

# X-SUPREME8000



## Определение различных элементов в железной руде с X-Supreme

### ИСТОРИЯ ОТРАСЛИ

Железная руда добывается и транспортируется во многие части мира. И от начальной операции добычи до конечного продукта на всех этапах требуется анализ производственного и транспортного процессов для подтверждения качества продукта.

Рентгенофлуоресцентный анализ (XRF) - это хорошо зарекомендовавший себя аналитический метод для анализа железных руд, и X-Supreme выводит этот анализ на другой уровень. X-Supreme предлагает простой, быстрый, точный многоэлементный анализ. Прибор работает в режиме 24/7, обслуживается лабораторным либо производственным персоналом, что ведёт к высококачественному анализу с потенциальной экономией затрат. Чтобы продемонстрировать возможности X-Supreme 8000 при анализе руды, были использованы образцы с заранее известной концентрацией железа в диапазоне от 12 до 68% для проведения опытной калибровки. Далее были проведены измерения для подтверждения калибровки, проверки воспроизводимости, определения предела обнаружения и т. д.

Когда изначально доступно несколько стандартов, можно использовать альтернативный XRF метод «бесстандартный» (фундаментальный параметр) анализа. Эта технология опционально доступна X-Supreme 8000, для демонстрации воспроизводимости оборудования производились измерения железной руды.

### ПРОБОПОДГОТОВКА

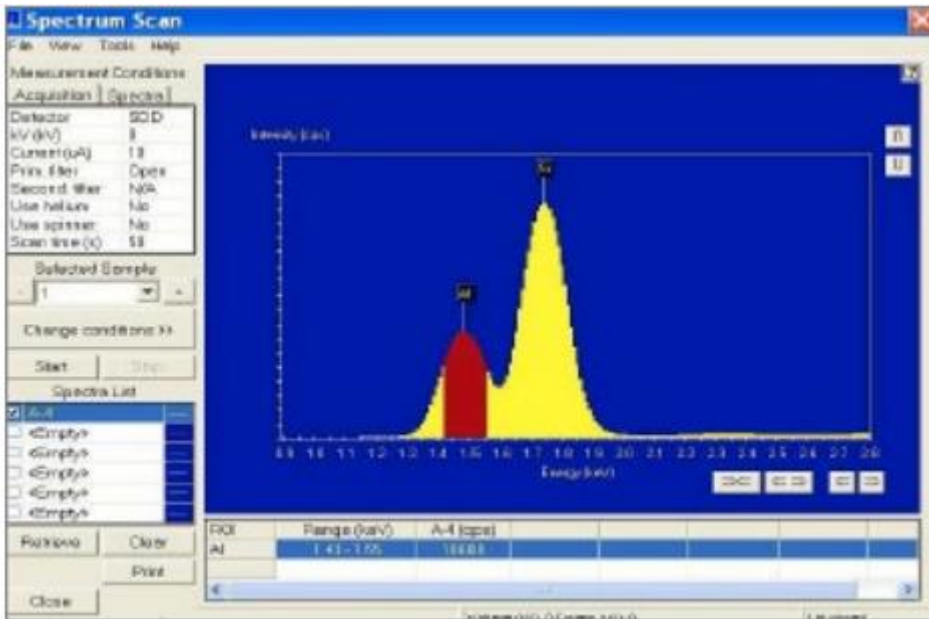
Для обеспечения высокой точности, необходимой для управления процессом и оптимизации затрат, образец сначала измельчают в поворотной мельнице (с простым добавлением вещества для увеличения адгезии образца), а полученный порошок прессуют в прочную таблетку (диаметр 40 мм) с помощью автоматического гидравлического пресса на 20 тонн. Затем таблетку помещают в стандартный держатель образцов Hitachi кат. № Q59, а держатель - в аналитический порт. Примечание: Одновременно можно загружать до 10 образцов, что позволяет работать без участия оператора, обеспечивая максимальную эффективность



# РЕЗУЛЬТАТЫ

## Качественный анализ

В X-Supreme 8000 используется техника энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции (EDXRF), что дает возможность просто и быстро наблюдать элементный спектр рентгеновских лучей в образце. Для определения Al, Si, P, Mn и Fe в железной руде используются два оптимизированных условия. Первое условие - одновременное измерение Al, Si и P. Ниже показан типичный рентгеновский спектр.



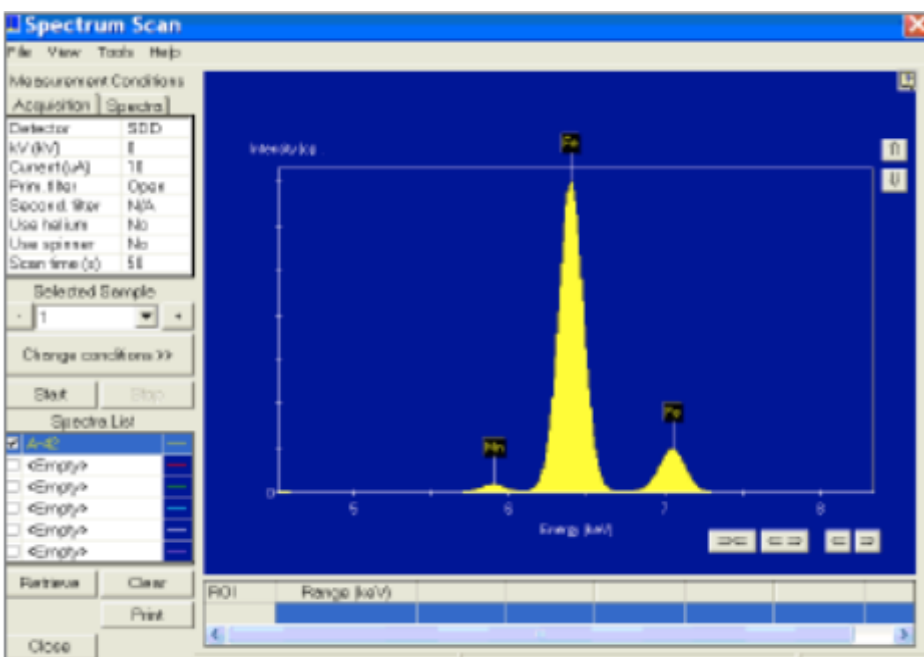
**Рисунок 1:** рентгеновский спектр стандарта железной руды, содержащей 52% SiO<sub>2</sub> и 12% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Примечание: высокая чувствительность как Al, так и Si при использовании рентгеновской трубки с вольфрамовой мишенью

Для определения элементов с низким атомным номером, то есть Al, Si и P, X-Supreme использует мощность рентгеновской трубки с вольфрамовой мишенью и высокое разрешение кремниевого дрейфового детектора.

Рентгеновская трубка с вольфрамовой мишенью обеспечивает отличное возбуждение элементов, например, для измерения соединения с наименьшим атомным номером-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (что приводит к высокой чувствительности), в то время как высокое элементное разрешение SDD-детектора позволяет определять элемент P при низкой концентрации - примерно 250 частей на миллион (0,025%) даже в присутствии высокой концентрации SiO<sub>2</sub> (50%).

Второе условие- одновременное определение Mn и Fe.



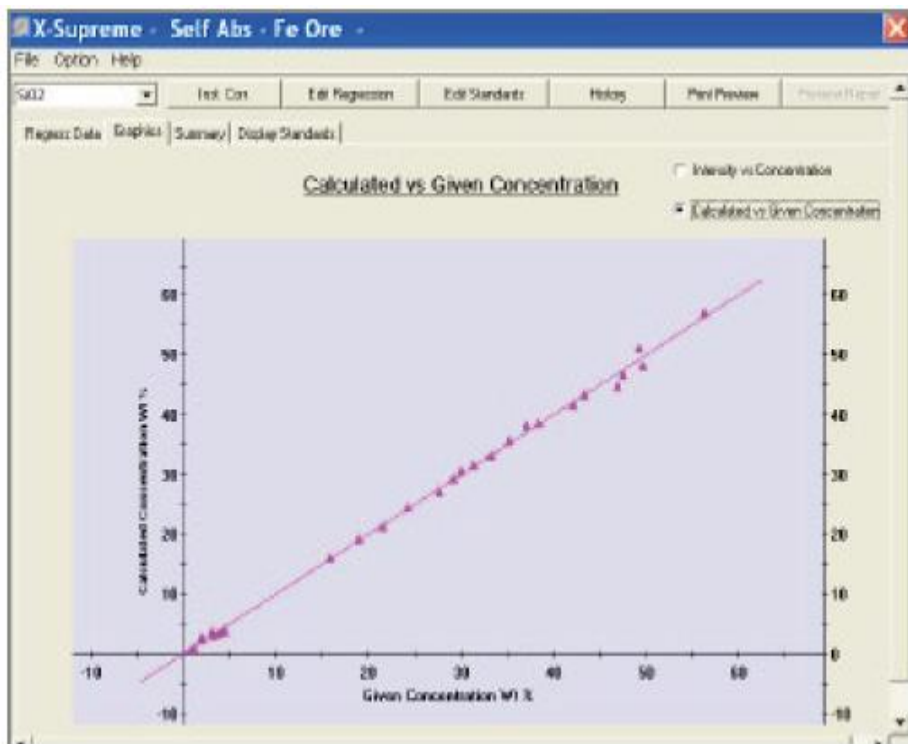
**Рисунок 2:** Одновременное измерение Mn и Fe. Что касается условия 1, то высокое разрешение SSD-детектора позволяет определять Mn (прибл. 1,5%) в присутствии высокой концентрации Fe - 50%

Примечание: спектр показывает Mn K альфа, Fe K альфа и рентгеновские эмиссионные линии Fe K beta.

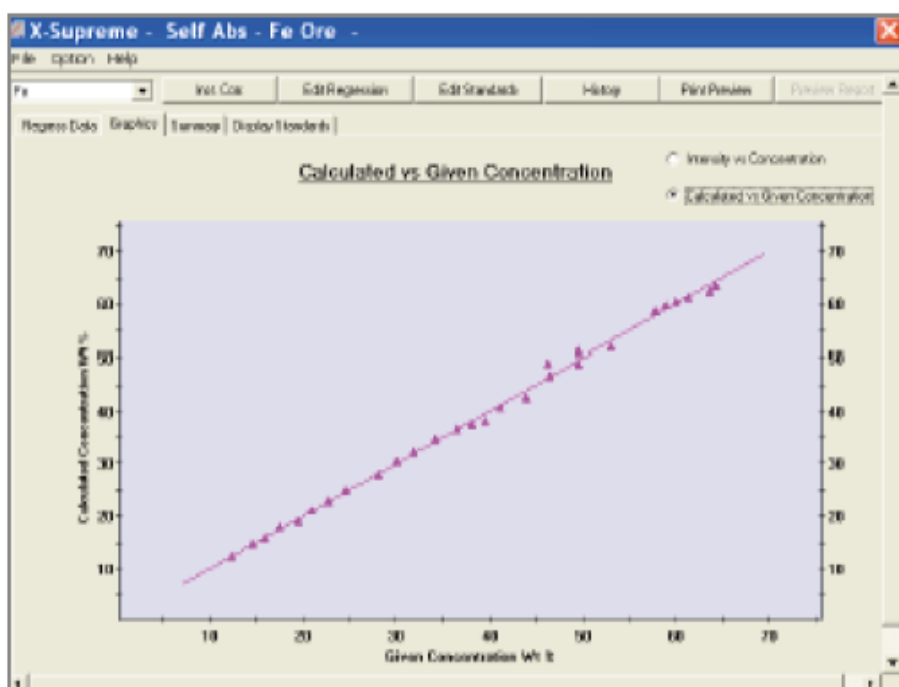
## КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ (ЭМПИРИЧЕСКИЕ КАЛИБРОВКИ)

После измерения двадцати шести стандартов железной руды была проведена калибровка (регрессия) и получена корреляция.

Ниже приведены типичные примеры:



**Рисунок 3:** Калибровка  $\text{SiO}_2$  в железной руде в диапазоне концентраций 1-56%.



**Рисунок 4:** Калибровка Fe в железной руде в диапазоне концентраций 12.4-62.3%.

Образец железной руды был измерен пять раз-было снято пять повторных измерений без удаления образца из анализатора, чтобы продемонстрировать воспроизводимость прибора:

Таблица 1

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	SiO <sub>2</sub> %	P %	Mn %	Fe %
#1	8.32	36.28	0.0277	3.03.	32.16
#2	8.34	36.27	0.0278	3.02	32.12
#3	8.31	36.28	0.0278	3.02	32.17
#4	8.33	36.3	0.027	3.01	32.08
#5	8.35	36.43	0.0281	3.02	32.11
Стандартное отклонение	0.016	0.07	0.0004	0.01	0.04

Из приведенных выше данных Таблица 2 показывает производительность и результаты многоэлементного анализа железной руды с использованием эмпирической калибровки.

Таблица 2

Аналит	Диапазон % m/m	Стандартная ошибка % m/m	Теоретический предел обнаружения (% m/m)	Гарантированный предел обнаружения % m/m	Точность (95%)	Общее время анализа (секунды)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.6-11.7	0.41	0.01	0.02	0.03	
SiO <sub>2</sub>	1-56	0.83	0.05	0.1	0.14	
P	0.018-0.076	0.005	0.0020	0.004	0.008	200
Mn	0.6-4.8	0.1	0.003	0.005	0.02	
Fe	12.4-62.3	0.96	н/а	н/а	0.10	

Примечание: предел обнаружения не применяется при измерении высоких процентных концентраций.

## ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЙ (ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ) АНАЛИЗ

Анализ железной руды также может быть выполнен с использованием фундаментальных параметров. В этом случае используется один из стандартных шаблонов FP Hitachi под названием «FP-Minerals». Этот шаблон может быть изменён для анализа интересующих элементов, то есть алюминий, кремний, фосфор, марганец и железо.

Ниже был измерен типовой образец железной руды (прессованный образец), чтобы установить чувствительность к элементам для матрицы железной руды, чья концентрация аналогична «неизвестным» образцам, подлежащим измерению

Образец был измерен как «неизвестный» с использованием FP метода для железной руды, общее время измерения составило 200 секунд. Показатели приведены ниже:

Образец X	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	SiO <sub>2</sub> %	P %	Mn %	Fe %
Заданная концентрация	6.9	30.1	0.022	3.83	54.9
Измеренная концентрация	7.64	32.3	0.013	4.08	55.85
Расхождение, %	0.74	2.23	0.009	0.26	0.96
% Относительное отклонение	11%	8%		7%	2%

Как видно из приведенных выше данных, использование метода фундаментальных параметров позволяет провести хороший полуколичественный анализ. Это достигается с помощью всего лишь нескольких известных файлов с элементарным содержимым. Результаты относительного отклонения обычно находятся в пределах 5-20% за исключением низких концентраций.

## КОНФИГУРАЦИЯ ПРИБОРА X-SUPREME8000

- а) Прибор оснащён вольфрамовой трубкой и SDD-детектором
- б) Вращатель образца
- в) SUS-3 шт. (Setting-up samples - установочные образцы) кат.№ SUSI99D, SUFE15R, SUMI54R для рестандартизации прибора
- г) Продувка газообразным гелием для параметров «Условия 1», т.е. точное определение Al, Si и P.
- д) От одной до десяти ячеек для образцов кат.№ Q59 для загрузки образцов в аналитический порт для автоматической работы с несколькими образцами
- е) Параметры прибора: 5 кВ, 600 мкА, 100 с, гелиевая продувка (для Al, Si, P) и 15 кВ, 46 мкА, А6, 50 с, продувка воздухом (для Mn, Fe).
- ж) Дополнительный метод фундаментальных параметров

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенные выше данные показывают, что X-Supreme8000 предлагает простой, быстрый, рутинный контроль качества железной руды. При необходимости X-Supreme может обслуживаться производственным персоналом, который работает круглосуточно и без выходных, что обеспечивает стабильное качество продукции и оптимизацию затрат.

Посетите сайт [www.hitachi-hightech.com/hha](http://www.hitachi-hightech.com/hha) для получения большей информации

## Hitachi High-Tech Analytical Science

Права на данную публикацию принадлежат Hitachi High-Tech Analytical Science Ltd. Здесь приводится лишь общая информация, которая (если иное не одобрено компанией в письменной форме) не может быть использована, применена или воспроизведена для каких бы то ни было целей и не может составлять часть какого бы то ни было заказа или контракта, а также не может считаться официальным заявлением в отношении соответствующих продуктов или услуг. Политика Hitachi High-Tech Analytical Science Ltd постоянно совершенствуется. Компания оставляет за собой право без предварительного уведомления изменять технические характеристики, конструкцию или условия поставки любых продуктов или услуг.

Hitachi High-Tech Analytical Science Ltd признает все торговые марки и регистрации.

© Hitachi High-Tech Analytical Science, 2017.

Все права защищены.

