

ОСОБЕННОСТИ АНАЛИЗА ПОРОШКОВЫХ ПРОБ РУД РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

© 2007 г. А. А. Тамразян

Институт геофизики и инженерной сейсмологии НАН РА
3115, г. Гюмри, В. Саргсяна, 5, Республика Армения
iges@shirak.am

Поступила в редакцию 20 06 2007 г

В работе приводятся некоторые особенности анализа порошковых проб рентгенорадиометрическим методом, связанные с размерами рудных частиц и законами их распределения в пробе. Установлено, что в грубозернистых порошковых пробах рудные зерна распределены по биномиальному закону, а в мелкозернистых пробах -- по нормальному. В переходном диапазоне, где размеры частиц соизмеримы с глубиной метода, распределение подчиняется пуассоновскому закону.

Рентгенорадиометрический метод (РРМ) в последнее время все шире применяется при определении элементного состава горных пород и руд как в лабораторных, так и в естественных условиях. Экспрессность, простота реализации и достаточно высокая чувствительность определения элементов делают метод более эффективным и перспективным.

Несмотря на достаточно глубокую проработку метода при анализе порошковых проб, в практике часто встречаются случаи, когда полученные практические результаты не согласуются с теоретическими и методическими выводами. Это свидетельствует о том, что при разработке методики анализа порошковых проб еще не все особенности и тонкости учитываются. Так, при экспериментальных и опытно-методических разработках по созданию методики рентгенорадиометрического анализа (РРА) все исследования проводятся на однородных изотропных моделях, т.е. на мелкозернистых порошковых пробах, и полученные методические выводы применяются как при опробовании руд в условиях естественного залегания, так и при анализе грубозернистых порошковых проб. Это, в конечном итоге, часто приводит к неверным методическим и техническим рекомендациям или к существенным расхождениям между результатами рентгенорадиометрических и геологических (химических) анализов.

В настоящей статье приводятся результаты исследований по выяснению особенностей рентгенорадиометрического анализа крупнозернистых порошковых проб.

Рассмотрим вопрос об ослаблении потока квантов монохроматического гамма-излучения в среде, состоящей из однородного наполнителя Н и рудных зерен А, имеющих сферическую форму с радиусом R.

Ослабление квантов в наполнителе при прохождении слоя X учитывается множителем $\exp[-\bar{\mu}_H \rho (1-q)x]$, где ρ -- средняя плотность среды, q -- средняя концентрация рудных зерен в этой среде, $\bar{\mu}_H$ -- массовый коэффициент ослабления наполнителя. Учитывая также ослабление потока в рудных зернах, для потока квантов N на глубине X получим (Тамразян, 1998; Тамразян, Леман, 2000):

$$N = \frac{2N_0}{\pi R^2} \exp[-\bar{\mu}_H \rho (1-q)x] \times \left\{ \frac{\pi}{2} [L_1(2\bar{\mu}_A \rho_A RK) - I_1(2\bar{\mu}_A \rho_A RK)] + 1 \right\}, \quad (1)$$

где K -- число рудных зерен в среде объема $V = \pi R^2 \cdot X$ на пути X, ρ_A -- плотность рудного вещества, из которого состоят зерна, $\bar{\mu}_A$ -- его массовый коэффициент ослабления, $L_1(2\bar{\mu}_A \rho_A RK)$ -- функция Струве первого порядка, $I_1(2\bar{\mu}_A \rho_A RK)$ -- функция Бесселя от мнимого аргумента первого порядка. Величина потока квантов в порошковых пробах зависит как от количества и размеров, так и от характера распределения рудных зерен. Так как распределение зерен в среде носит вероятностный характер, то для расчета потоков квантов в среде выражение (1) нужно умножить на $P_\alpha(K)$, т.е. на значения вероятности появления K зерен на пути X в объеме $V = \pi R^2 \cdot X$, где α -- максимально возможное количество зерен в указанном объеме.

Если в выражении (1) концентрацию рудных зерен q представим через концентрацию определяемого элемента в пробе q_A^C подставим коэффициент преобразования первичного излучения во вторичное K₁ и ограничимся глубиной метода, получим выражение потока вторичного излучения для порошковых проб со сферической формой рудных зерен:

$$N_2 = \frac{K_1 N_0}{R^2} \exp\left[-\frac{\bar{\mu}_H}{\mu_A} \left(1 - \frac{q_A^C}{q_A^3}\right)\right] \times \sum_{k=0}^{\alpha} P_\alpha(k) \left\{ \frac{\pi}{2} \left[\sum_{m=0}^{\infty} \frac{(\bar{\mu}_A \rho_A RK)^{2m+1}}{m!(m+1)!} \left(\frac{\bar{\mu}_A \rho_A RK}{\pi} - 1 \right) \right] + 1 \right\}. \quad (2)$$

Здесь q_A^C -- содержание определяемого элемента в рудном зерне, и оно зависит только от того, каким минералом представлена руда. Для решения аналитических задач по выбору методики анализа порошковых проб полученная формула, хотя по виду очень громоздкая, но, учитывая возможности современной вычислительной техники, расчеты с ее помощью элементарны. С целью выяснения

характера влияния крупности частиц, а также закона распределения зерен на интенсивность флуоресцентного рентгеновского излучения от порошковых проб, проведены экспериментальные исследования, результаты которых сопоставлены с расчетными данными, полученными с помощью формулы (2).

Для эксперимента были изготовлены несколько групп проб, в которых изменялись как размеры частиц, так и содержания определяемого элемента в них. Измерения проводились с помощью аппаратуры РРК-103 "Поиск", с источником первичного излучения кадмий-109, а в качестве детектора был применен пропорциональный счетчик СИ-6Р, разрешение которого по $K\alpha$ -линии меди ($E = 8,05$ кэв) составляло 15%.

При расчетах, естественно, возникает вопрос — к какому закону нужно отнести распределение рудных зерен в пробе. Так как заранее трудно это установить, то для получения полной картины нами рассмотрены случаи как биномиального (как более общего закона для дискретного распределения), так и нормального (для непрерывного) распределений.

Результаты сопоставления расчетных и экспериментальных данных приведены на рис. 1.

Как видно из рис. 1, при больших размерах частиц (больше, чем глубина проникновения излучений) расчеты по биномиальному распределению лучше согласуются с экспериментальными данными, а при их малых размерах хорошее согласие с экспериментальными данными наблюдается для нормального распределения.

Интересным является тот факт, что поток квантов, рассчитанный для биномиального распределения, с увеличением размера частиц увеличивается, а для нормального распределения наоборот — уменьшается. По характеру изменения экспериментальные данные близки к нормальному распределению, т.е. при эксперименте с ростом размера неоднородности поток квантов также уменьшается.

Из полученных данных можно заключить, что при теоретических расчетах поток вторичных излучений для порошковых проб с размерами частиц больше глубины проникновения первичных и вторичных (характеристических) излучений нужно принимать, что в пробе зерна распределены по биномиальному закону, а в мелкозернистых пробах их распределение подчиняется нормальному закону. В пробах, где размеры соизмеримы с глубиной метода, экспериментальные данные не согласуются с расчетными

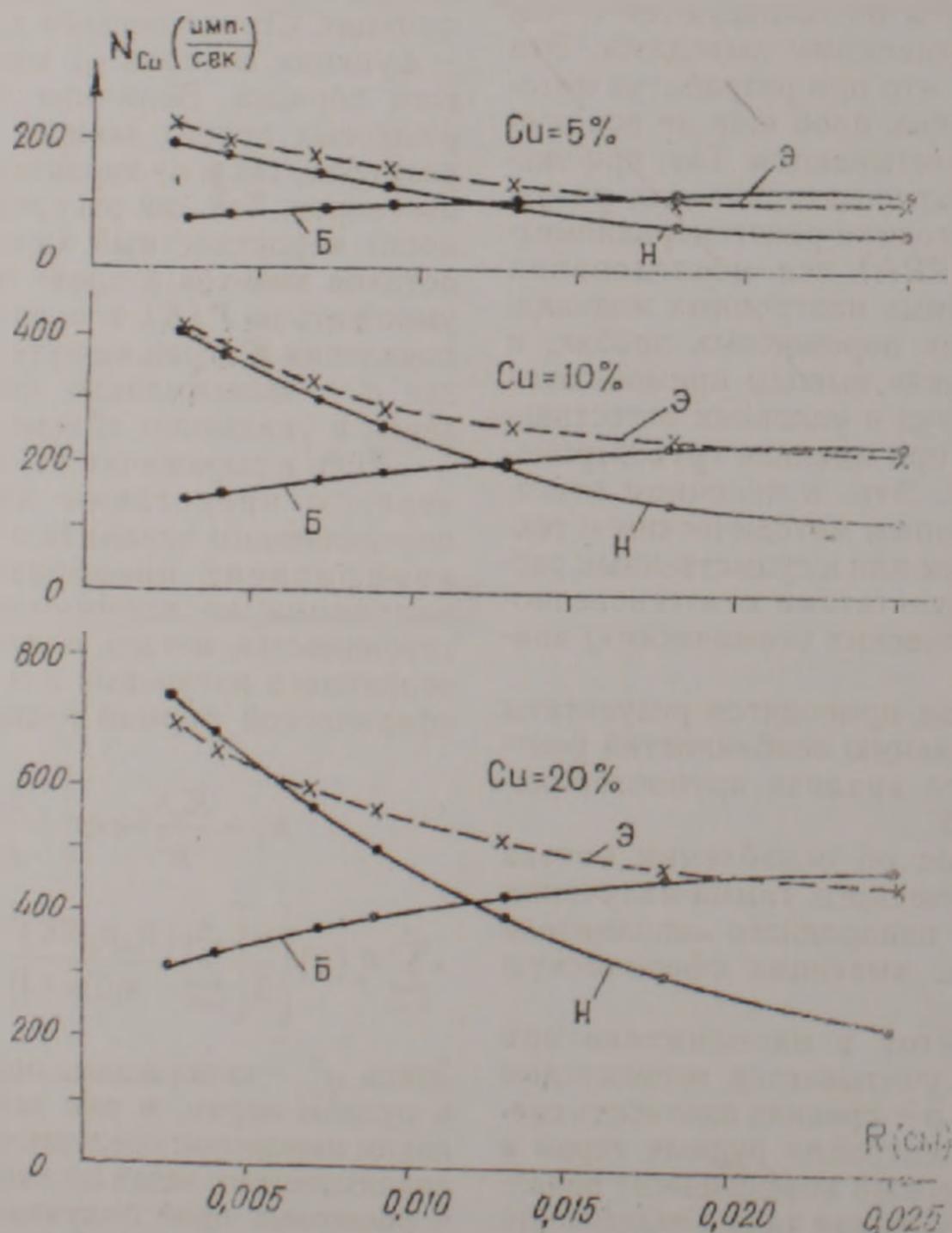


Рис 1. Зависимости потоков вторичных излучений N_{Cu} от размеров частиц в порошковых пробах при их различных распределениях: Б, Н — биномиальное и нормальное распределения (расчетные данные), Э — эксперимент

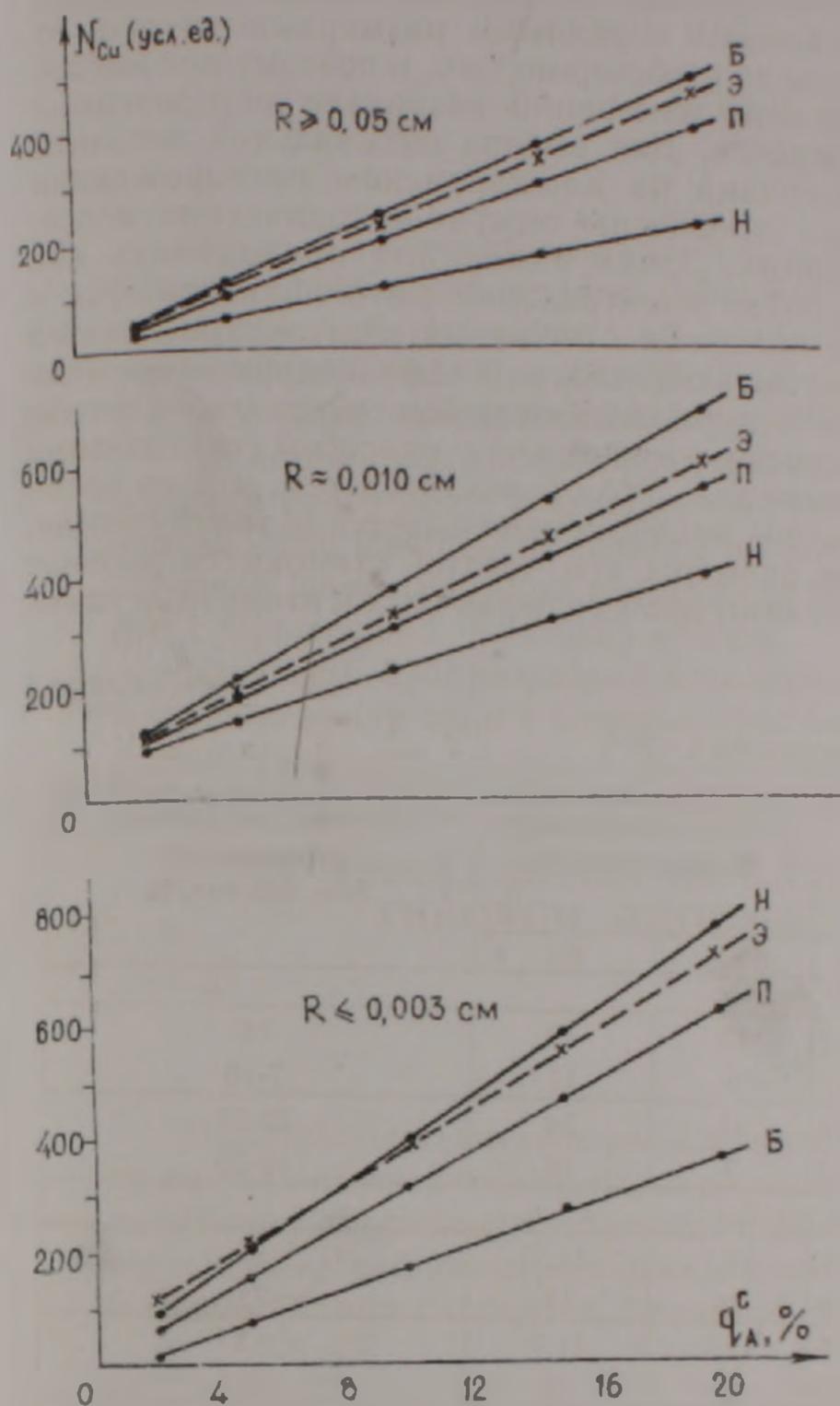


Рис.2 Поток вторичных характеристических излучений от порошковых проб с различными размерами частиц для биномиального (Б), пуассоновского (П) и нормального (Н) распределений (расчетные данные) в сопоставлении с экспериментальными (Э) данными.

данными как при биномиальном, так и при нормальном распределении (рис. 1). Естественно, возникает вопрос, к какому закону нужно отнести распределение зерен в пробах при их, так называемом, "переходном" диапазоне размера. Известно (Кендалл, Стюарт, 1966), что биномиальное распределение с ростом количества зерен в единичном объеме становится все более симметричным и переходит в пуассоновское. Для пуассоновского распределения вероятность появления K — числа зерен на пути X определяется формулой:

$$P_o(K) = \frac{a^k}{K!} \exp(-a). \quad (3)$$

Эта формула, в первую очередь, должна удовлетворить условию ординарности. Ординарность здесь означает, что вероятность появления более одного зерна на пути X при прохождении квантов в данном объеме представляет собой бесконечно малую величину по сравнению с X . При

решении поставленной задачи это условие сохраняется, так как первичные (тем более вторичные характеристические) излучения полностью поглощаются первовстретившимися частицами проб, и вероятность взаимодействия квантов с другими зернами становится незначительной. Таким образом, в пробе распределение зерен, размеры которых соизмеримы с глубиной метода, можно отнести к пуассоновскому закону. Это хорошо видно также на рис.2, где представлены расчетные данные потоков вторичных характеристических излучений для проб с различными размерами частиц и результаты сопоставления с экспериментальными данными. Для проб, где размеры частиц соизмеримы с глубиной метода, экспериментальные данные хорошо согласуются с расчетами, сделанными для пуассоновского распределения.

При расчетах вторичных излучений с помощью формулы (2) глубинность метода оценивалась выражением $h \approx 2 / \rho_H (\bar{\mu}_1^H + \bar{\mu}_2^H)$, а плотность вероятности $P_o(K)$ определялась по формуле (3).

Для рассматриваемой модели глубинность метода, т.е. пробег фотонов в гомогенной фазе, составляла 0,013 см.

При практическом применении РРМ также возникают определенные затруднения, связанные с выбором способов реализации метода, т.е. с выбором методики измерений. В практике анализ порошков, без учета некоторых вопросов, связанных с изменениями размеров частиц, обычно осуществляют способом спектральных отношений. С целью выяснения этих вопросов проводились измерения на грубозернистых и мелкозернистых порошковых пробах Каджаранского медно — молибденового месторождения. Анализ на медь и молибден осуществлялся как способом спектральных отношений, так и способом спектральной интенсивности. В способе спектральных отношений (Мейер, 1965) измеряется отношение скоростей счета (η) в двух каналах гамма-спектрометров, один из которых соответствует аналитической линии определяемого элемента, а другой фиксирует изменение фона рассеянных гамма-квантов источника в одном из участков вторичного спектра.

Способ спектральной интенсивности предусматривает измерение интенсивности потока квантов (Nx) с энергией аналитической линии определяемого элемента. Результаты анализа порошковых проб приведены в табл.1. Из полученных результатов следует, что точность рентгенорадиометрического анализа мелкозернистых порошковых проб способом спектральных отношений не выходит за допуски, установленные для химического анализа. При этом рентгенорадиометрическим методом и вышеуказанным способом в пробах можно одновременно определять содержание меди и молибдена с нижним порогом 0,1 и 0,01% соответственно. Причем относительная точность определения этих пороговых концентраций не ниже 20-25%.

При измерениях способом спектральной интенсивности точность определения меди и молибдена в мелкозернистых порошковых

пробах существенно ниже, чем по способу спектральных отношений. При анализе грубозернистых порошковых проб наблюдается обратная картина: точность определения меди и молибдена по способу спектральной интенсивности намного больше, чем при способе спектральных отношений. Причем, относительные среднеквадратические расхождения при анализе способом спектральных отношений, как правило, выходят за допуски, установленные для химического анализа (табл.1).

Полученные практические результаты при РРА мелко- и грубозернистых порошковых проб также констатируют наличие некоторых особенностей, неучет (игнорирование) которых может привести к снижению точности анализа.

Своеобразной порошковой пробой является

также буровой сухой шлам. В нем встречаются материалы с разными размерами частиц: от пудры до грубозернистого, и поэтому при выборе методики измерений возникают определенные трудности. Для выбора оптимальной методики измерений на Каджаранском месторождении были проведены опытно-методические исследования. Здесь измерения проводились как способом спектральной интенсивности, так и спектральных отношений. Результаты анализа показывают, что в шламе содержание меди лучше определять способом спектральной интенсивности, а молибдена – способом спектральных отношений. Это объясняется тем, что во время бурения молибден измельчается до такой степени, что размеры его частиц становятся меньше величины пробега первичных и вторичных гамма

Таблица 1

Результаты анализа порошковых проб

Определяемый элемент	Класс содержания, %	Кол-во проб	Среднее содержание, %	Абсолютн. средн. квадр. погрешн., %		Относит. средн. квадр. погрешность, %		Относит. допустимое расхожд. для хим. анализа, %
				по η	N_x	по η_x	N_x	
Мелкозернистые пробы								
Cu	< 0,5	462	0,31	0,037	0,052	12	17	15
	0,5-3,0	220	1,24	0,08	0,14	6	11	7-10
Mo	< 0,1	485	0,06	0,007	0,014	11	24	20-30
	0,10-0,25	197	0,127	0,009	0,022	7	18	10-20
Грубозернистые пробы								
Cu	–	328	0,42	0,076	0,05	18,1	11,9	15
Mo	–	328	0,061	0,016	0,009	26	15	25
Cu	–	328	0,42	0,076	0,05	18,1	11,9	15
Mo	–	328	0,061	0,016	0,009	26	15	25

– излучений, т.е. молибденовый шлам ведет себя как гомогенная среда. При определении содержания меди, наоборот, шлам можно считать грубозернистым, гетерогенным объектом.

Таким образом, исследования показывают, что при выборе способов реализации РРМ необходимо учитывать некоторые особенности порошковых проб, связанные с размерами частиц и их законами распределения в пробе. В частности, при теоретических расчетах необходимо принимать, что в грубозернистых порошковых пробах рудные зерна распределены по биномиальному закону, а в мелкозернистых пробах – по нормальному. В переходном диапазоне, где размеры частиц соизмеримы с глубиной метода, распределение подчиняется пуассоновскому закону. При практической реализации РРМ анализ грубозернистых порошковых проб осуществляется способом спектральной интенсивности, а мелкозернистых проб – способом спектральных отношений.

Статью рецензировал и рекомендовал к опубликованию к.г.-м.н. Р.Т.Мириджанян.

ЛИТЕРАТУРА

- Кендалл М. Стьюарт А. Теория распределений. Перевод с англ., Под ред. А.Н.Колмогорова. М.: Наука, 1966, 588 с.
- Мейер В.А., Очкур А.П., Кудрявцев Ю.И., Леман Е.П., Большаков А.Ю., Нахабцев В.С. Способ спектральных отношений в рентгенорадиометрическом методе изучения элементного состава руд в естественных условиях. Вопросы рудной геофизики, вып. 6, 1965, с.68 – 73.
- Тамразян А.А. Расчет потока квантов вторичных излучений пульпы со сферическими зёрнами твердой фазы при рентгенорадиометрическом методе анализа. Изв. НАН РА, Науки о Земле, 1998, №3, с.68-72.
- Тамразян А.А., Леман Е.П. К теоретическому обоснованию рентгенорадиометрического анализа пульпы. Обогащение руд, 2000, № 4, с.32- 35.

**ՌԵՆՏԳԵՆԱՌԱԿԻՈՄԵՏՐԱԿԱՆ ՄԵԹՈԴՈՎ ՓՈՇՈՒ ՆՄՈՒՇՆԵՐԻ
ԱՆԱԼԻԶԻ ԱՌԱՆՉՆԱՀԱՏԿՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԸ**

Ա. Ա. Թամրազյան

Ա մ փ ո փ ու մ

Չնայած ռենտգենառադիոմետրական մեթոդի խորը մշակվածությանը, փոշու նմուշում էլեմենտների որոշման ժամանակ հաճախ հանդիպում են դեպքեր, երբ ստացված պրակտիկ արդյունքները չեն համապատասխանում տեսական և մեթոդական եզրահանգումներին: Սա վկայում է այն մասին, որ փոշու նմուշների անալիզի ժամանակ դեռևս ոչ բոլոր առանձնահատկություններն ու նրբություններն են հաշվի առնվել:

Ուսումնասիրությունների արդյունքում ցույց է տրվել, որ խոշորահատիկ փոշու նմուշում հատիկները բաշխվում են բինոմալ օրենքով, մանրահատիկներում՝ նորմալ օրենքով, իսկ հատիկների չափերի անցումային դիապազոնում, երբ հատիկների չափերը և մեթոդի խորքայնության մեծությունը համաչափելի են, հատիկների բաշխումը ավելի լավ է նկարագրում Պուասոնի օրենքը:

Տեսական և մեթոդական հետազոտությունների համար այս կարևոր առանձնահատկությունը հիմք է հանդիսանում նաև ճիշտ կողմնորոշվելու պրակտիկ կիրառման ժամանակ մեթոդի իրացման եղանակներն ընտրելիս:

**THE PECULIARITIES OF ANALYSIS OF POWDER ORE SAMPLES
THROUGH RHOENGENORADIOMETRIC METHOD**

A. A. Tamirazyán

Abstract

The article highlights some peculiarities of the powder sample analysis through X-ray-radiometric method connected with the size of ore particles and principles of their distribution in the sample. As indicated, in coarse-grained powder and fine-grained samples ore grains are distributed according to binomial and normal principles, respectively. Over transitive range where the size of particles is comparable with the depth of the method, ore grains are distributed according to Poisson's law.