

УДК 622.7.002.5

А. В. БОНДАРЕНКО, И. С. НИКАНДРОВ, Д. С. АНДРЕЕВ (ЗАО «НПО «РИВС»)

ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТЕЙ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА НА ОСНОВЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА С ДЕТЕКТОРОМ SDD-ТИПА ПРИ АНАЛИЗЕ РУД И ПРОДУКТОВ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ



А. В. БОНДАРЕНКО,
руководитель Аналитического
центра (АЦ),
зам. генерального директора,
канд. техн. наук



И. С. НИКАНДРОВ,
руководитель сектора
системотехники АЦ



Д. С. АНДРЕЕВ,
руководитель
сектора методических
исследований АЦ

Рассматриваются особенности разработки и некоторые результаты испытаний опытного образца аналитического комплекса на основе компактного спектрометра, миниатюрной рентгеновской трубки и новейшего кремниевого дрейфового детектора.

Ключевые слова: рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный спектрометр, кремниевый дрейфовый детектор, аналитический комплекс, программное обеспечение, аналитические параметры, аппаратурные погрешности, методико-математическое обеспечение, анализ руд и продуктов их обогащения.

Автоматические системы аналитического контроля (АСАК) широко применяются на горно-обогатительных предприятиях. Как правило, полномасштабные АСАК, например флотационных обогатительных фабрик (ОФ), укрупненно включают две основные подсистемы: автоматические системы опробования пульповых продуктов (АСОПП) на основе различных пробоотборных устройств и аналитические комплексы (АК) на базе рентгеновских анализаторов порошковых и пульповых проб руд и продуктов их переработки.

В рамках предложенной концепции развития АСАК в НПО «РИВС» [1] разработаны, сертифицированы и испытаны в промышленных условиях на ряде отечественных и зарубежных предприятий различные варианты АСОПП на основе пробоотборных устройств пересечного, вакуумного и напорного типов [2].

В настоящее время в НПО «РИВС» интенсивно развиваются научно-исследовательские и конструкторские работы по созданию фирменных автоматических АК как на основе серийно выпускаемых рентгеновских анализаторов, так и с использованием их современных компонентов и блоков. В данном случае под

АК понимается интегрированная совокупность оборудования для проведения экспрессного рентгенофлуоресцентного анализа, программно-технических, методико-математических и метрологических средств.

В настоящей статье рассматривается один из перспективных вариантов построения АК на основе компактного рентгенофлуоресцентного спектрометра с новейшим детектором SDD-типа (Silicon Drift Detector) и миниатюрной рентгеновской трубкой мощностью 4 Вт. Данные компоненты приобретены у известной компании Amptek (США), чьи разработки в области современных энергодисперсионных спектрометров и полупроводниковых детекторов широко применяет американское космическое агентство NASA. Компактность данных устройств позволяет создавать портативные измерительные модули для анализа как порошковых, так и пульповых проб руд и продуктов их обогащения. Основная техническая сложность заключается в интеграции измерительных модулей в промышленные анализаторы пульп, входящие в состав АК и, соответственно, в состав АСАК, которые эксплуатируются на ОФ, как правило, в полностью автоматическом режиме. Вышеуказанные комплектующие компании Amptek поставляют с программным обеспечением (ПО), позволяющим им работать исключительно в ручном режиме, причем в лабораторных условиях. В связи с этим, помимо проблем программно-системного характера, возникают проблемы адаптации измерительного модуля к работе в промышленных условиях в круглосуточном режиме.

Линейка АК, разрабатываемых в Аналитическом центре НПО «РИВС», включает порошковые и пульповые, одно- и многоцветные варианты комплексов. В настоящее время проводятся испытания опытного образца пульпового многоцветного АК как наиболее сложного варианта в реализации. Данный вариант АК разрабатывался на основе применения новейшего оборудования и комплектующих, современных программно-технических

средств, элементов «ноу-хау», использованных при создании программно-алгоритмического, методико-математического и метрологического обеспечения. Следует отметить, что пульповый вариант АК и составляющие его компоненты в настоящее время находятся в стадии патентования.

Основные проблемы на этапе разработки заключались в следующем:

- реализации протоколов управления для компонентов АК;
- интеграция компонентов АК в единое целое и синхронизации их работы;
- адаптации компонентов АК для бесперебойной работы в автоматическом круглосуточном режиме.

При создании АК учитывались особенности подобных разработок других компаний. В результате получившееся решение имеет ряд преимуществ перед аналогичными существующими системами как в применяемом оборудовании, так и в программно-технических средствах, обобщенная структура которых приведена на **рис. 1**.

Разработанное ПО АК имеет модульную структуру, в которой каждый из модулей выполняет определенную задачу, например вывод различной информации на панель оператора, обмен данными с базой данных (БД), обмен данными со SCADA-системой, обмен данными с Web-браузером.

Основные преимущества АК следующие:

- простота эксплуатации — в АК реализована система защиты от ошибочных действий оператора, при этом соответствующим образом настроенный АК требует минимального вмешательства со стороны оператора;
- расширенные возможности самодиагностики — работа всех подсистем протоколируется, ведется учет времени работы и простоя, контролируется корректность процесса работы с выдачей соответствующих диагностических сообщений, т. е. система сама информирует об отклонениях в работе и о необходимости обслуживания того или иного компонента;
- простота технического обслуживания — АК разработан с использованием компонентов, рассчитанных на длительный срок эксплуатации без обслуживания, что в совокупности с возможностями самодиагностики позволяет снизить эксплуатационные расходы;
- различные варианты настройки, управления и мониторинга АК — реализована возможность использования как встроенных средств отображения (панели оператора), так и любых компьютеров через Web-браузер или SCADA-систему;
- расширенные возможности по интеграции АК в информационные системы предприятия — управление АК может осуществляться с помощью дискретных сигналов, стандартного промышленного протокола OPC (OLE for Process Control) или с использованием программного интерфейса API (Application

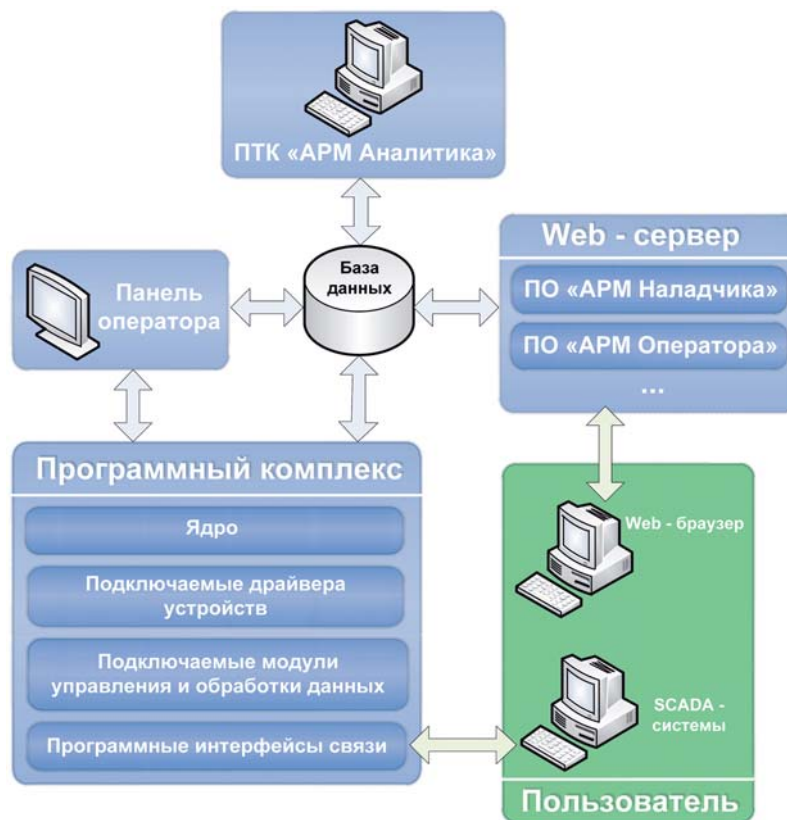


Рис. 1. Обобщенная структура программно-технических средств АК

Programming Interface) комплекса, а получение данных от АК возможно из файлов, из базы данных, через информационные Web-страницы, с помощью протокола OPC или API;

- возможность оптимизации и расширения программно-алгоритмических структур — программное обеспечение позволяет обновлять любые модули во время эксплуатации АК без его остановки;
- функционирование АК в составе АСАК — изначально АК проектировался для применения в составе разрабатываемой полномасштабной АСАК пульп руд и продуктов обогащения, в связи с чем предусматривалась возможность синхронизированной работы нескольких АК совместно с подсистемой АСОПП.

Таблица 1. Аналитические характеристики АК

Определяемый элемент	Концентрационная чувствительность η , имп/с/%	Предел обнаружения L , ppm	«Мертвое» время, %
Mn	780	12	9,6
Fe	1749	6	8,9
Co	1534	6	10,5
Ni	5178	2	10,3
Cu	4539	2	10
Zn	6805	2	10,6
Pb	6520	5	10,9
Mo	23556	4	16,2

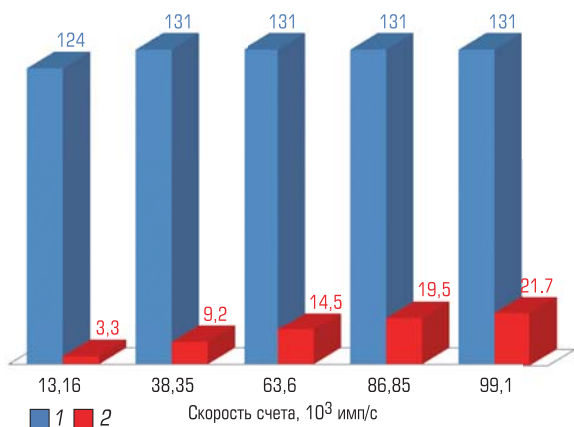


Рис. 2. Взаимосвязь энергетического разрешения, скорости счета и «мертвого» времени на линии MnKα (5,9 КэВ):
1 — разрешение, эВ; 2 — «мертвое» время, %

Возможности разработанного опытного образца АК оценивались по методикам, изложенным в [3, 4]. Так, для оценки аналитических характеристик комплекса проводились измерения моделей растворов-образцов, содержащих 1 % определяемого элемента в борной кислоте (H₃BO₃).

Рассчитанные значения концентрационной чувствительности, предела обнаружения и «мертвого» времени представлены в **табл. 1**.

Взаимосвязь энергетического разрешения, скорости счета и «мертвого» времени для АК на линии MnKα (5,9 КэВ) показана на **рис. 2**.

Приведенные на рис. 2 значения получены в результате измерений государственного стандартного образца (ГСО) в виде сплава, содержащего 14 % Mn. Увеличение скорости счета производилось путем увеличения силы тока рентгеновской трубки (РТ).

Для определения долговременной (за 24 ч непрерывной работы) аппаратной погрешности АК использовали металлический сплав и пульповую пробу полиметаллической руды.

Оценку аппаратной погрешности проводили при следующих условиях измерений:

- напряжение на РТ — 40 кВ при токе 70 мкА;
- «окно» аналитических линий MnKα, FeKα, CuKα, ZnKα, PbLα вмещало порядка 95 % пика амплитудного распределения;
- экспозиция — 100 с;
- расход пульпы в циркуляционном контуре — 18 л/мин;
- пленка измерительной кюветы (для пульпы) выполнена из полиэтилентерефталата толщиной 20 мкм;
- кратность измерений — 1 при каждом новом позиционировании спектрометрического блока на кювете с твердым образцом или пульпой.

Результаты измерения интенсивности аналитических линий на металлическом образце и пульповой пробе, помимо основной аппаратной погрешности A₀, обуслов-

ленной дрейфом инструментальных характеристик спектрометра, а также теоретической статистической погрешности счета импульсов V_c, включали дополнительную погрешность, обусловленную невозможностью позиционирования спектрометрического блока относительно окна измерительной кюветы. Кроме того, при измерении пульповой пробы в значение суммарной аппаратной погрешности A_Σ АК добавляется погрешность, вносимая циркуляционным контуром V_ц.

Оценка основной аппаратной погрешности производилась при измерении металлического образца, а суммарной погрешности — при измерении пульповой пробы согласно методикам [3]. Полученные результаты сведены в **табл. 2**. Как видно, значения A₀ при измерениях металлического образца составляли для разных аналитических линий от 0,12 до 0,37 %. Данные значения, полученные согласно методике определения A₀ (без учета статистической составляющей), вполне приемлемо характеризуют долговременный дрейф аппаратных параметров АК. Суммарная аппаратная погрешность АК (также без учета V_c) при измерениях пульповой пробы составляла от 0,42 до 1,1 %, при этом основной вклад в A_Σ вносит циркуляционный контур с измеряемой динамической гетерогенной средой. Теоретическая статистическая погрешность V_c, зависящая исключительно от суммарного набора импульсов за время экспозиции, в нашем случае имела достаточно высокие значения, поскольку целенаправленно использовались образцы с низким содержанием контролируемых элементов.

В сравнении с одним из лучших отечественных рентгеновских комплексов на базе спектрометра СРМ-13, предназначенных для анализа пульп в потоке, аналитический комплекс авторов показывает значения суммарной аппаратной погрешности за 24 ч непрерывной работы, сопоставимые с аналогичными значениями, полученными на СРМ-13 за 4 ч непрерывных измерений [3].

В данной работе проведено сравнение пределов обнаружения опытного образца АК с лучшими энергодисперсионными и волнодисперсионными рентгенофлуоресцентными комплексами, отличающимися высокими аналитическими характеристиками. Измерения проводили на образцах-моделях растворов, содержащих 1 % основного элемента в борной кислоте. В **табл. 3** приведены

Таблица 2. Расчетные значения основной и суммарной аппаратных погрешностей АК за 24 ч непрерывной работы

Линия	Металлический образец			Пульповая проба			
	Скорость счета, имп/с	A ₀ , %	V _c , %	Скорость счета, имп/с	A _Σ , %	V _c , %	V _ц , %
MnKα	105	0,19	0,98	113	0,6	0,94	0,57
FeKα	402	0,37	0,5	1117	0,42	0,3	0,2
CuKα	1661	0,21	0,25	93	0,97	1,04	0,95
ZnKα	458	0,23	0,47	618	0,48	0,4	0,42
PbLα	170	0,12	0,77	629	1,1	0,4	1,09

Примечание. При расчетах использовали металлический образец, содержащий, %: 0,36 Mn; 1,04 Fe; 1,38 Cu; 0,21 Zn; 0,12 Pb, и пульповую пробу, содержащую, %: 30 твердой фазы и элементов в твердой фазе: 0,64 Mn; 7,05 Fe; 0,22 Cu; 1,02 Zn; 3,11 Pb.

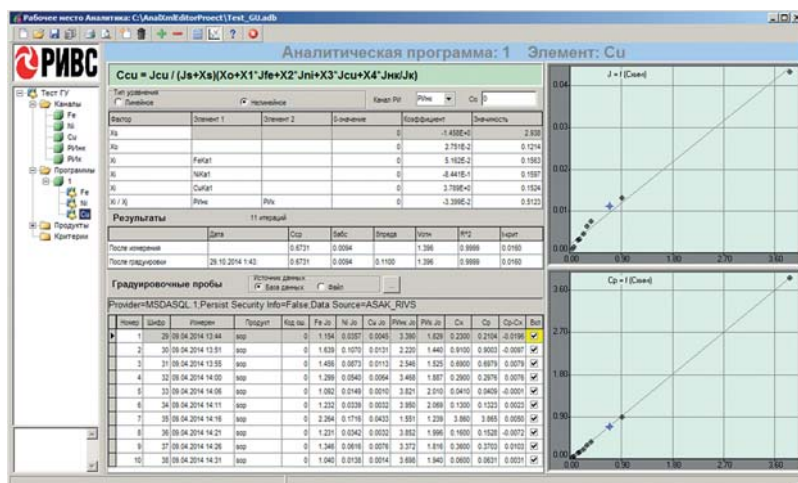


Рис. 3. Рабочее окно программно-технического комплекса «АРМ Аналитика»

Таблица 3. Пределы обнаружения элементов, ppm

Наименование оборудования, производитель, страна	Мощность РТ, Вт	Анод и режимы РТ	Элемент				
			Cu	Zn	Pb	Ni	Fe
АК, ЗАО «НПО «РИВС», Россия	4	Ag (40 кВ, 70 мкА)	2	2	5	2	6
S2 RANGER, BRUKER, Германия	50	Rh (40 кВ, 200 мкА)	3	5	12	3	4
СРМ-13, НПО «Буревестник», Россия (данные работы [4])	2000	Pd (50 кВ, 40 мА)	2	—	—	2	5

пределы обнаружения для некоторых элементов.

Представленные в табл. 2 и 3 результаты свидетельствуют о высоких аналитических и инструментальных характеристиках разработанного АК, отвечающих требованиям к рентгенофлуоресцентным комплексам, сформулированным в работе [5].

Иллюстрация аналитических возможностей АК при определении элементов в сложных гетерогенных средах, которыми являются руды и продукты их обогащения, представлена на **рис. 3**.

Усовершенствованный программно-технический комплекс «АРМ Аналитика» на основе унифицированного методикоматематического обеспечения позволяет выполнять градуировку АК на основе различных математических моделей [6]. Нелинейное градуировочное уравнение (см. рис. 3) вполне адекватно связывает измеренные значения интенсивности аналитических линий и рассеянного (когерентно и некогерентно) характеристического излучения анода РТ с концентрацией определяемого элемента Cu в порошковых ГСО медно-никелевой руды. Действительно, коэффициент детерминации R^2 , характеризующий относительную меру согласия, составляет 0,9999, а абсолютная ме-

ра согласия — среднееквадратическое отклонение рентгеноспектральных от надежно установленных химическим методом концентраций меди при среднем значении 0,67 % (мас.) составляет 0,009 % (мас.), или 1,3 % (отн.).

В целом результаты проведенных исследований свидетельствуют о том, что разработанный комплекс обладает высокими аналитическими и инструментальными характеристиками, позволяющими решать широкий круг задач в области экспрессного аналитического контроля на горно-обогатительных предприятиях.

Библиографический список

1. Бондаренко А. В. Вариант развития автоматических систем аналитического контроля пульпы//Горный журнал. 2010. № 10. С. 75–80.
2. Бондаренко А. В., Захаров П. А., Никандров И. С., Смирнов С. А., Шевелев Е. С. Разработка автоматизированной системы опробования пульповых продуктов//Тез. докл. науч.-практич. конф. НПО «РИВС». — СПб., 2012.
3. Бондаренко А. В. Аппаратурные погрешности при работе рентгеновского аналитического комплекса СРМ-13-ЗВМ АСВТ М-6000//Аппаратура и методы рентгеновского анализа. — Л. : Машиностроение. Вып. 27, 1982.
4. Бондаренко А. В. Использование рентгеновского комплекса СРМ-13-ЗВМ М-6000 для анализа продуктов обогащения медно-никелевых руд//Аппаратура и методы рентгеновского анализа. — Л. : Машиностроение, вып. 32, 1984.
5. Кельнер Р., Мерме Ж.-М., Отто М., Видмер Г. М. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Т. 2. — М. : Мир, 2004.
6. Бондаренко А. В., Карамышев Н. И., Кацман Я. М. Нелинейное оценивание параметров в инженерной практике ЗАО «НПО РИВС» // Горный журнал. 2011. № 10. С. 73–78. **ГЖ**

*Бондаренко Александр Владимирович,
e-mail: A_Bondarenko@rivs.ru
Никандров Илья Сергеевич,
e-mail: I_Nikandrov@rivs.ru
Андреев Денис Сергеевич,
e-mail: D_Andreev@rivs.ru*

"GORNYI ZHURNAL"/"MINING JOURNAL", 2014, № 11, pp. 96–100

Title	Assessment of possibilities of analytical complex on the basis of X-ray fluorescence energy dispersion spectrometer with SDD detector in the time of analysis of ores and concentration products
Author 1	Name & Surname: Bondarenko A. V.
	Company: RIVS Science and Production Association (Saint-Petersburg, Russia)
	Work Position: Deputy Director, Professor
	Scientific Degree: Candidate of Engineering Sciences
Author 2	Contacts: e-mail: A_Bondarenko@rivs.ru
	Name & Surname: Nikandrov I. S.
	Company: RIVS Science and Production Association (Saint-Petersburg, Russia)
	Work Position: Head of subdivision
Author 3	Name & Surname: Andreev D. S.
	Company: RIVS Science and Production Association (Saint-Petersburg, Russia)
Author 3	Work Position: Head of subdivision
Abstract	<p>The article discusses one of the promising configurations of the analytic instrumentation package (AIP), including a small-size X-ray fluorescence spectrometer with the latest silicon drift detector and an X-ray mini pipe for the express-analysis of pulp slurry.</p> <p>AIP is defined in the article in accord with the RIVS concept of creation of the full-scale automatic analytical control system (AACS) for ore minerals and concentrates. AACS is composed of two subsystems, namely AIP and APSS (automatic pulp slurry sampling); APSS is also developed by RIVS, industrially trialed and certified. The issues of the prototype design are considered. The advantages of the prototype over analogous systems are described.</p> <p>The instrumentation characteristics and analysis capacities of AIP are experimentally evaluated. Based on the evaluation, AIP is compared with the best analytic instrumentation packages of Russian and foreign manufacture.</p> <p>On the ground of the research findings, the conclusion is made that the designed system meets the requirements of the effective operational analytical control over ore minerals and concentrates.</p>
Keywords	Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometer, silicon drift detector, analytic instrumentation package, software, analytic parameters, instrumental errors, methodological and mathematical support, ore mineral and concentrate analysis.
References	<ol style="list-style-type: none"> 1. Bondarenko A. V. Variant razvitiya avtomaticheskikh sistem analiticheskogo kontrolya pulp (Method of development of automatic systems of analytical pulp control). Gornyi Zhurnal = Mining Journal. 2010. No. 10. pp. 75–80. 2. Bondarenko A. V., Zakharov P. A., Nikandrov I. S., Smimov S. A., Shevelev E. S. Razrabotka avtomatizirovannoy sistemy oprobovaniya pulpykh produktov (Development of automated system of pulp products testing). Tezisy dokladov nauchno-prakticheskoy konferentsii Nauchno-Proizvodstvennogo Obiedineniya «RIVS» (Thesis of reports of scientific-practical conference of Scientific Production Association "RIVS"). Saint Petersburg, 2012. 3. Bondarenko A. V. Apparaturnye pogreshnosti pri rabote rentgenovskogo analiticheskogo kompleksa SRM-13-EVM ASVT M-6000 (Implementation error in the time of operation of X-ray analytical complex SRM-13-EVM ASVT M-6000 (CPM-13-ЭВМ АСВТ М-6000)). Apparatura i metody rentgenovskogo analiza (Apparatus and methods of X-ray analysis). Leningrad : Mashinostroenie, 1982. Iss. 27. 4. Bondarenko A. V. Ispolzovanie rentgenovskogo kompleksa SRM-13-EVM M-6000 dlya analiza produktov obogashcheniya medno-nikelevykh rud (Use of X-ray complex SRM-13-EVM M-6000 (CPM-13-ЭВМ М-6000) for analysis of copper-nickel ore concentration products). Apparatura i metody rentgenovskogo analiza (Apparatus and methods of X-ray analysis). Leningrad : Mashinostroenie, 1984. Iss. 32. 5. R. Kellner, J.-M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer. Analiticheskaya khimiya. Problemy i podkhody (Analytical chemistry. Problems and approaches). Moscow : Mir, 2004. Vol. 2. 6. Bondarenko A. V., Karamyshev N. I., Katsman Ya. M. Nelineynoe otsenivanie parametrov v inzhenernoy praktike Zakrytogo Aktsionernogo Obshchestva « Nauchno-Proizvodstvennoe Obiedinenie RIVS» (Non-linear assessment of parameters in engineering practice of JSC "Scientific-Production Association "RIVS"). Gornyi Zhurnal = Mining Journal. 2011. No. 10.

УДК 622.7.002.5

А. В. БОНДАРЕНКО, Н. И. КАРАМЫШЕВ, А. А. ТРУШИН (НПО «РИВС»)

Я. М. КАЦМАН (СП ЗАО «ИВС»)

РАСЧЕТ БАЛАНСА МЕТАЛЛОВ КАК ЭЛЕМЕНТ АСУТП БОГАТИТЕЛЬНОЙ ФАБРИКИ



А. В. БОНДАРЕНКО,
руководитель
Аналитического центра (АЦ),
зам. генерального директора,
канд. техн. наук



Н. И. КАРАМЫШЕВ,
руководитель сектора
программирования АЦ



А. А. ТРУШИН,
директор департамента
автоматизации,
канд. техн. наук



Я. М. КАЦМАН,
ведущий инженер,
канд. техн. наук

Рассматриваются некоторые особенности расчета баланса металлов и применения контрольных карт Шухарта в автоматизированной системе управления технологическими процессами на горно-обогатительном производстве.

Ключевые слова: обогащение руд, автоматизация технологических процессов, баланс металлов, методы и алгоритмы расчетов, контрольные карты Шухарта.

Классический подход к решению целевой задачи АСУТП, принятый в теории автоматического управления за основу, требует наличия математической модели, адекватно описыва-

ющей связи входных и выходных параметров объекта управления при внесении определенных управляющих воздействий. Кроме того, должен быть установлен некоторый критерий, на