

AGH
IFiJ

PL7802009

Raport INT 119/1

**ZAŚTOSOWANIE METODY
RADIOIZOTOPOWEJ
FLUORESCENCJI RENTGENOWSKIEJ
DO KONTROLI UZIARNIENIA
NADAWY FLOTACYJNEJ
RUD MIEDZI**

MAREK LANKOSZ, BARBARA HOŁYŃSKA



ZASTOSOWANIE METODY RADIOIZOTOPOWEJ FLUORESCENCJI
RENTGENOWSKIEJ DO KONTROLI UZIARNIENIA NADAWY
FLOTACYJNEJ RUD MIEDZI

RADIOISOTOPE X-RAY FLUORESCENCE METHOD OF THE DETERMINATION
OF COPPER ORE GRAIN SIZE IN MINERAL SLURRY

ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО МЕТОДА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ЗЕРНОСТИ ФЛОТАЦИОННЫХ ПУЛЫ РУД МЕДИ

Marek Lankosz

Barbara Hołyńska

Międzyresortowy Instytut Fizyki i Techniki Jądrowej
Akademia Górniczo-Hutnicza w Krakowie

Kraków 1977

Matryce wykonano według dostarczonych oryginałów

**This report has been reproduced directly from
the best available copy**

**Rozprowadza – Распространяет – Available from:
OŚRODEK INFORMACJI O ENERGII JĄDROWEJ
00-901 Warszawa, PKiN, XI p.**

Wydaje:

**INSTYTUT FIZYKI I TECHNIKI JĄDROWEJ AGH – KRAKÓW
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30**

Wydanie 1. Nakład 300+55+16 egz.

Papier offset. kł. M, A3, 70 g

Zmówienie w 187/77

GP. II/1757/70

Data złożenia maszynopisu przez autora: marzec 1977

Art. druk. 1

Oddano do produkcji 30. V. 1977

Powstanie ukończono w czerwcu 1977

Wydano w Powielalni Akademii Górniczo-Hutniczej im. S. Staszica, Kraków, ul. Moniuszki Lipcowego 16

Streszczenie

W pracy przedstawiono metodę radioizotopowej fluorescencji rentgenowskiej w zastosowaniu do oznaczania udziału wagowego ziaren o średnicy poniżej 75 μm w zawieszynie nadawy flotacyjnej rud miedzi. Metoda polega na pomiarze natężenia rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego wzbudzanego za pomocą źródeł radioizotopowych / ^{238}Pu i ^{241}Am / o dwóch różnych energiach promieniowania X. Zbadano wpływ zmiennej zawartości miedzi i suchego składnika zawiesziny oraz wpływ zmienności parametrów rozkładu uziarnienia na wyniki pomiarowe. Oszacowana dokładność /1s/ oznaczenia udziału wagowego ziaren o średnicy poniżej 75 μm proponowaną metodą radiometryczną wynosi 4 % udziału.

~~Summary~~

Radioisotope X-ray fluorescence method of determination of grain size below 75 μm in mineral slurries of copper ores has been worked out. Two radioisotope sources of different energies of X-rays / ^{238}Pu and ^{241}Am / have been used for the excitation of copper in slurry. The influence of variable copper and solids contents of slurry and variation of parameters of grain size distribution on measurement results have been studied. The estimated accuracy /absolute 1 st.dev./ of determination of grain size below 75 μm amounts 4 %.

(author)

Резюме

В работе представлено рентгенофлуоресцентный метод определения весовой доли зерен флотационных пульп руд меди, о диаметрах меньше 75 μm . Использовано измерение интенсивности рентгенофлуоресцентного излучения возбужденного излучением из радиоизотопов / ^{238}Pu и ^{241}Am / о двух разных энергиях. Исследовано влияние концентрации меди, твердо-составления, переменности параметров грануляционного распределения на результаты измерения. Оценка точности /1 с/ определения весовой доли зерен о диаметрах меньше 75 μm составляет 4%.

1. WSTĘP

Jednym z parametrów decydujących o wydajności procesu flotacji rud miedzi jest stopień rozdrobnienia rudy, którego miarą jest udział wagowy ziaren o średnicach mniejszych od $75 \mu\text{m}$. Ciągła kontrola tego parametru pozwala na optymalizację flotacji poprzez regulację procesu mielenia rudy.

Do oznaczania udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ można zastosować niektóre metody radiometryczne jak radioizotopową fluorescencję rentgenowską, pomiar rentgenowskiego promieniowania rozproszonego [1] lub absorbowanego [2] w ośrodku niejednorodnym. Metoda fluorescencji rentgenowskiej zaproponowana w pracy [3] polega na pomiarze natężenia rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego wzbudzonego przez promieniowanie X o dwóch różnych energiach. Wykorzystując zależność efektu granulacji od energii promieniowania pierwotnego, możliwy jest taki dobór energii pierwotnych aby jedna dawała mały, a druga duży efekt granulacji. Natężenia promieniowania I_1 i I_2 są wówczas różnymi funkcjami koncentracji wzbudzonego pierwiastka oraz wielkości ziaren, co pozwala na wyznaczenie obu tych wielkości [4]. W pracy niniejszej wykorzystano metodę dwóch źródeł do pomiaru udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$.

2. TEORETYCZNE OSZACOWANIE PRZYDATNOŚCI METODY

Jednym z powszechnie używanych rozkładów średnic ziaren zmielonych rud jest wagowy rozkład Rosina-Rammlera, dający dobrą zgodność formuły matematycznej z pomiarami granulacji metodą sitową i sedymentacyjną. Rozkład Rosina-Rammlera wyraża wzór

$$f(d) = b \cdot n \cdot d^{n-1} \exp(-b \cdot d^n)$$

gdzie

$$b = 1/(d_e)^n$$

n - parametr reprezentujący dyspersję rozkładu,

d_e - średnica ziaren, powyżej której ich udział wagowy wynosi 0,367,

d - średnica ziaren.

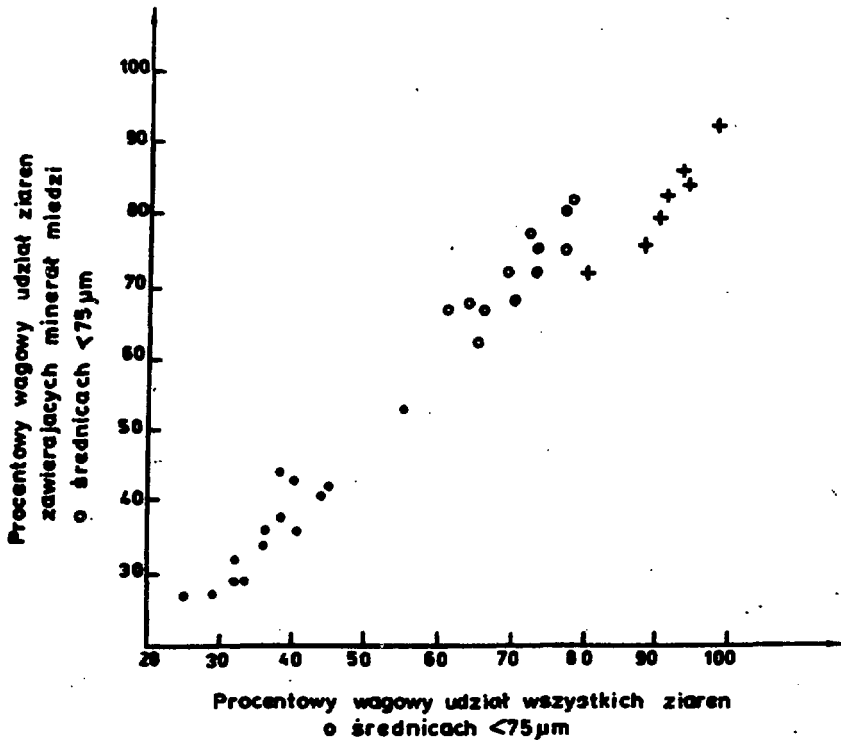
W oparciu o wyniki analiz sitowych próbek pobranych z procesu przeróbki rud obliczono współczynniki rozkładu Rosina-Rammlera dla wytypowanych do pomiaru nadaw rud miedzi. Zakres zmienności parametrów n i d_0 oraz udziału wagowego U ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ przedstawiono w tabeli I.

TABELA I.

Rodzaj nadawy	n	d_0 [μm]	U [%]
Przelew klasyfikatora	0,7 - 1,1	90 - 270	25 - 56
Przelew hydrocyklonu	0,4 - 0,85	15 - 60	60 - 84
Nadawa na flotację główną	0,6 - 0,9	15 - 35	80 - 98

Współczynniki rozkładu Rosina-Rammlera obliczono również dla rozkładu ziaren minerału miedzi. Uzyskano zadowalające zgodności parametrów rozkładu średnic ziaren zawierających miedź z parametrami rozkładu wszystkich ziaren. Na rysunku 1 przedstawiono korelację między udziałami wagowymi ziaren minerału miedzi o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ a analogicznymi udziałami wszystkich ziaren nadawy. Uzyskana korelacja wskazuje na możliwość określenia udziału wagowego wszystkich ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ w oparciu o pomiar udziału wagowego ziaren zawierających minerał miedzi.

Celem określenia przydatności metody fluorescencyjnej do pomiaru uziarnienia wykonano oszacowanie rachunkowe, którego celem było określenie czułości metody pomiarowej, wpływu zmienności zawartości miedzi, stałego składnika zawiesiny oraz zmienności parametru n rozkładu Rosina-Rammlera na dokładność oznaczenia udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$. W obliczeniach wykorzystano teoretyczny model Huntera-Rhodesa [5] oddziaływania promieniowania X z ośrodkami niejednorodnymi.



Rys. 1. Korelacja pomiędzy udziałem wagowym ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$, zawierających minerał miedzi, a analogicznym udziałem wszystkich ziaren

Wykonane obliczenia wskazują, że stosunek natężenia promieniowania fluorescencyjnego miedzi wzbudzonego promieniowaniem o energii 16,5 keV do analogicznego natężenia wzbudzonego promieniowaniem o energii 60 keV nie zależy od koncentracji miedzi w zawieszynie w zakresie od 1 % do 4 % Cu, stwierdzono natomiast, że na iloraz ten oprócz mierzonej wielkości tzn. udziału wagowego ziaren o $d < 75 \mu\text{m}$, wpływa parametr n rozkładu Rosina-Rammlera. Dla spotykanego zakresu zmian tego parametru /tabela I/ oszacowano błąd pomiaru, który wynosi 2,5 % udziału wagowego. Podobną wartość błędu uzyskano dla zmiennej, w granicach 10 - 30 %, zawartości stałego składnika zawieszyny. Mniejszy wpływ na dokładność oznaczeń ma zmiana składu chemicznego stałego składnika.

Wyniki obliczeń pokazane są na rysunkach 2, 3 i 4 odpowiednio dla wpływu zmienności parametru n rozkładu Rosina-Rammlera, zmienności stałego składnika zawieszyny i jego składu chemicznego na wyznaczany udział wagowy ziaren o $d < 75 \mu\text{m}$. Na osiach odłożono obliczone wartości stosunku $R_{16,5 \text{ keV}}/R_{60 \text{ keV}}$ od udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$, gdzie $R_{16,5}$ i R_{60} są względnymi natężeniami rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego miedzi wzbudzonego promieniowaniem o energiach odpowiednio 16,5 i 60 keV.

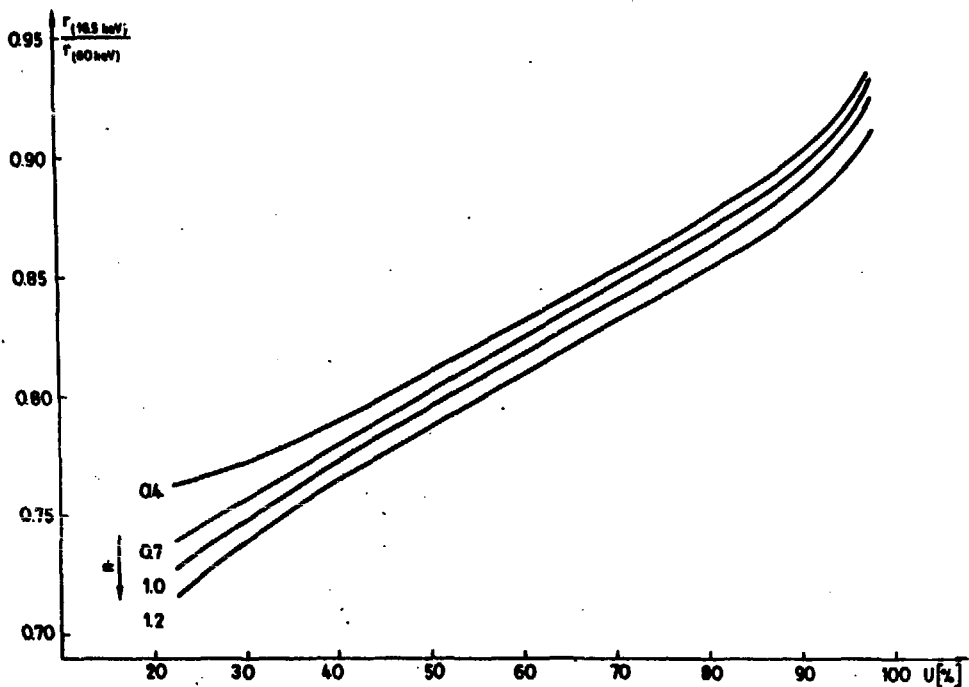
3. LABORATORYJNE POMIARY CIĄGŁE

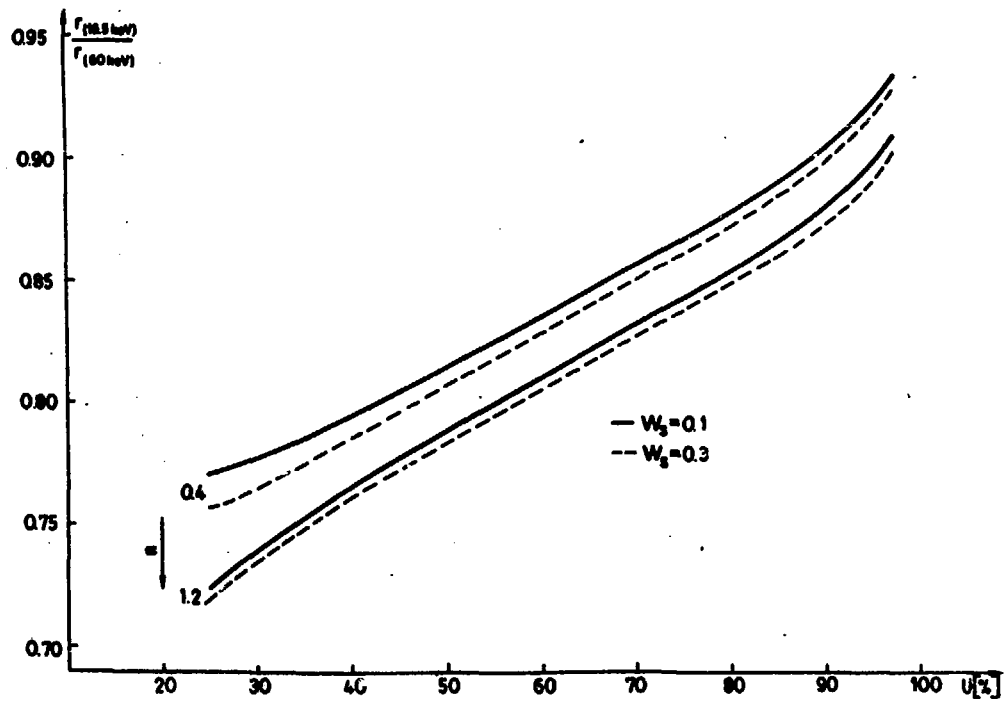
3.1. Aparatura pomiarowa i źródła

W celu opracowania metody ciągłego oznaczania udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ zbudowano urządzenie laboratoryjne pokazane w sposób schematyczny na rysunku 5. Urządzenie składa się z dwóch głowic pomiarowych zawierających różne źródła promieniowania wzbudzającego, sondy promieniowania gamma mierzącej zawartość stałego składnika zawieszyny oraz pompy perystaltycznej i dwóch zbiorników wyrównawczych. Pulpa ze zbiornika 1 przepływa do głowic pomiarowych 2, 3 i 4, a następnie do rurki sondy gęstościowej 5, z kolei do zbiornika 8, z którego pompa perystaltyczna 9 pompuje zawieszynę z powrotem do zbiornika 4.

9

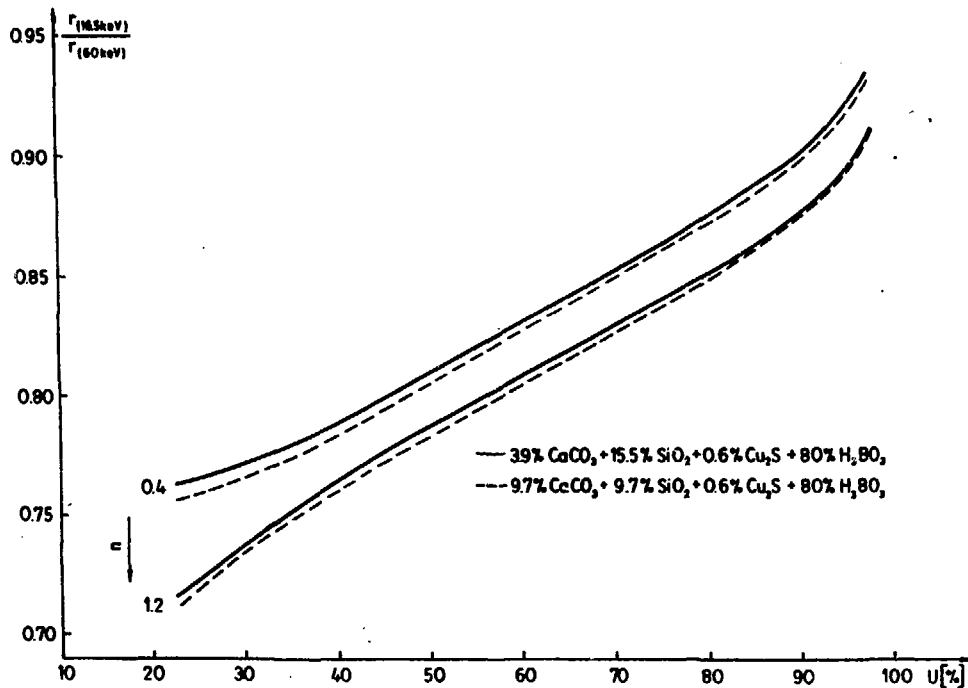
Rys. 2. Zależność stosunku natężeń promieniowania fluorescencyjnego miedzi od udziału wagowego U i parametru n rozkładu Rosina-Rammlera





Rys. 3. Wpływ zawartości stałego składnika zawiesiny na dokładność oznaczenia udziału wagowego ziaren o $d < 75 \mu\text{m}$

Rys. 4. Wpływ składu matrycy na dokładność oznaczenia udziału wagowego ziaren o $d < 75 \mu\text{m}$



W głowicach pomiarowych umieszczono źródła promieniowania ^{238}Pu i ^{241}Am o efektywnych energiach promieniowania 16,5 keV i 60 keV. Wzbudzone promieniowanie charakterystyczne serii K miedzi rejestrowano za pomocą argonowego licznika proporcjonalnego o rozdzielczości 16 % dla energii 6,4 keV. Linię K miedzi oraz promieniowanie rozproszone wydzielono przy użyciu jednokanałowych analizatorów amplitudy impulsów.

3.2. Charakterystyka próbek

W pomiarach laboratoryjnych stosowano próby nadaw z przelewu klasyfikatora, hydrocyklonu i nadaw na flotację główną dostarczonych przez zakład przeróbki rud. Udziały wagowe U ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ w poszczególnych rodzajach nadaw wynosiły :

TABELA II

Rodzaj nadawy	U [%]
Przelew klasyfikatora	25 - 43
Przelew hydrocyklonu	68 - 84
Nadawy na flotację główną	87 - 98

Zawartości miedzi w stałym składniku zawiesiny zmieniały się w granicach od 0,8 % do 2,5 %, natomiast udział wagowy stałego składnika zawiesiny od 20 % do 25 %.

4. WYNIKI POMIARÓW

Dla próbek z przelewu klasyfikatora, przelewu hydrocyklonu oraz nadawy głównej wykonano wspólną interpretację wyników pomiarowych. Uzyskano w ten sposób dla 16 próbek kalibracyjnych zakres zmienności mierzonego udziału wagowego U w granicach od 25 % do 98 %.

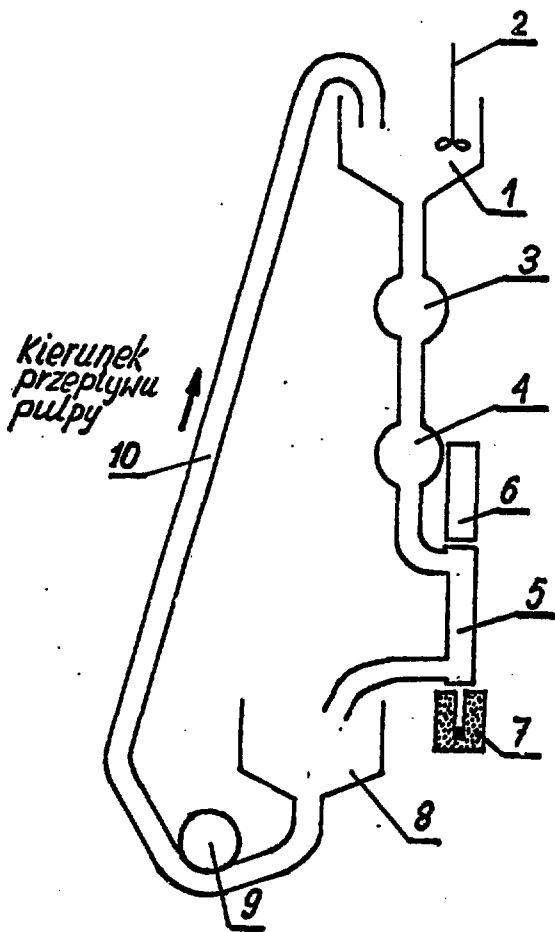
W celu doboru optymalnego równania kalibracyjnego prze-
testowano różne postacie funkcji sygnałów radiometrycznych od
udziału wagowego ziaren o $d < 75 \mu\text{m}$. Współczynniki równań
obliczono metodą najmniejszych kwadratów. Dokładność oznaczeń
wyrażono poprzez wartość odchylenia standardowego $/1s/$ obli-
czonego na podstawie odchyłek pomiędzy wynikami analiz sitowych
i radiometrycznych. Porównanie dokładności wyznaczenia udziału
wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ dla testowanych równań
podano w tabeli III.

TABELA III.

Równanie kalibracyjne	Odchylenie standardowe $/1s/$ w [%] U
1/ $U = A_1 \frac{r_{Pu} + A_2 r_{RPu} + A_3}{r_{Am} + A_4 r_{RAm} + A_5} + A_6$	3,7
2/ $U = A_1 \frac{r_{Pu} + A_2}{r_{Am} + A_3} + A_4$	4,7
3/ $U = A_1 + A_2 r_{Pu} + A_3 r_{Am} + A_4 r_{Pu} \cdot r_{Am}$	3,7
4/ $U = A_1 + A_2 \frac{r_{Pu}}{r_{RPu}} + A_3 \frac{r_{Am}}{r_{RPu}} + A_4 \frac{r_{Pu} \cdot r_{Am}}{r_{RPu}} + A_5 / r_{RPu}$	3,8

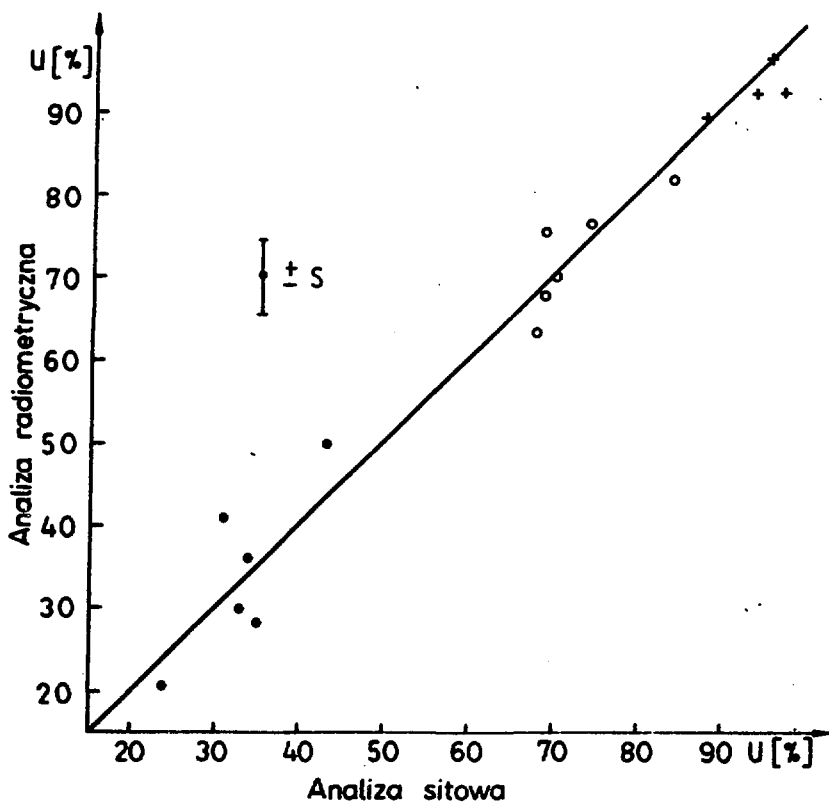
gdzie

- U - udział wagowy ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$,
 r_{Pu} - standaryzowane natężenie promieniowania fluorescencyjnego miedzi wzbudzone źródłem ^{238}Pu ,
 r_{Am} - standaryzowane natężenie promieniowania fluorescencyjnego miedzi wzbudzone źródłem ^{241}Am ,



Rys. 5. Schemat urządzenia laboratoryjnego

- | | |
|---------------------|----------------------------|
| 1 Zbiornik pulpę | 6 Licznik scyntylacyjny |
| 2 Mieszadło | 7 Źródło ^{137}Cs |
| 3 Głowica pomiarowa | 8 Zbiornik pulpę |
| 4 Głowica pomiarowa | 9 Pompa |
| 5 Sonda gęstościowa | 10 Rurociąg |



Rys. 6. Korelacja pomiędzy wynikami oznaczeń udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu\text{m}$ metodą radiometryczną i sitową

- T_{RPu} - standaryzowane natężenie promieniowania rozproszonego ze źródła ^{238}Pu ,
- T_{RAM} - standaryzowane natężenie promieniowania rozproszonego ze źródła ^{241}Am ,
- A_1, \dots, A_6 - współczynniki wyznaczone doświadczalnie.

Błędy pomiaru udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu m$ metodą fluorescencji rentgenowskiej obejmują :

błędy spowodowane zmianami koncentracji stałego składnika zawiesiny i jego składu chemicznego, zmianami wartości parametrów n rozkładu Rosina-Rammlera oraz błędy statystyczne rejestrowanych sygnałów radiometrycznych. Ponieważ wyniki oznaczeń radiometrycznych porównywano z wynikami analiz sitowych, w skład n błędów przedstawionych w tabeli III wchodzi również błąd analizy porównawczej. Porównanie otrzymanych wartości odchyłek standardowych testem F-Fishera wskazuje, że dokładności oznaczeń dla testowanych równań kalibracyjnych nie różnią się między sobą w istotny sposób. Ze względu na najmniejszą liczbę stałych występujących w równaniach 2/ i 3/ oraz pomiar tylko dwóch sygnałów radiometrycznych, równania te są najbardziej optymalnymi do wyznaczania udziału wagowego U . Na rysunku 6 przedstawiono korelację pomiędzy oznaczeniami udziału wagowego metodą sitową i radiometryczną z wykorzystaniem równania 2/. Obliczony współczynnik korelacji wyniósł 0,988, a błąd pomiaru 4,7 % udziału wagowego U .

5. WNIOSKI

Uzyskane wyniki wskazują na możliwość wykorzystania fluorescencji rentgenowskiej z użyciem radioizotopowych źródeł promieniowania pierwotnego ^{238}Pu i ^{241}Am do wyznaczania w sposób ciągły udziału wagowego ziaren o średnicach $d < 75 \mu m$.

Warunkiem poprawności pomiaru jest zapewnienie identycznego rozkładu ziaren w komorach pomiarowych oraz stabilnego przepływu niezapowietrzonej pulpy. Ostateczne zweryfikowanie sprawdzanej metody kontroli uziarnienia nadawy flotacyjnej

zostanie przeprowadzone w zakładzie flotacji rud. Do tego celu będzie wykonane urządzenie prototypowe zapewniające optymalny przepływ analizowanej zawiesiny przez układ pomiarowy.

> LITERATURA

1. K.G.Carr-Brion : U.K.Patent Nr 1323695.
2. K.G.Carr-Brion, J.P.Mitchell : J.Scient.Instr.44,611 /1967/.
3. B.Hołyńska : Spectrochim.Acta 27B, 287 /1972/.
4. B.Hołyńska, M.Lankosz, M.Rybińska-Gacek :
Raport INT 98/I, 1976.
5. C.B.Hunter, J.R.Rhodes : X-Ray Spectrometry 1, 107 /1972/.



— POWIELARNIA —
— AGH —
— KRAKÓW —