

РАЗРАБОТКА ПОЛЕЗНЫХ ИСКОПАЕМЫХ MINING AND MINERAL PROCESSING

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)

УДК 622.7.092

DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-4-4-11



НЕПРЕРЫВНЫЙ КОНТРОЛЬ КАК ИНСТРУМЕНТ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ ОБОГАЩЕНИЯ МАГНЕЗИТОВ

Гришин И.А., Масалимов А.В., Андреева О.С.

Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия

Аннотация. Эффективность процессов переработки минерального сырья определяется скоростью и точностью получения данных о процессе. Эти факторы позволяют оперативно реагировать на колебания в элементном и минеральном составе сырья с принятием своевременных корректирующих действий – регулирование процесса переработки. В связи с этим применение экспресс-методов анализа положительно сказывается на технологических показателях обогащения минерального и техногенного сырья. Данной актуальной задаче посвящена работа по изучению возможности применения непрерывного рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) отсеков магнетита, а также его применение для управления процессом обогащения этого сырья. Целью работы было установление степени влияния непрерывного рентгенофлуоресцентного анализа на эффективность процесса переработки. В работе определен элементный и минеральный состав отсеков магнетита Саткинского месторождения, проведены опыты по получению магнетит бикарбонатным методом с использованием традиционной методики аналитического контроля и с применением непрерывного рентгенофлуоресцентного анализа. Установлено, что непрерывный контроль позволяет повысить качество получаемого продукта на 0,4% по содержанию MgO. Сравнение погрешностей результатов химического и непрерывного рентгенофлуоресцентного анализа показало, что существенных различий по точности между этими методами нет. Разница в результатах анализа массовой доли MgO в продукте составила 0,4%. По работе сделан вывод о том, что применение непрерывного контроля продуктов в потоке является перспективным направлением, которое может повысить эффективность процессов переработки минерального сырья за счет уменьшения периода времени между получением результата анализа и проведением корректирующего воздействия на процесс обогащения.

Ключевые слова: магнетит, аналитический контроль, непрерывный анализ, неразрушающий контроль.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект № FZRU-2020-0011).

© Гришин И.А., Масалимов А.В., Андреева О.С., 2020

Для цитирования

Гришин И.А., Масалимов А.В., Андреева О.С. Непрерывный контроль как инструмент управления процессом обогащения магнетитов // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №4. С. 4–11. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-4-4-11>



Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

ON-LINE ANALYTICAL CONTROL AS A TOOL FOR MANAGING A MAGNESITE ENRICHMENT PROCESS

Grishin I.A., Masalimov A.V., Andreeva O.S.

Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia

Abstract. The efficiency of mineral processing is determined by speed and accuracy of receiving process data. These factors make it possible to quickly respond to fluctuations in the elemental and mineral composition of raw materials and take timely corrective actions, namely the regulation of the processing. Consequently, the use of rapid analysis methods has a positive impact on technological indicators of enrichment of mineral and technology-related raw materials. This currently important objective is described in this paper on studying the possibility of using the continuous X-ray fluorescence analysis (XRF) of magnesite screenings, as well as its use for controlling the enrichment process of such raw materials. The aim of the research was to establish the degree of influence of the continuous X-ray fluorescence analysis on the efficiency of the processing. The paper outlines the elemental and mineral composition of magnesite screenings from the Satka deposit, and the experiments carried out to obtain magnesia by the bicarbonate method using a conventional analytical control method and the continuous X-ray fluorescence analysis. It was found that continuous monitoring improves the quality of the resulting product by 0.4% in terms of MgO content. The comparison of the errors of the chemical and continuous X-ray fluorescence analyses showed that there were no significant differences in accuracy between these methods. The difference in the analysis results of the mass fraction of MgO in the product was 0.4%. This research brings us to the conclusion that continuous on-line control of products in the flow is promising as it increases the efficiency of mineral processing by reducing the time period between receiving the analysis result and carrying out a corrective action on the enrichment process.

Keywords: magnesite, analytical control, on-line analysis, non-destructive testing.

The research was funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (project No. FZRU-2020-0011).

For citation

Grishin I.A., Masalimov A.V., Andreeva O.S. On-Line Analytical Control as a Tool for Managing a Magnesite Enrichment Process. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 4, pp. 4–11. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-4-4-11>

В настоящее время для ведения технологического процесса в оптимальных условиях необходимо знать химический состав поступающего в производство сырья и конечного продукта. Развитие систем автоматизации и поточных экспресс-анализаторов дает возможность получать данные о химическом составе сыпучих материалов прямо на конвейерной ленте.

Одной из основных задач технологии является производство продуктов с постоянными параметрами. Таким образом, для задач управления технологическими процессами одной из целей аналитического контроля является определение химического состава партии материала.

Ошибка измерения химического состава партии материала определяется ошибкой пробоотбора и пробоподготовки и инструментальной ошибки анализа.

Под традиционными методами понимается отбор проб из потока материала с последующей их разделкой и подготовкой для химического анализа в лаборатории [1–3]. Непрерывный же контроль подразумевает установку анализатора

непосредственно в потоке материала и определение химического состава материала физическими и физико-химическими методами. Широкое распространение при этом получил метод рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) [4].

Ввиду гранулометрической и петрографической неоднородности анализируемых сыпучих материалов [5, 6] отбираемые пробы не представляют по своему составу всю массу материала. Кроме того, на отбор и подготовку проб, доставку их до лаборатории и проведение анализа уходит достаточно много времени, что выражается в том, что результат химического анализа поступает технологическому персоналу тогда, когда материал, соответствующий отобранной пробе, уже был передан в производство, и введение поправок невозможно. Системы непрерывного анализа на базе рентгенофлуоресцентного анализатора позволяют определять химический состав сырья в течение нескольких минут [6, 7].

Описанные выше различия при применении поточного и традиционного метода определения среднего химического состава партии материала

широко известны в литературе, однако это оценки исключительно качественные и не дают информации о количественных данных по разнице при определении среднего химического состава партии материала.

Отсевы магнезита фракции 0–8 мм являются одним из возможных видов магнезиального сырья, который может быть использован для производства высокочистого оксида магния. Минералогический, гранулометрический и химический состав отсевок, взятых для исследований, представлен в табл. 1–3 соответственно.

Таблица 1. Фазово-минеральный состав магнезитов Саткинского месторождения

Table 1. The phase and mineral composition of magnesites from the Satka deposit

Минерал	Содержание минерала, объёмных %	
	Минимум	Максимум
Магнезит	83	98
Доломит	1	13
Кварц	1	6
Алмосиликаты	1	4
Гальк (3MgO·4SiO ₂ ·H ₂ O)	0	2
Пирит	1	2

Отсевы магнезита фракции -8,0+0,0 мм Саткинского месторождения характеризуются неоднородным гранулометрическим составом. Такая

неоднородность может оказывать влияние на химический состав получаемой магнезии.

Установлено, что фракция -0,5+0,0 мм содержит на 0,5% больше кремнезема и на 0,6% оксида магния, чем в среднем в исходном сырье.

Такое неравномерное распределение компонентов при переработке магнезиального сырья создает сложности, связанные с необходимостью своевременной регулировки параметров технологического процесса. Для того чтобы оперативно регулировать технологические параметры, необходимо точно и оперативно знать химический состав материала, приходящего на переработку. Для этого необходимо обеспечить оперативный аналитический контроль.

В ходе аналитического контроля необходимо следовать общепринятому и отработанному алгоритму, включающему следующие этапы: отбор представительной пробы, её сокращение, подготовку и химический анализ.

Этапы аналитического контроля состоят из многочисленных операций, требующих значительных затрат времени и ресурсов. При этом каждый этап включает в себя как объективные, так и субъективные источники ненадежности. Поэтому, вычисляя общую погрешность результатов всего аналитического контроля, необходимо суммировать случайные и систематические погрешности, которые возникли при выполнении всех этапов контроля.

Таблица 2. Результаты распределения MgO в отсевах магнезита фракции -8,0 мм Саткинского месторождения

Фракция	Партия №1	Партия №2	Партия №3	Партия №4	Среднее
+ 2,0	48,73%	34,10%	15,59%	13,43%	27,96%
-2,0+1,0	32,00%	27,15%	19,48%	18,26%	24,22%
-1,0+0,5	10,66%	16,21%	19,28%	20,14%	16,57%
-0,5+0,1	3,44%	14,58%	33,23%	43,83%	23,77%
-0,100+0,063	0,77%	2,12%	4,58%	1,59%	2,27%
-0,063+0,000	4,40%	5,84%	7,84%	2,74%	5,21%

Таблица 3. Средний химический состав отсевок магнезита фракции -8,0+0,0 мм Саткинского месторождения

Table 3. An average chemical composition of magnesite screenings with a fraction of -8.0+0.0 mm from the Satka deposit

Образец	Массовая доля, %						
	MgO	CaO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	S	ППП
Непрокаленный	44,04	2,22	0,50	1,83	0,96	0,15	49,43
Прокаленный	89,1	4,5	1,01	3,7	1,95	0,31	-

В табл. 4 приведено сравнение классического аналитического контроля с отбором проб и анализом их в лаборатории (off-line) и непрерывный аналитический контроль непосредственно в технологическом потоке (on-line) [8].

Таблица 4. Сравнение характеристик видов аналитического контроля
Table 4. Comparison of types of analytical control

Критерий сравнения	Аналитический контроль с отбором проб (off-line)	Непрерывный аналитический контроль с отбором проб (on-line)
Полная ошибка анализа	$S_{\Sigma}^2 = S_{п.о.}^2 + S_{п.п.}^2 + S_{ан}^2$	$S_{\Sigma}^2 = S_{ан}^2$
Длительность анализа	От 1 до 4 часов	1,5–10 минут
Масса отбираемой пробы	5–10 кг	50–70 кг
Масса анализируемой пробы	1–10 грамм	50–70 кг

Для оценки применимости непрерывного аналитического контроля методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) были исследованы образцы магнезита, и методом РФА в условиях полупромышленной установки определена массовая доля кальция и железа в контролируемом продукте. Для работы использовался спектрометр CON-X 02 производства Baltic Scientific Instruments (г. Рига). Условия измерения представлены в табл. 5.

Таблица 5. Характеристики установки химического анализа
Table 5. Technical data of the chemical analysis facility

Анализатор	CON-X 02
Материал анода рентгеновской трубки	Mo
Фильтр первичного излучения	Не применялся
Напряжение на аноде, кВ	30
Анодный ток, мкА	300
Энергетическое разрешение детектора, эВ	150
Время измерения, с	30
Среда измерения	Воздух
Расстояние между поверхностью образца и детектором, мм	50±3

Определение магния в условиях существования воздушной прослойки между спектрометром и измеряемым материалом не представляется технически возможным. На рис. 1 и 2 представлены результаты определения массовой доли кальция и железа методом РФА.

Как видно из данных, спектрометр CON-X 02 принципиально позволяет определять массовую долю железа и кальция в потоке. Для оценки точности измерений нами были проведены опыты с использованием потока отсевов магнезита на действующем предприятии. Отсевы магнезита пропускались непрерывным потоком под спектрометром со скоростью 0,5 м/с. Каждые 30 с из потока отсекалась проба массой 64 кг, которая после сокращения и подготовки отправлялась на химический анализ. На рис. 3 показан результат сравнения анализа потока отсевов магнезита в результате традиционного отбора проб и непрерывного сканирования потока спектрометром.

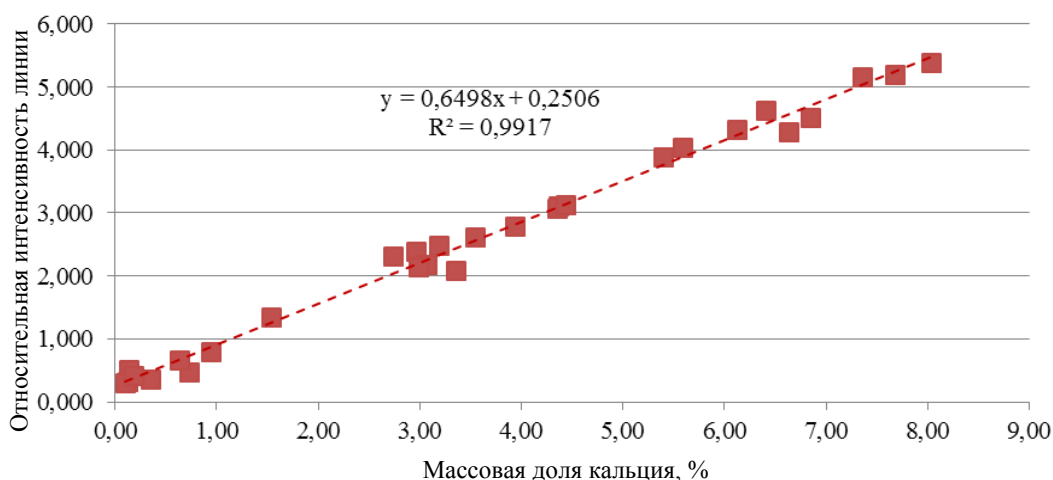


Рис. 1. Интенсивность характеристической линии кальция в зависимости от состава магнезита
Fig. 1. Intensity of a calcium characteristic line depending on the magnesite composition

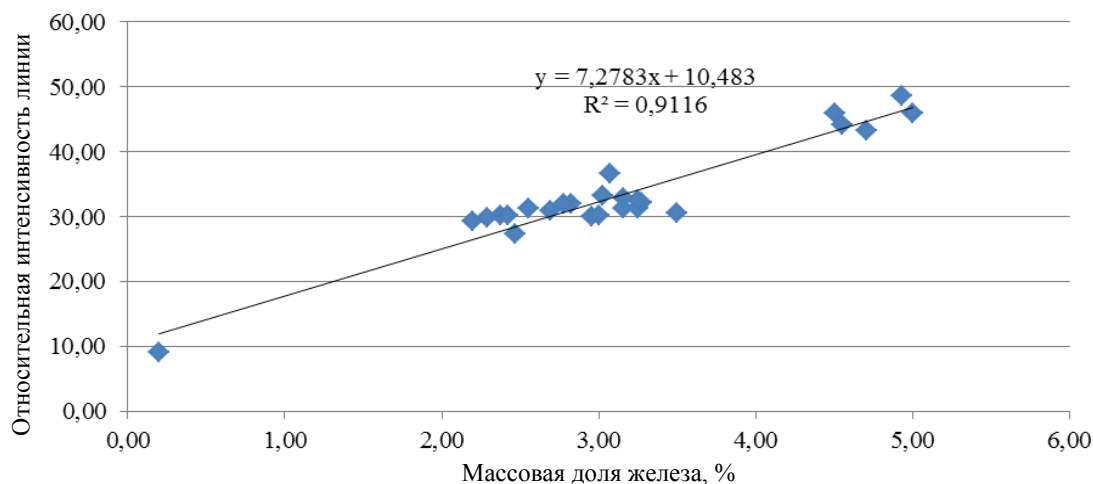


Рис. 2. Интенсивность характеристической линии железа в зависимости от состава магнезита
 Fig. 2. Intensity of an iron characteristic line depending on the magnesite composition

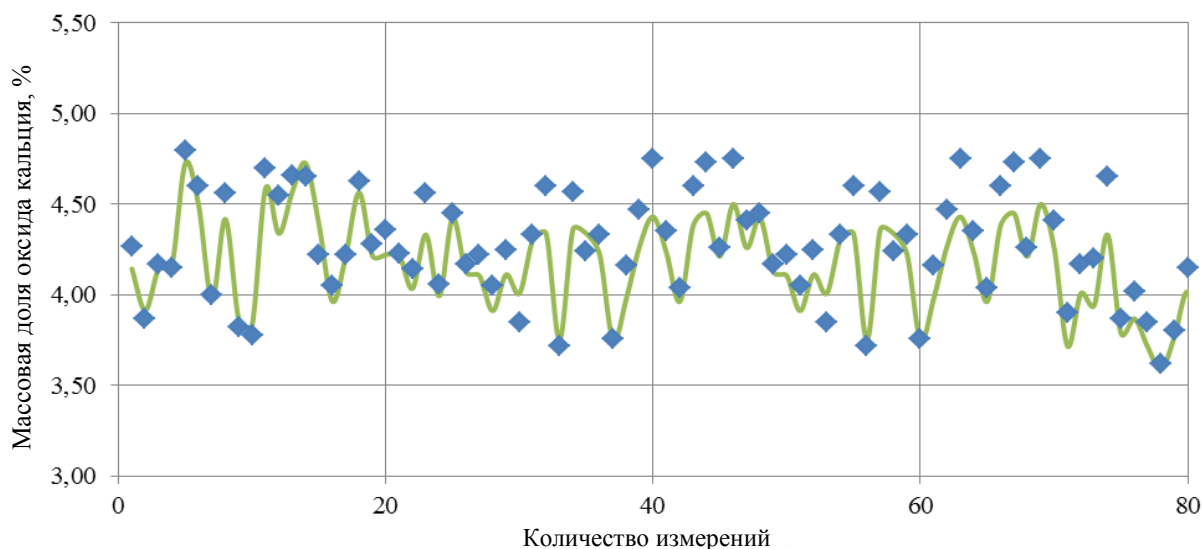


Рис. 3. Сравнение результатов анализа массовой доли кальция в технологическом потоке (Сплошная линия – результат непрерывного анализа с помощью РФА, точки – результат традиционного химического анализа с методикой отбора проб)
 Fig. 3. Comparison of the on-line process analyses of the calcium mass fraction (A solid line is a continuous analysis using XRF, a dotted line is a conventional chemical analysis with a sampling method)

На основании полученных данных можно заключить, что непрерывный анализ достаточно эффективен при контроле элементного состава магнезитов. Ошибка анализа, определенная как среднеквадратичное отклонение, между результатами анализа при отборе проб и результатами непрерывного контроля составила 0,4% абс.

В работах [9, 10] рассматриваются процессы обогащения отсевов магнезита. При этом в работе [9] приведена математическая модель, описывающая процесс обогащения отсевов магнезита, позволяющая определять химический состав продукта обогащения и условия обогащения, опираясь на

известный химический состав входящих отсевов магнезита.

Для изучения возможности управления технологическим процессом на основе данных РФА анализа была взята партия отсевов магнезита массой 100 кг. Партия была усреднена и отобраны пробы на химический анализ. После этого партия была разделена на две части, из которых также отобраны пробы на химический анализ. В первой серии обогащение отсевов магнезита велось на основании результатов среднего химического анализа отобранных проб. Во второй серии экспериментов обогащение шло на основе анализа химического состава спектрометром в не-

прерывном режиме. Параметры обогащения определялись согласно математической модели [9, 10]. Ввиду того что в ходе непрерывного анализа невозможно определять массовую долю магния напрямую, она определялась расчетным методом по разности между суммой карбонатов по данным химических анализов и суммой карбонатов кальция и железа, полученных из ре-

зультатов непрерывного анализа потока материала. На **рис. 4 и 5** показан конечный результат процесса обогащения отсеков магнезита при регулировании процесса на основании анализа с пробоотбором и с использованием непрерывного РФА-контроля. Для определения эффективности обогащения контролировались исходное сырье и конечный продукт процесса переработки.

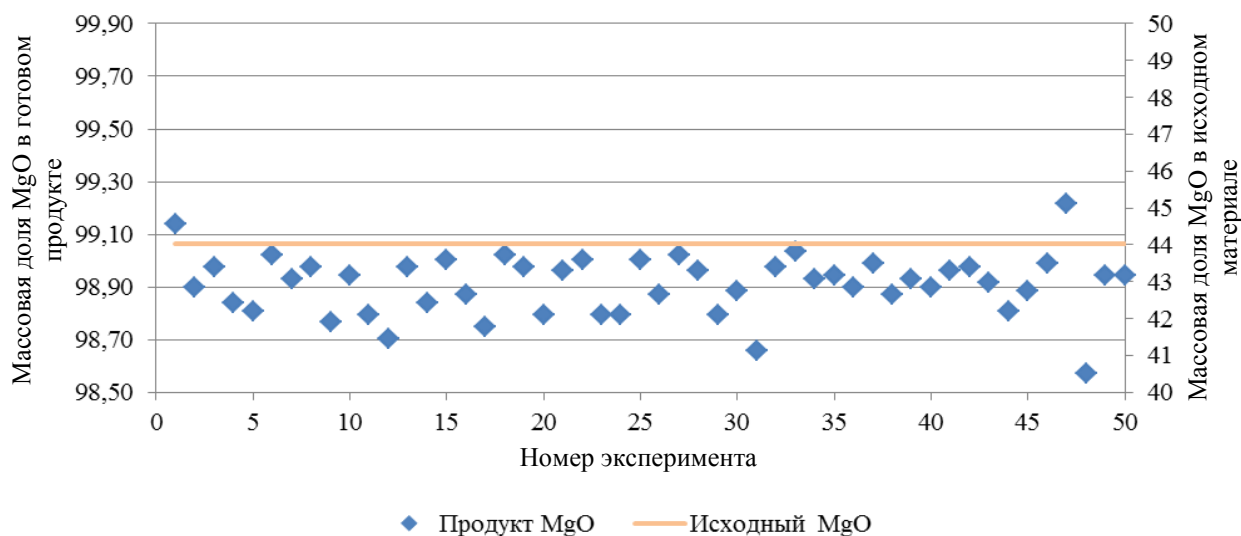


Рис. 4. Результаты обогащения отсеков магнезита на основе информации химических анализов путем взятия проб
Fig. 4. Magnesite screenings enriched on the basis of chemical analyses by sampling

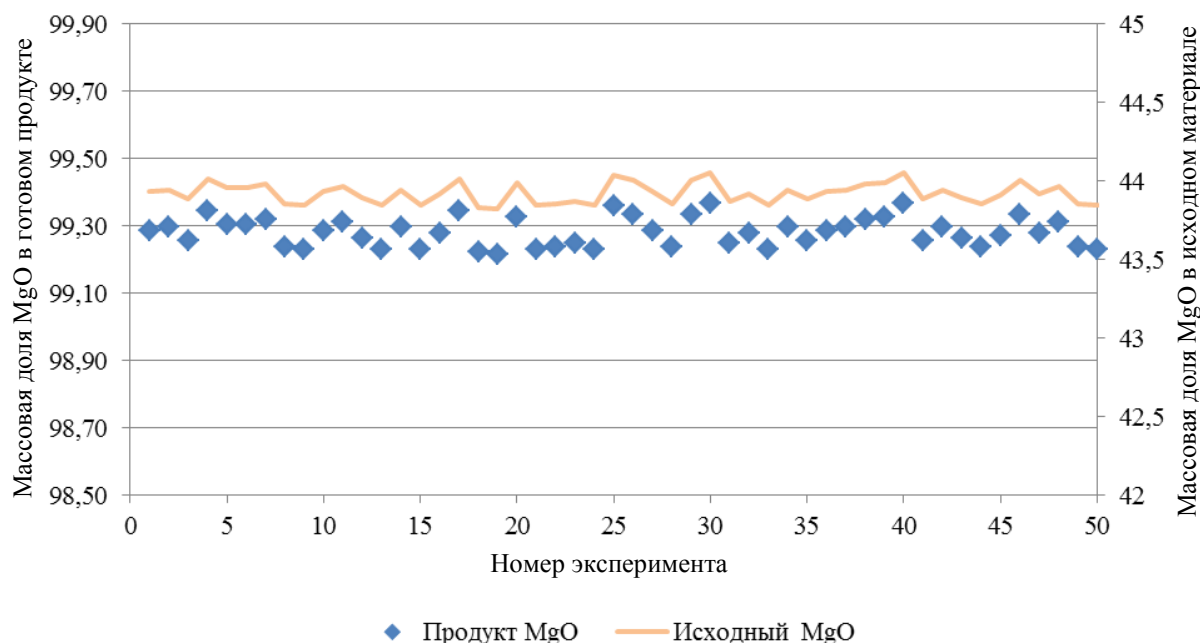


Рис. 5. Результаты обогащения отсеков магнезита на основе информации непрерывного анализа
Fig. 5. Magnesite screenings enriched on the basis of the continuous analysis

Как видно из **рис. 4, 5**, при применении непрерывного анализа снижается амплитуда колебаний массовой доли MgO и повышается на 0,4% ее величина в конечном продукте. Это связано с тем, что при использовании непрерывного анализа для каждой части партии определяются оптимальные условия обогащения, в то время как при использовании результатов химического анализа и определении среднего состава партии не учитываются не-

однородности состава и обогащение ведется при постоянных параметрах.

Исходя из вышеизложенного, применение непрерывного контроля продуктов в потоке является перспективным направлением, которое может повысить эффективность процессов переработки минерального сырья за счет уменьшения периода времени между получением результата анализа и проведением корректирующего воздействия на процесс обогащения.

Список литературы

1. Иеллепеди Р., Кохлер А., Бонвин Д. Контроль технологического процесса и качества продукции в производстве алюминия с использованием рентгенофлуоресцентного / рентгенодифракционного спектрометра ARL 9800S XRF-XRD // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1998. Т. 64. № 12. С. 60–64.
2. Ymasaki H. A off-line analysis ad on-line analysis/ J. Soc. Instrum. and Contr. Eng. 1988. V. 27. No. 11. P. 961–967.
3. Clarke J.R.P. Sampling for process analysis/ Anal. Proc. 1987. V. 24. No. 7. P. 210.
4. Роттер Р. Непрерывный рентгеноспектральный анализ и его применение к автоматизации производственных процессов // Заводская лаборатория. 1964. Т. 30. № 4. С. 436–438.
5. Андреев А.Е., Власов В.В. Оценка существующей системы контроля качества губчатого титана // Заводская лаборатория. 1969. Т. 35. № 7. С. 827–831.
6. Основной источник погрешностей при рентгенофлуоресцентном анализе железорудных смесей / Ушеров А.И., Алов Н.В., Волков А.И., Ишметьев Е.Н., Полушкин М.Е., Вдовин К.Н., Ушерова Е.В., Шипилова Н.А. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 3. С. 25–26.
7. Непрерывный контроль химического состава сульфидной медно-цинковой руды / Ушеров А.И., Ишметьев Е.Н., Ляпин А.Г., Ямщиков А.В., Цыгалов А.М. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №4. С. 69–73.
8. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: БИНОМ, Лаборатория знаний, 2003. 250 с. ISBN: 5-94774-081-8
9. Highly reactive magnesia production: modeling and experiment / M.Y. Turchin, A.V. Masalimov, A.N. Smirnov, I.A. Grishin // Refractories and Industrial Ceramics. 2019. Т. 60. № 3. С. 254–257.
10. Определение рациональных параметров бикарбонатного способа получения магнезии / А.Н. Смирнов, А.В. Масалимов, В.И. Сысоев, И.И. Зайнуллин // Актуальные проблемы современной науки, техники и образования: тезисы 77-й междунар. науч.-техн. конф. 2019. С. 228–229.

References

1. Yellepeddi R., Kohler A., Bonvin D. Control of the technological process and product quality in aluminum production using X-ray fluorescence / X-ray diffraction spectrometer ARL 9800S XRF-XRD. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* [Industrial Laboratory. Materials Diagnostics], 1998, vol. 64, no. 12, pp. 60–64. (In Russ.)
2. Ymasaki H. An off-line analysis ad on-line analysis. *J. Soc. Instrum. and Contr. Eng.* 27, 11, 961–967 (1988).
3. Clarke J.R.P. Sampling for process analysis. *Anal. Proc.* 24, 7, 210 (1987).
4. Rotter R. Continuous X-ray spectral analysis and its application to the automation of production processes. *Zavodskaya laboratoriya* [Industrial Laboratory], 1964, vol. 30, no. 4, pp. 436–438. (In Russ.)
5. Andreev A.E., Vlasov V.V. Assessment of the existing quality control system for titanium sponge. *Zavodskaya laboratoriya* [Industrial Laboratory], 1969, vol. 35, no. 7, pp. 827–831. (In Russ.)
6. Usharov A.I., Alov N.V., Volkov A.I., Ishmetiev E.N., Polushkin M.E., Vdovin K.N., Usherova E.V., Shipilova N.A. The main source of errors in the X-ray fluorescence analysis of iron ore mixtures. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* [Industrial Laboratory. Materials Diagnostics], 2009, vol. 75, no. 3, pp. 25–26. (In Russ.)
7. Usharov A.I., Ishmetiev E.N., Lyapin A.G., Yamshchikov A.V., Tsygalov A.M. Continuous control of the chemical composition of sulfide copper-zinc ore. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* [Industrial Laboratory. Materials Diagnostics], 2014, vol. 80, no. 4, pp. 69–73. (In Russ.)
8. Karpov Yu.A., Savostin A.P. *Metody probootbora i probopodgotovki* [Methods of sampling and sample preparation]. Moscow: BINOM, Knowledge Laboratory, 2003, 250 p. ISBN: 5-94774-081-8 (In Russ.)
9. Turchin M.Y., Masalimov A.V., Smirnov A.N., Grishin I.A. Highly reactive magnesia production: modeling and experiment. *Refractories and Industrial Ceramics.* 60, 3, 254–257 (2019).
10. Smirnov A.N., Masalimov A.V., Sysoev V.I., Zaynullin I.I. Determination of rational parameters of the bicarbonate method for producing magnesia. *Aktualnye problemy sovremennoy nauki, tekhniki i obrazovaniya: tezisy 77-y mezhdunarodnoy nauchno-tekhnicheskoy konf.* [Current problems of modern science, technology and education: proceedings of the 77th International Scientific and Technical Conference]. 2019, pp. 228–229. (In Russ.)

Поступила 06.11.2020; принята к публикации 08.12.2020; опубликована 25.12.2020
Submitted 06/11/2020; revised 08/12/2020; published 25/12/2020

Гришин Игорь Анатольевич – кандидат технических наук, заведующий кафедрой геологии, маркшейдерского дела и обогащения полезных ископаемых, Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия.
Email: igorgi@mail.ru. ORCID 0000-0001-8010-7542

Масалимов Алексей Валерьевич – аспирант,
Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия.

Андреева Оксана Сергеевна – студентка,
Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия.

Igor A. Grishin – PhD (Eng.), Head of the Department of Geology, Mine Surveying and Mineral Processing, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia.
Email: igorgi@mail.ru. ORCID 0000-0001-8010-7542

Alexey V. Masalimov – postgraduate student,
Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia.

Oxana S. Andreeva – student, Department of Geology, Mine Surveying and Mineral Processing, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia.