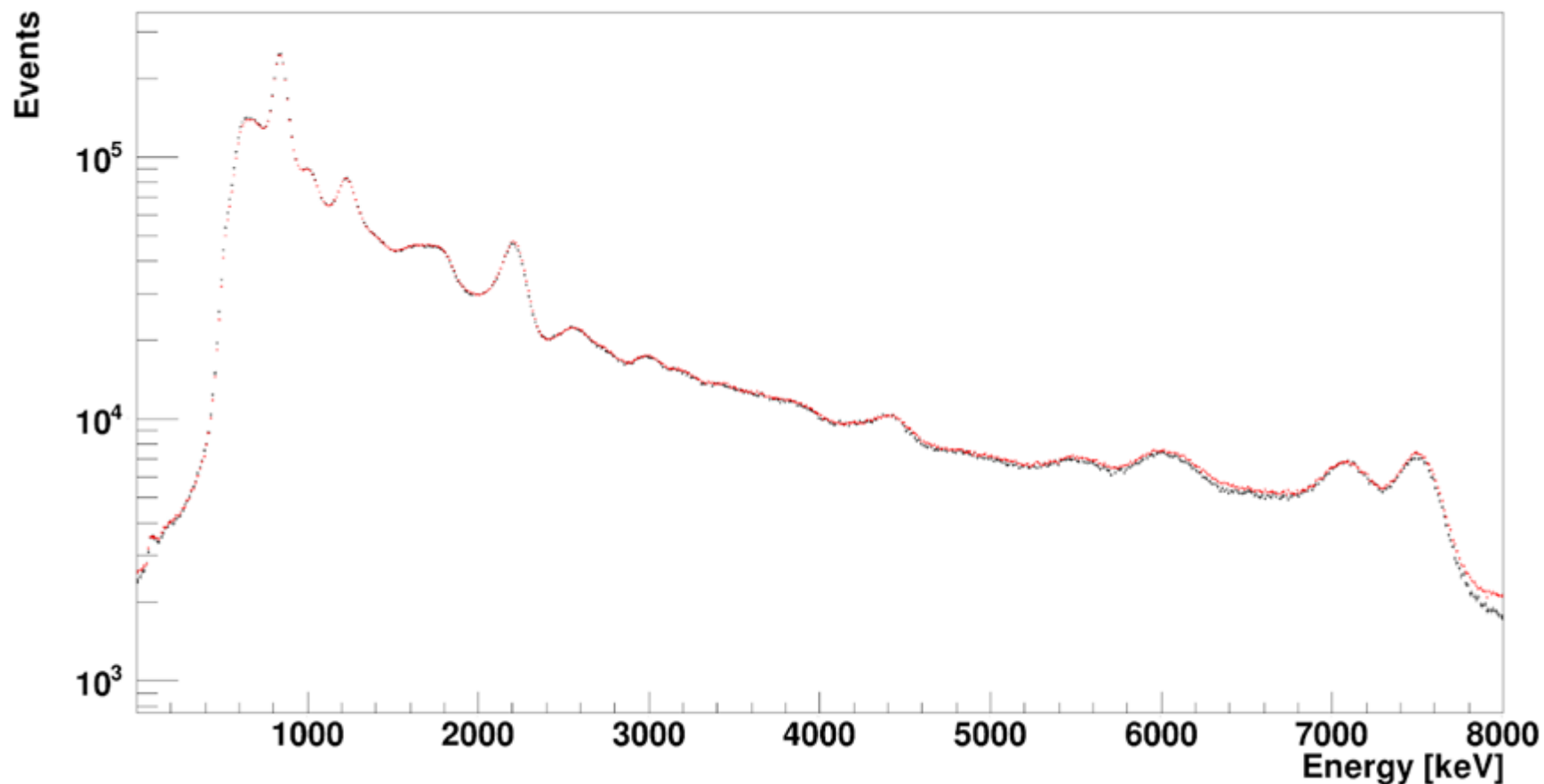


За сутки положение всех пиков сдвигается в область меньших энергий

Временное распределение



Спектр случайных совпадений



Спектр случайных совпадений при разных измерениях всегда одинаков в диапазоне энергий до ~5000 кэВ

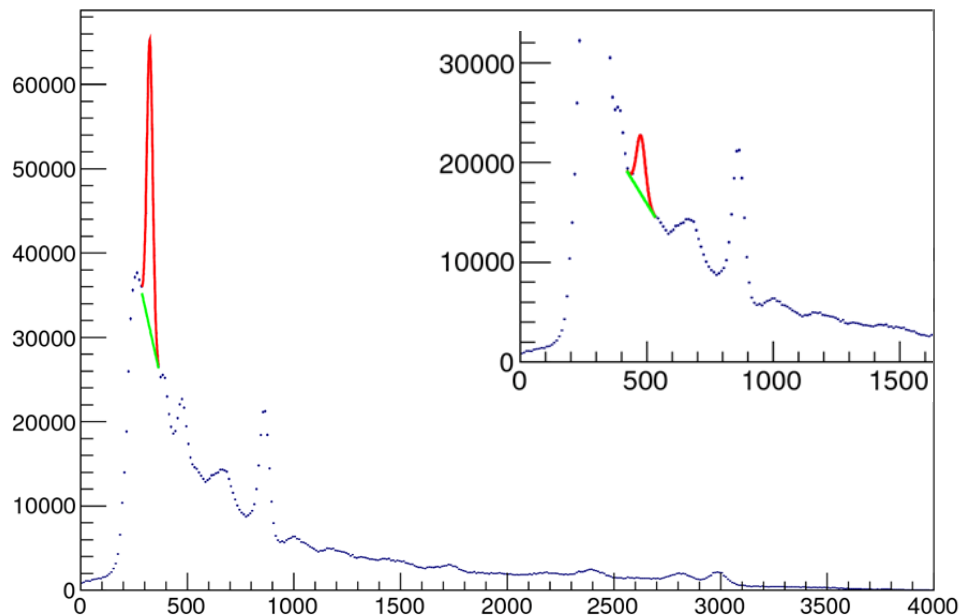
Энергетическая калибровка

- Линия Fe (847 кэВ)
- Линия Fe (1238 кэВ)
- Линия C (4438 кэВ)
- **Линия O (6129 кэВ)**

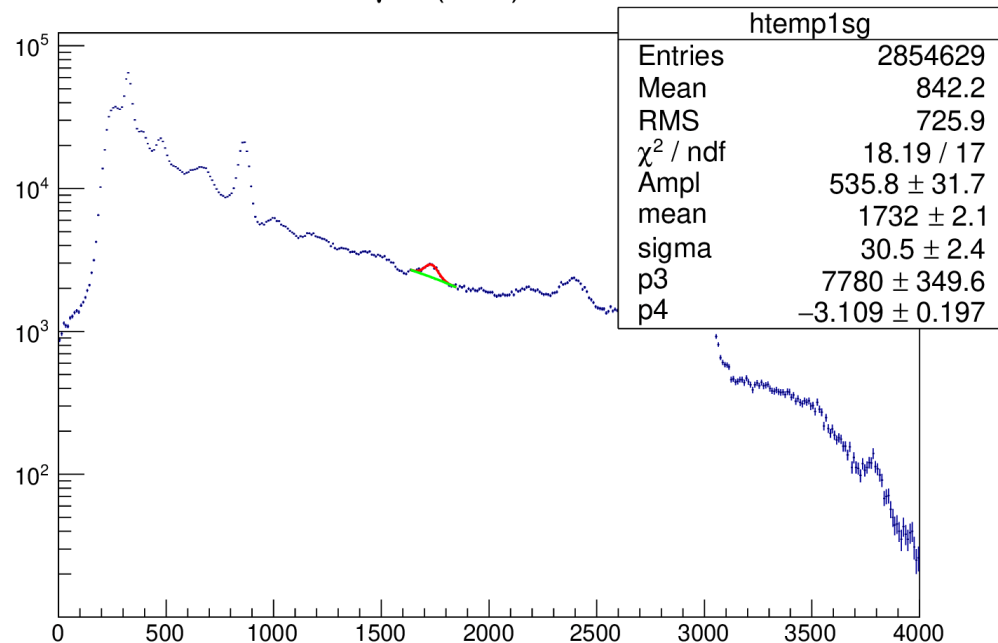
Все линии (кроме O) калибруются по спектру случайных совпадений,
Линия O калибруется по спектру пробы

Энергетическая калибровка

$\gamma 1 \Gamma(0.85) = 9.7\%$



$\gamma 1 \Gamma(4.43) = 4.1\%$

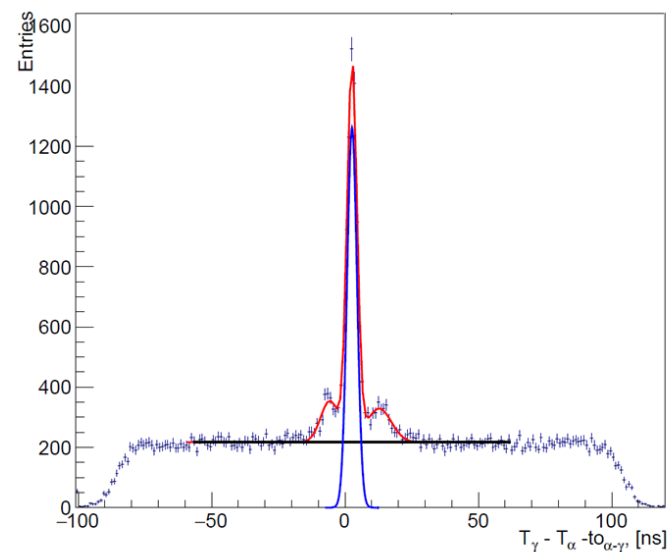
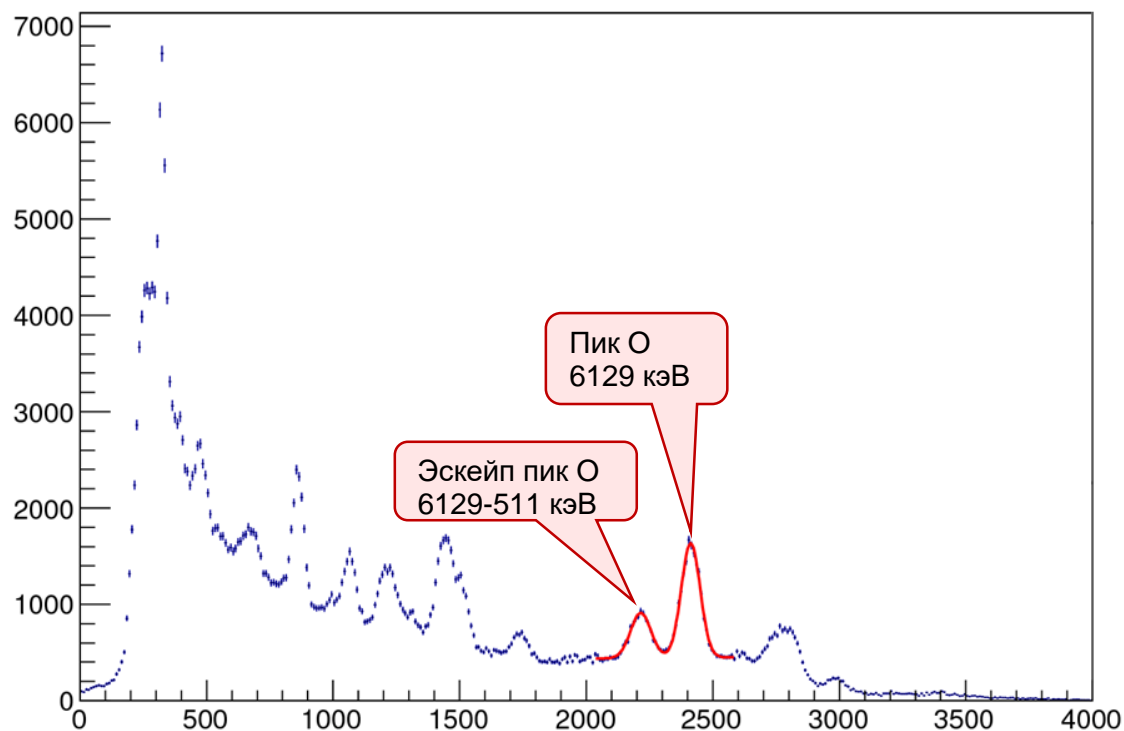


В спектре случайных совпадений находятся линии:
Fe (847 кэВ), Fe (1238 кэВ), C (4438 кэВ)

Аппроксимация линий производится гауссом и подложкой (полином 1 степени).

Энергетическая калибровка. O 6129 кэВ

$$\gamma_1 \Gamma(6.13) = 3.6\%$$

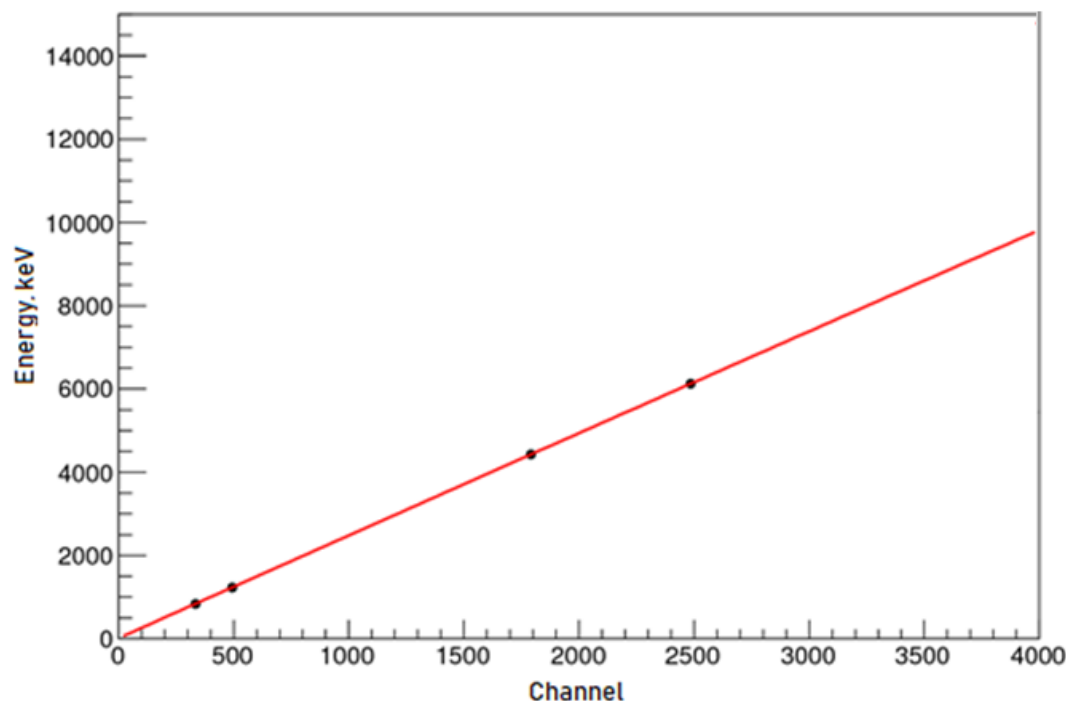


Калибровка по спектру пробы

Аппроксимация линии O 6129 кэВ двумя гауссами и подложкой (полином 1 степени).

Энергетическая калибровка

SGγ1



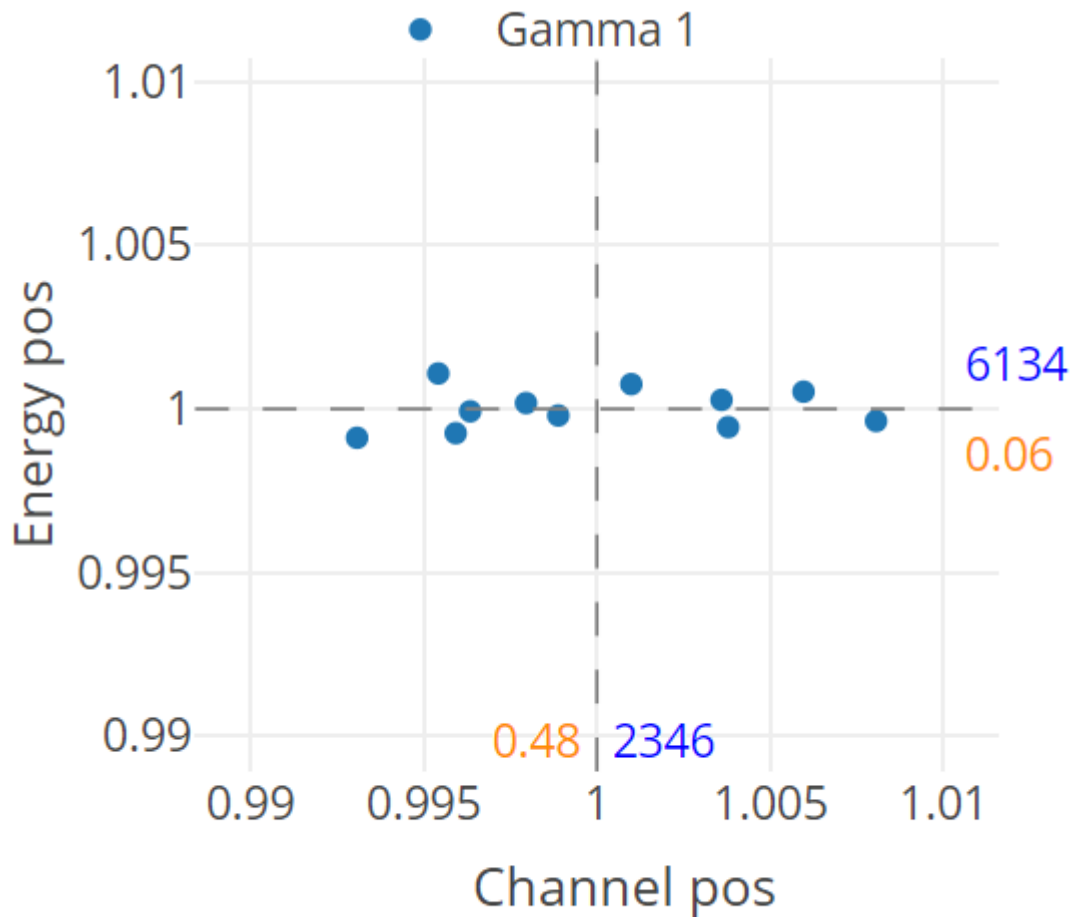
Зная теоретические энергии пиков [эВ] и найденное положение [канал], строим квадратичное уравнение калибровки:

$$f(x) = A + B \cdot x + C \cdot x^2$$

Характерные значения коэф-тов:

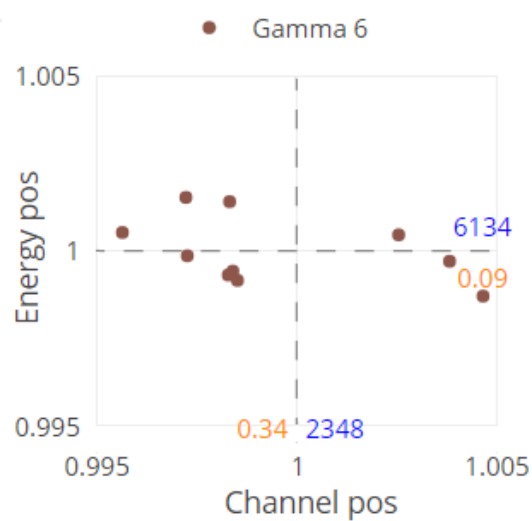
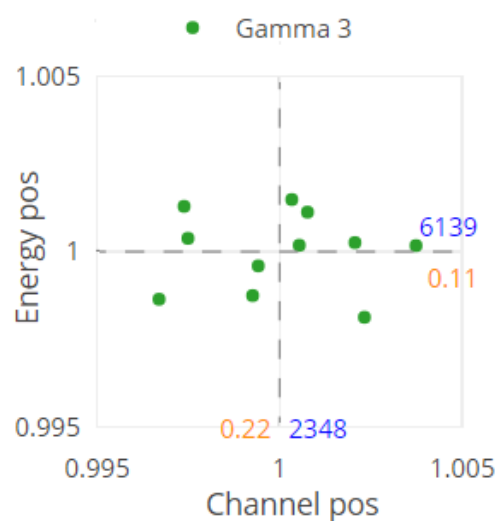
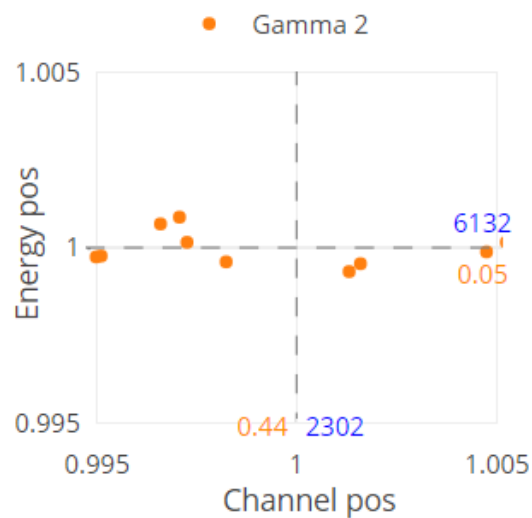
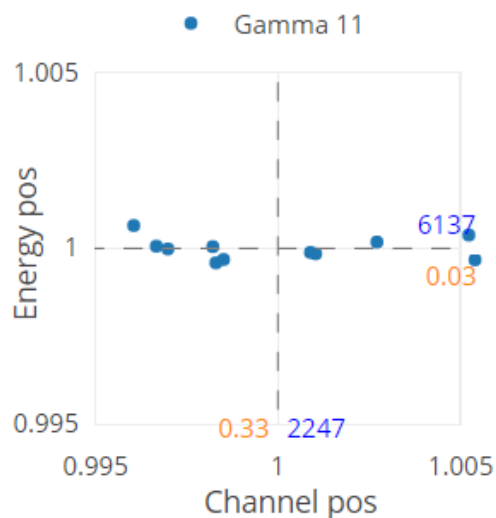
γ-детектор	A	B	C
1	$12,25 \pm 2,51$	$2,48 \pm 0,01$	$-5,99 \cdot 10^{-5} \pm 3,1 \cdot 10^{-6}$
2	$8,29 \pm 2,99$	$2,49 \pm 0,01$	$-3,21 \cdot 10^{-5} \pm 3,28 \cdot 10^{-6}$
3	$14,5 \pm 4,16$	$2,52 \pm 0,01$	$-3,54 \cdot 10^{-5} \pm 4,79 \cdot 10^{-6}$

Компенсация дрейфа. Линия O 6129 кэВ



Положения линий нормированы на их среднее значение [канал или кэВ] за день для данного детектора и вычислено $СКО_{отн} [\%]$.

Компенсация дрейфа. Линия O 6129 кэВ

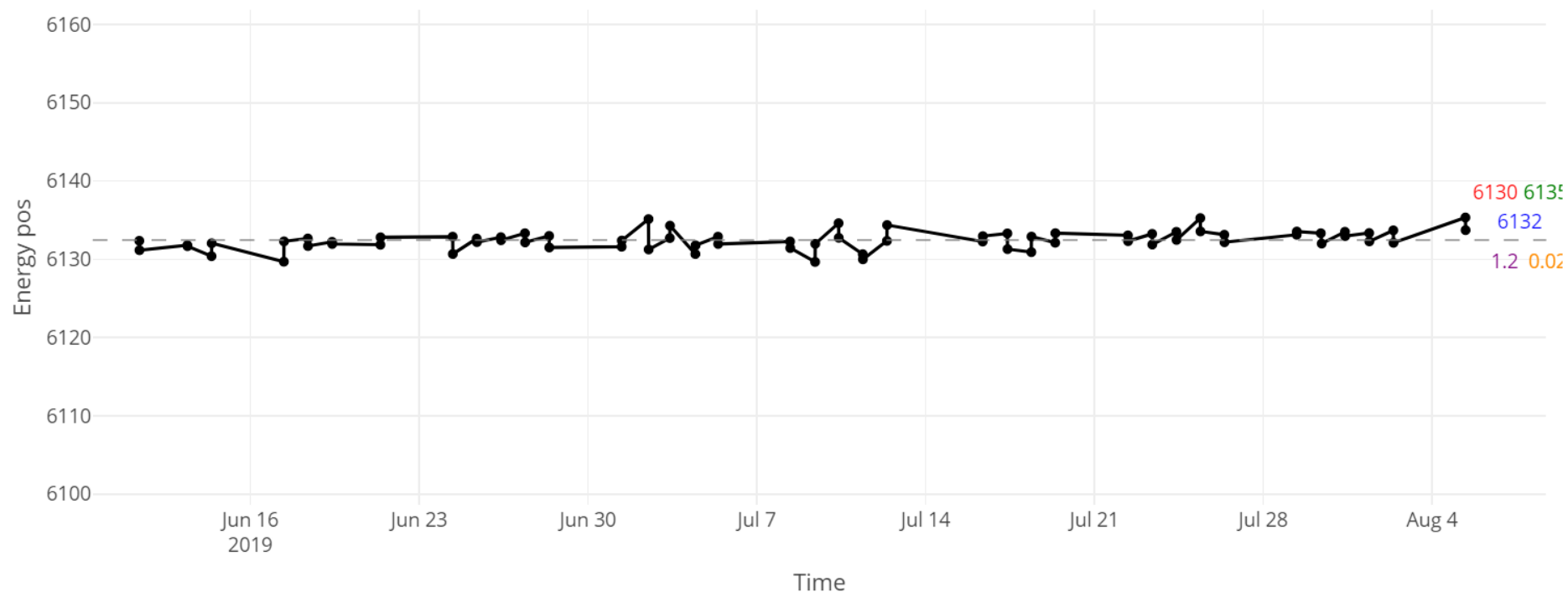


4 гамма-детектора:
В верхнем ряду калибровка
прошла лучше, чем в нижнем.

№ γ детектора	до калибровки	после калибровки
	СКО _{отн} , %	СКО _{отн} , %
11	0,33	0,03
2	0,44	0,05
3	0,22	0,11
6	0,34	0,09

Компенсация дрейфа. Линия О 6129 кэВ

74 измерения за 2 месяца. СКО=1,2 кэВ, СКО_{отн}=0,02%



Стабильность калибровки для суммарного спектра

Для 11 измерений за 1 день:

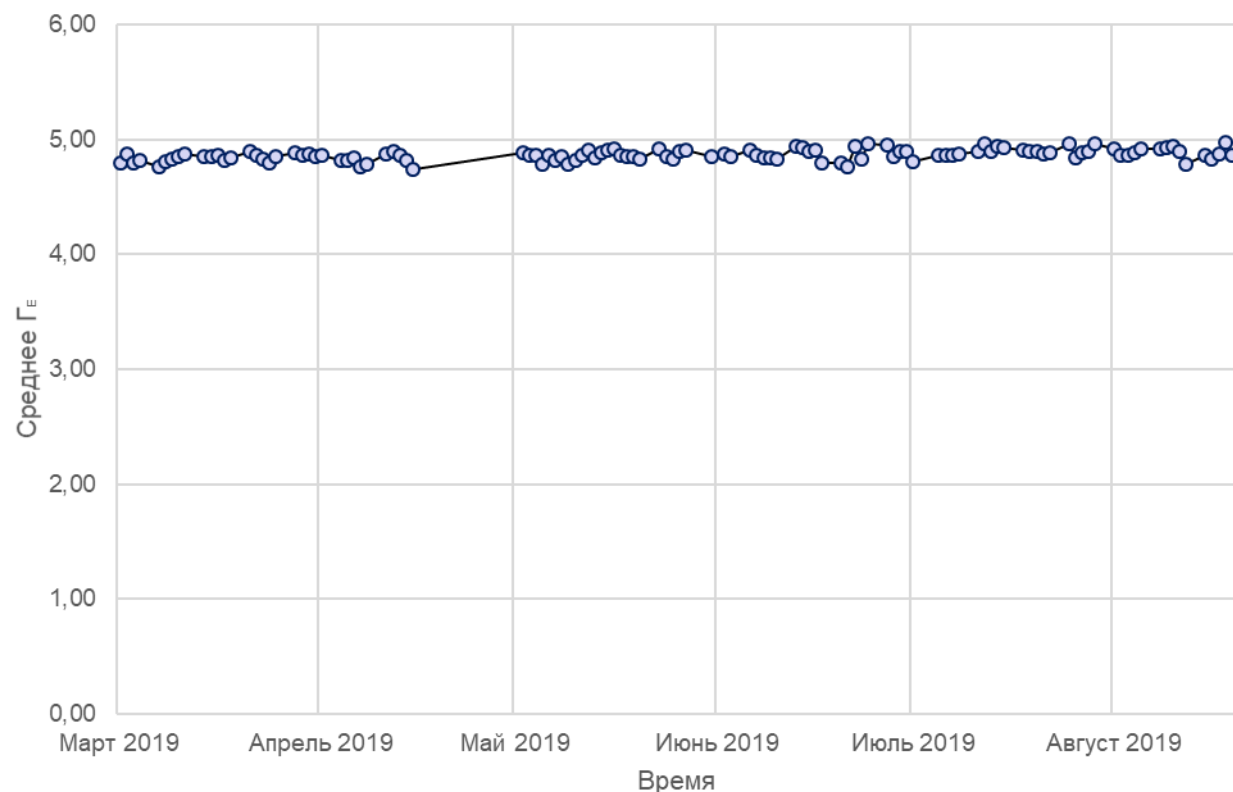
Линия, кэВ	СКО, кэВ	СКО _{отн} , %
847	0,7	0,08
1238	3,0	0,24
4438	2,5	0,06
6129	1,5	0,02

Для 74 измерений за 2 месяца:

Линия, кэВ	СКО, кэВ	СКО _{отн} , %
847	1,7	0,20
1238	3,5	0,27
4438	4,4	0,10
6129	1,2	0,02

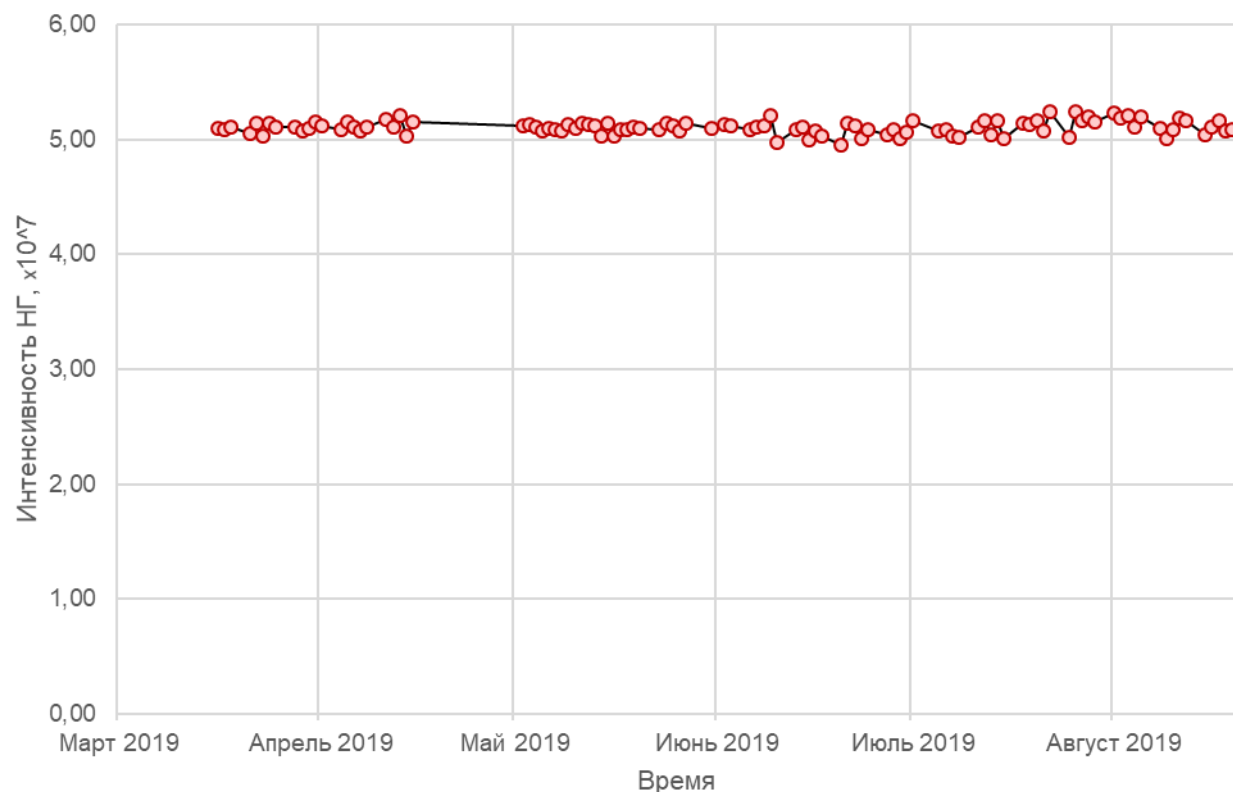
Вывод: метод калибровки стабилен на любом временном промежутке, поэтому возможно сравнивать спектры, измеренные в разные дни и месяцы.

Стабильность работы системы гамма-детекторов



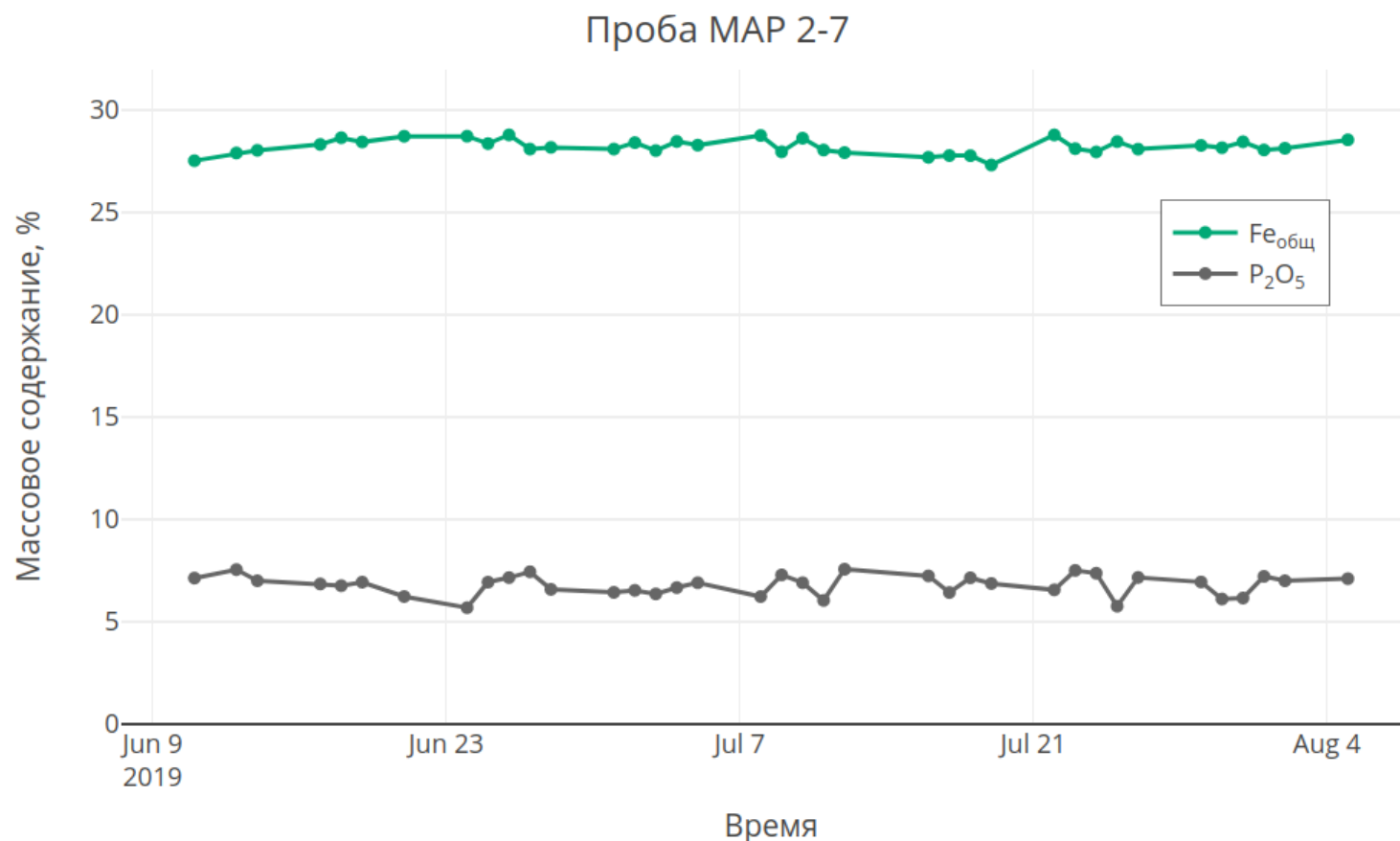
Энергетическое разрешение системы гамма-детекторов на линии 4.44 МэВ $\Gamma_E = 4.84 \%$. За 6 месяцев работы СКО=0,01%

Стабильность работы нейтронного генератора



Нейтронный генератор проработал без замены блока нейтронной трубки 650 час.
Интенсивность НГ практически не изменялась и равнялась $5,11 \times 10^7$ н/с .

Стабильность градуировки



Дисперсия отклонений от первого градуировочного измерения не превышает 3% (Fe) и 9% (P₂O₅)

Все измерения в течение 6 месяцев были сделаны с одной градуировкой

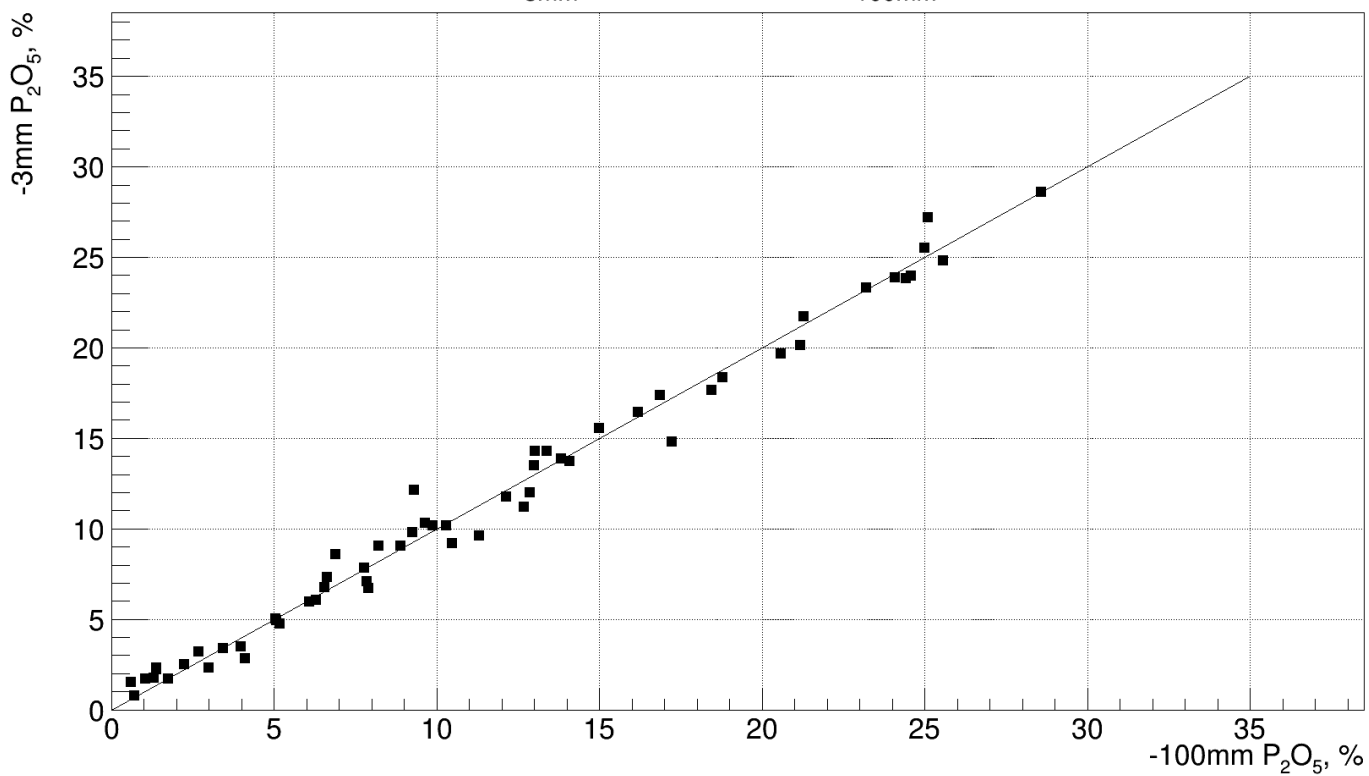
Отбор проб



Пробы 5 кг из карьера крупностью -100 мм измерялись без какой-либо пробоподготовки.

Зависимость от крупности

$$P_{2O_5_{3mm}} = 0.98 * P_{2O_5_{100mm}} + 0.21$$

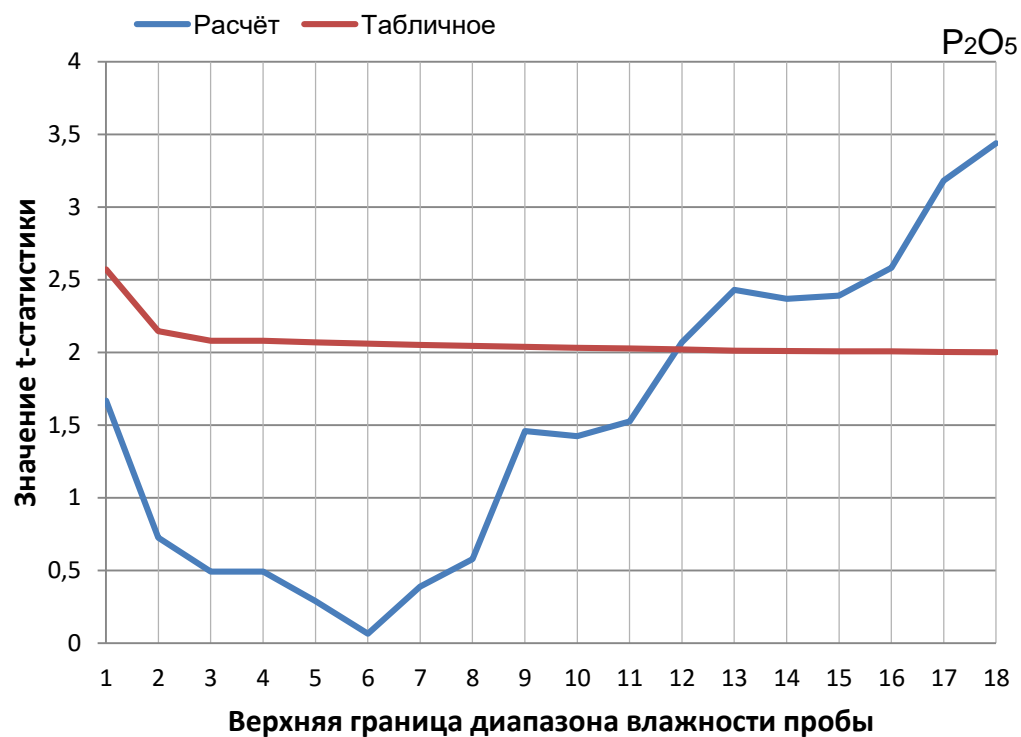
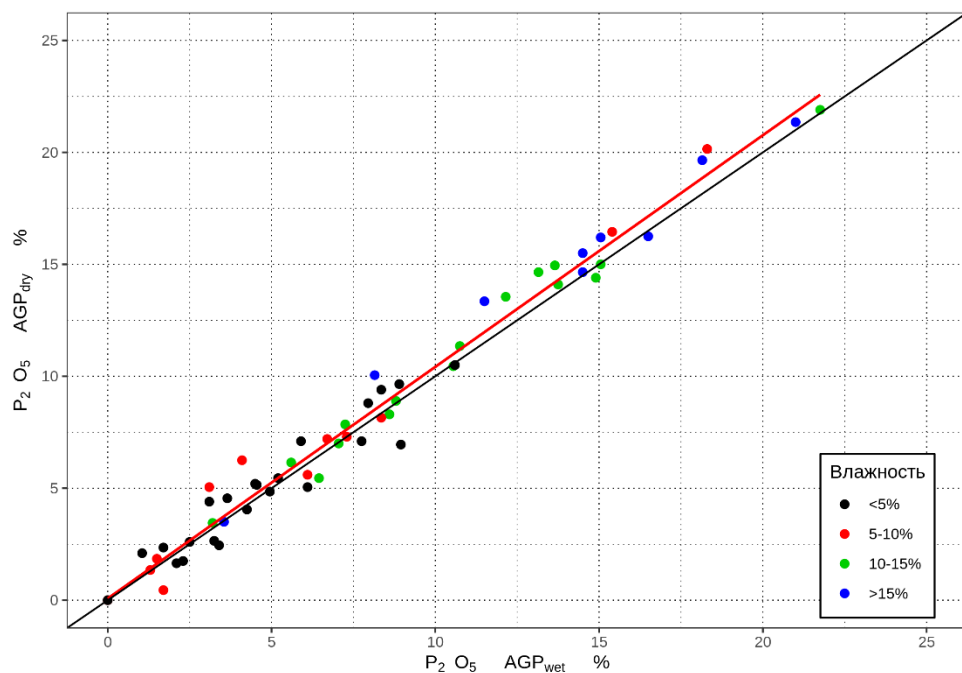


Сравнение результатов для проб -100 мм и -3 мм.

Вывод: дробление пробы перед анализом не требуется.



Зависимость от влажности



12% - предельное значение влажности, при котором содержание Р₂О₅ статистически не отличается для влажных и сухих проб.

Зависимость от влажности

Компонент	Предел по влажности, %
P_2O_5	12
CO_2	16
Al_2O_3	17
Fe_2O_3	18
SiO_2	>18
CaO	>18
MgO	>18

Вывод: сушка пробы перед анализом не обязательна.

Градуировка и точность анализа

- Все градуировочные зависимости описываются простой линейной зависимостью
- АШР и МАР имеют разные градуировки

	Fe _{общ}	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	CO ₂	CaO	MgO	SiO ₂
МАР							
СКО, %	1,17	0,55	0,79	0,63	1,31	0,51	0,70
СКО_{отн}, %	4,96	7,15	21,13	7,25	6,47	4,19	5,40
АШР							
СКО, %	1,73	1,18	1,16	0,6	1,51	0,64	1,52
СКО_{отн}, %	11,88	11,28	13,47	8,26	7,29	8,29	6,14

Выводы

- На основе метода меченых нейтронов (ММН) создан анализатор горных пород (АГП-Ф), способный проводить неразрушающий экспресс-анализ проб фосфорной руды
- АГП-Ф прошел опытно-промышленную эксплуатацию для анализа руд Кольского рудного района
- Подтверждена стабильность работы спектрометрической аппаратуры
- Определено, что влажность (до 12-18%) и крупность руды (до 100 мм) на результат анализа не влияет
- Определены точности анализа установки АГП-Ф.
Для магнетитовой и апатитовой руды $СКО_{отн}(P_2O_5)=7\%$,
 $СКО_{отн}(Fe_{общ})=4\%$.

Спасибо за внимание!

141980, Россия, Московская обл.,
Дубна, ул. Жолио-Кюри 6.
+7-496-216-39-46.

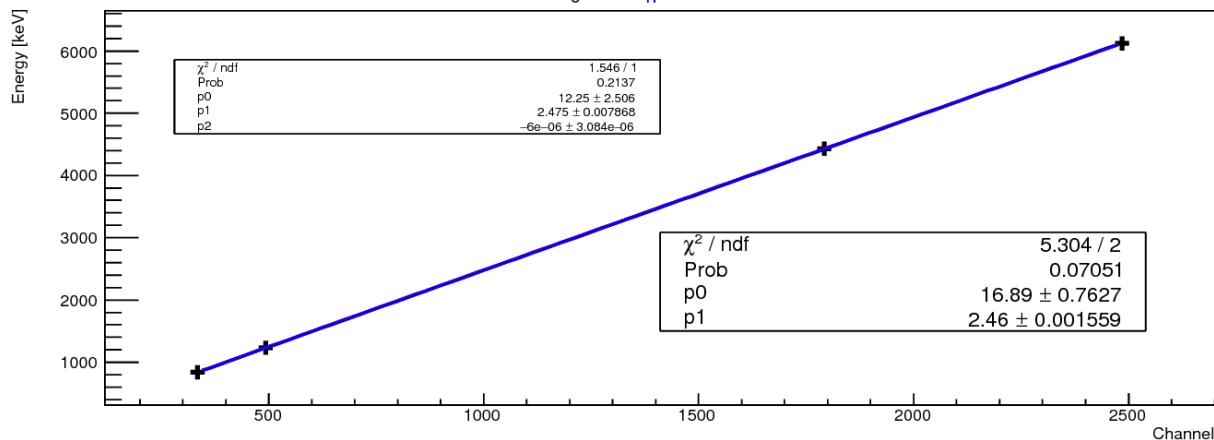
e-mail: office@diamant-sk.ru.

<http://diamant-sk.ru>

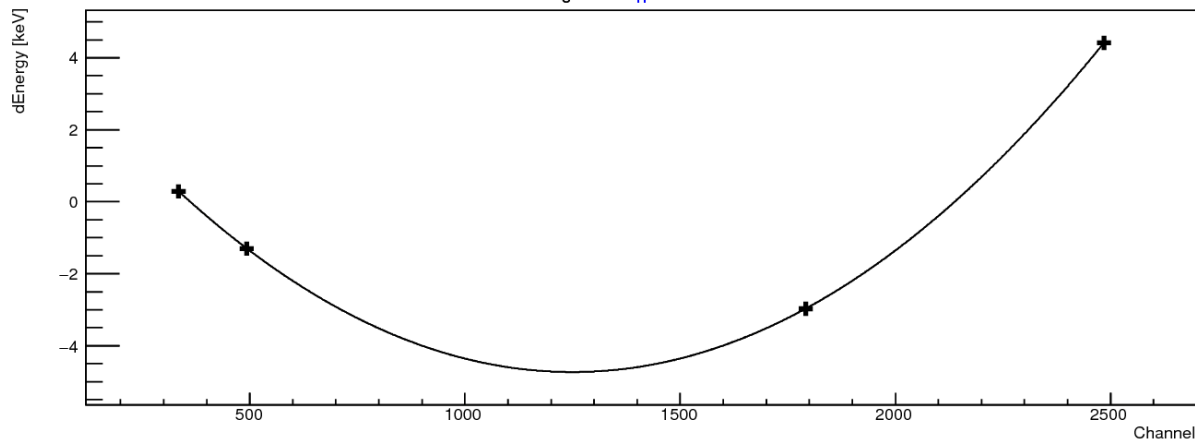


Почему калибровка квадратичная, а не линейная

γ_0 pol1_{4P} vs pol2

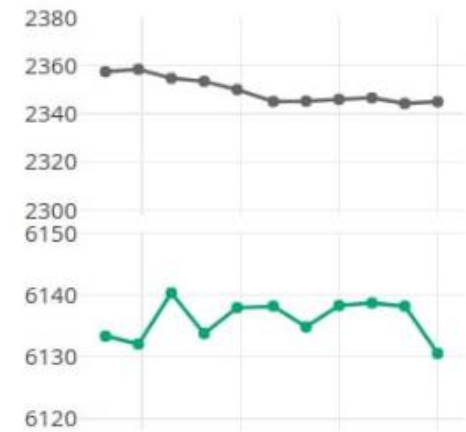
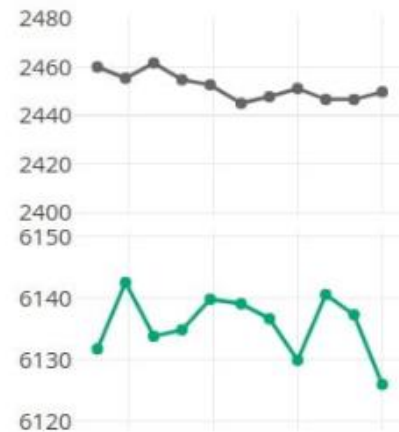
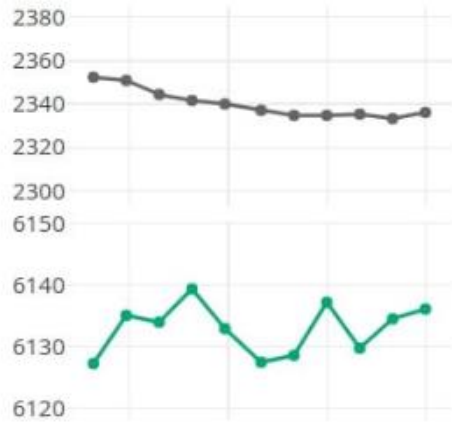
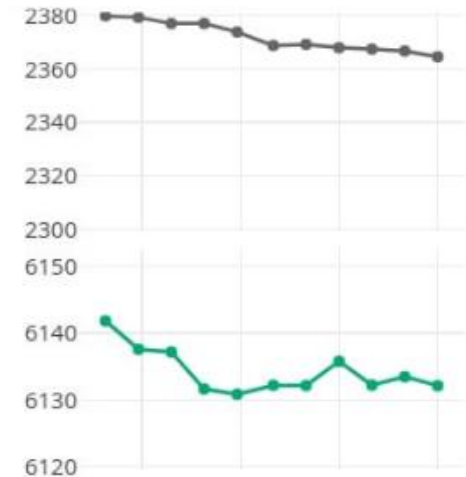
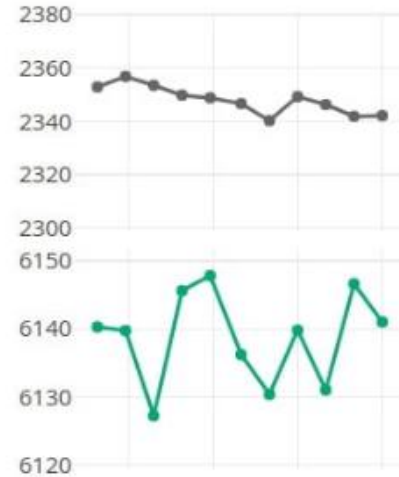
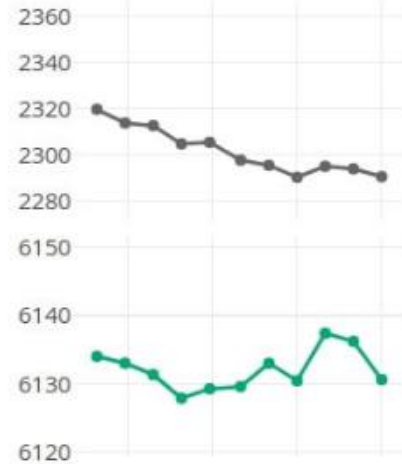
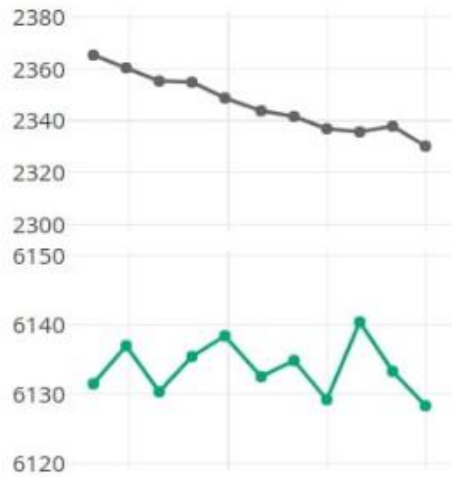


γ_0 pol1_{4P} - pol2



№ γ	chi2/NDF (линейная)	chi2/NDF (квадратичная)
1	2.65	1.55
2	20.1	0.17
3	15.1	0.78
4	0.8	1.64
5	1.8	2.2
6	13	2.3
7	39	2.4
8	25	0.8
9	15	0.01
10	4.9	5.4
11	18	0.3
12	46	5

Компенсация дрейфа. Линия О 6129 кэВ



Градуировка. Сравнение с ХА

