

На правах рукописи

Якушина Ольга Александровна

**МЕТОДИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ИЗУЧЕНИЯ
ПРИРОДНОГО И ТЕХНОГЕННОГО МИНЕРАЛЬНОГО
СЫРЬЯ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОМОГРАФИИ**

25.00.10 - Геофизика, геофизические методы поисков полезных ископаемых

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Дубна 2012

Работа выполнена в ГБОУ ВПО МО Международный университет природы, общества и человека «Дубна»

Научные консультанты:

доктор технических наук, профессор

Хозяинов Михаил Самойлович
ГБОУ ВПО МО Международный университет природы, общества и человека «Дубна»

доктор геолого-минералогических наук

Ожогина Елена Германовна
ФГУП «ВИМС» им. Н.М. Федоровского

Официальные оппоненты:

доктор технических наук,
профессор

Неретин Владислав Дмитриевич
ФГБОУ ВПО «РГУ нефти и газа»
им. И. М. Губкина

доктор физико-математических наук,
профессор

Никитин Анатолий Николаевич
Объединенный институт
ядерных исследований (ОИЯИ)

доктор геолого-минералогических наук,
профессор

Пирогов Борис Иванович
ФГУП «ВИМС» им. Н.М. Федоровского

Ведущая организация: ФГБОУ ВПО «Московский государственный горный университет»

Защита состоится « » _____ 2012 г. в _____ часов в аудитории 1-300 на заседании диссертационного совета Д 800.017.01 при Международном университете природы, общества и человека «Дубна» по адресу: 141980, Московская область, г. Дубна, ул. Университетская, д.19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ГБОУ ВПО МО Международного университета природы, общества и человека «Дубна».

Автореферат разослан « » _____ 2012 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
кандидат биологических наук И.З. Каманина

Постановка проблемы и актуальность исследований

Обеспечение развития и воспроизводства минерально-сырьевой базы (МСБ) страны ставит новые научные и технологические проблемы. Добыча по целому ряду видов минерального сырья опережает прирост запасов, они в перспективе могут стать дефицитными. В настоящее время прирост МСБ связывается не только с поиском новых месторождений полезных ископаемых, но и с переоценкой запасов, подготовкой к освоению резервных месторождений, с вовлечением в разработку труднообогатимых и нетрадиционных видов сырья, ранее считавшихся неперспективными, с разработкой новых экологически дружественных схем комплексной технологической переработки сырья и утилизации отходов производства, обеспечивающих извлечение всех полезных компонентов с минимальными потерями в целях рационального природопользования. Для воспроизводства минерально-сырьевой базы страны, достоверной оценки запасов, геологического обоснования оптимального режима освоения месторождений и разработки инновационных технологий их переработки сегодня необходимо всестороннее детальное изучение вещественного состава и морфоструктурных параметров природного и техногенного сырья в целях получения наиболее полной и достоверной информации о минеральном составе, который определяет качество сырья, особенности, характеристики и поведение минеральных фаз в технологические процессы. Важно иметь технологии, которые позволяют оперативно и экономично проводить прогнозную оценку качества сырья.

Одним из перспективных направлений развития технологии получения информации о структуре и составе природного и техногенного минерального сырья является внедрение в практику геологических работ и лабораторного применения новых методов, позволяющих, прежде всего, проводить исследования при естественном состоянии слагающих фаз, без предварительной процедуры пробоподготовки, не нарушая исходного расположения индивидов, что повышает достоверность и информативность определяемых характеристик. К таким методам относится ядерно-геофизический метод неразрушающего анализа – рентгеновская томография (РТ), характеризующийся сочетанием недеструктивности, простоты процедуры анализа и оперативности исследований с высокой информативностью получаемых результатов. Экспрессность метода обуславливает его высокую производительность и экономичность.

Повышение надежности и достоверности данных сопряжено с оперированием большими массивами количественных параметров, характеризующих фазовый состав и структуру исследуемого объекта. Использование современных автоматических систем анализа изображений в практике лабораторных исследований позволяет быстро решать

прикладные задачи, сводя в минимуму человеческий фактор, что также способствует повышению эффективности оценки минерального сырья.

Совокупность технических возможностей и используемых алгоритмов обработки данных позволяет исследовать методом рентгенотомографии минеральное сырье (в том числе тонкодисперсное) с разным диапазоном рентгеноконтрастности составляющих фаз, визуализировать результаты в интерактивном режиме, получать данные о фазовом составе и морфоструктурных характеристиках, дает возможность отбирать наиболее информативные образцы для дальнейших прецизионных дорогостоящих анализов, сокращая сроки и объемы выполняемых лабораторных работ, уменьшая тем самым общие затраты на исследования.

Создание нового метода исследования природного и техногенного минерального сырья – рентгеновской томографии, его научно-методического и технологического обеспечения обеспечивает существенное повышение оперативности и экономичности получения геологоразведочных данных по целому ряду видов минерального сырья и является решением крупной технологической проблемы, имеющей важное народно-хозяйственное значение.

Цель и задачи исследований

Цель работы. Разработка методики и технологии неразрушающего экспрессного анализа горных пород, руд, минералов и техногенного минерального сырья на основе рентгеновской томографии.

Основными задачами исследования являлись:

Оценка возможностей метода и определение параметров, обеспечивающих надежность, достоверность и эффективность использования рентгеновской томографии для исследования вещественного состава геологических и техногенных минеральных объектов.

Разработка методических основ рентгеновской томографии геологических (горных пород, руд, минералов), техногенных и других объектов.

Разработка технологии проведения рентгенотомографического анализа для изучения фазового состава и текстурно-структурных характеристик геологических и техногенных минеральных объектов.

Комплексирование рентгеновской томографии с методами оптической микроскопии для повышения оперативности выполнения работ и сокращения объемов исследований.

Опробование и применение метода на различных видах природного и техногенного минерального сырья, в том числе уникальных объектах.

Научная новизна:

Показана возможность изучения и оценки на неразрушенных образцах микростроения, морфоструктурных характеристик и фазового состава геологических и техногенных минеральных объектов, в том числе их количественная оценка.

Обоснована возможность выделения минеральных фаз по характеристикам линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) путем сопоставления отношений амплитуд излучения, прошедшего сквозь данные фазы и образец сравнения с теоретически рассчитанными применительно к условиям сканирования образца отношениями величин ЛКО для этих фаз и образца сравнения.

Разработана и опробована методика изучения фазовой неоднородности и морфоструктурных характеристик минеральных объектов методом РТ для решения задач технологической минералогии на различных видах природного и техногенного сырья: руды черных и цветных металлов, океанические железомарганцевые образования, кимберлиты и алмазы, шунгитовые породы, ископаемые угли, металлургические шлаки, органогенные минералы (жемчуг, коралл).

Применение метода рентгеновской томографии позволило визуализировать особенности микростроения и количественно определить морфоструктурные характеристики для карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения – тонкодисперсную вкрапленность силикатов марганца в основных рудных минералах, негативно влияющую на их поведение в технологических процессах. В марганцевых рудах Порожинского месторождения были установлены особенности морфологии минеральной формы фосфора – апатита, которая обуславливает трудности его извлечения в процессах глубокого обогащения.

Разработаны минералого-технологические критерии оценки степени обогатимости ископаемых углей, определяемые комплексом методов рентгенотомографии и оптической микроскопии.

Фактический материал

Работа выполнена в ГБОУ ВПО МО Международный университет природы, общества и человека «Дубна», часть экспериментальных исследований проведена в ФГУП ГНЦ РФ «ВНИИгеосистем», ФГУП «ВИМС», и является обобщением результатов исследований автора с 1994 года по развитию методики и технологии исследования геологических и техногенных объектов ядерно-физическим методом рентгеновской томографии, дополненным методом анализа изображений. В диссертации использованы результаты экспериментов, которые получены автором настоящей работы лично, либо с его непосредственным участием. Автор выражает благодарность всем коллегам, принимавшим

участие в исследованиях. Автором специально подобрано и исследовано более 3000 образцов минерального и техногенного сырья, в том числе изучавшихся в отделе минералогии ФГУП «ВИМС» им. Н.М. Федоровского комплексом физических и химических методов, образцов из фондов Музея Естественной истории Международного университета природы, общества и человека «Дубна», Музея Землеведения МГУ им. М.В. Ломоносова, Музея им. А.Е. Ферсмана РАН; уникальные объекты и образцы органогенных минералов (жемчуг, коралл) из частных коллекций и фондового материала, предварительно изученного в Геммологическом центре МГУ им. М.В. Ломоносова.

Защищаемые положения:

1. Обоснованы и разработаны методологические и технологические основы метода рентгеновской томографии для исследования горных пород, руд, минералов, техногенных и других объектов – экспрессного неdestructивного ядерно-физического метода.

2. Разработана методика анализа изображений томограмм для получения морфоструктурных характеристик по данным рентгенотомографического исследования.

3. Метод позволяет получать данные о морфоструктурных особенностях минерального вещества, по которым можно прогнозировать качество, технологические свойства сырья и его поведение в процессах переработки.

4. Показана эффективность комплексирования рентгеновской томографии с методами оптической микроскопии для повышения оперативности и сокращения объемов исследований.

5. В рамках созданной технологии разработаны методики исследования конкретных видов природного и техногенного сырья, обоснованы минералогические критерии прогнозной оперативной оценки его качества по рентгенотомографическим данным.

Практическая значимость работы

Разработана методика и технология рентгеновской томографии – нового ядерно-физического неразрушающего метода изучения природного и техногенного минерального сырья. Накопленный методический опыт по исследованию вещественного состава разных видов природного и техногенного минерального сырья (руды черных и цветных металлов, океанические железомарганцевые образования, шунгитовые погоды, ископаемые угли, алмазы и алмазоносные породы, металлургические шлаки и др.) показал, что использование метода РТ на ранних этапах работ в комплексе с традиционными физическими и химическими методами позволяет сократить сроки и объемы выполняемых исследований, прицельно выполнять прецизионные дорогостоящие анализы, уменьшая общие затраты на лабораторные исследования.

Разработанные методика и технология внедрены в комплекс физических методов исследования, практически используются в ФГУП «ВИМС» для изучения горных пород и руд при минералого-аналитическом сопровождении геологоразведочных работ, при оценке и переоценке запасов отдельных видов минерального сырья, при его минералоготехнологической оценке, прогнозировании технологических характеристик и поведения в процессах обогащения. Межведомственным Научным советом по методам минералогических исследований (НСОММИ) утверждено 2 Методических рекомендации по рентгеномографическому анализу в качестве отраслевых нормативных документов.

Включение рентгеновской томографии в комплекс физических методов исследования вещества позволяет существенно повысить эффективность минералогического обеспечения поисково-разведочных (оценочных) работ, оценки качества сырья и разработки технологических схем его переработки, в соответствии с требованиями рационального природопользования и обеспечения экологического благополучия среды обитания человека.

Апробация результатов исследований. Основные положения диссертации доложены и обсуждены на годичных собраниях Московского отделения ВМО в 2004-2010 гг., на V и IX Международной конференции «Новые идеи в науках о Земле» (Москва) 2001, 2009 гг.; на X и XI Международной конференции «Физико-химические и петрофизические исследования в науках о Земле» в 2010, 2011 гг., на «Неделе горняка» Москва в 2010 г.; на Конгрессе обогатителей стран СНГ в 2009, 2010, 2011 гг., на Международных совещаниях «Плаксинские чтения» в 2009, 2010, 2011 гг., на Всероссийских угольных совещаниях (Ростов-на-Дону) в 2005, 2009, 2011 гг.; на Международных минералогических семинарах (Сыктывкар) в 2002-2011 гг.; на IV, V Международных симпозиумах «Минералогические музеи» (С.-Пб.) в 2003, 2005 гг.; на XIX Международном симпозиуме «Nuclear Electronics & Computing “NEC’2003» (Варна, Болгария) в 2003 г.; на IV Всероссийском совещании «Минералогия Урала» (Миасс) в 2003 г.; на выставке и конференции «Аналитика России-2004» (Москва) 27 сентября - 1 октября 2004 г.; на Всероссийских конференциях «Проблемы вхождения российских производителей в мировой рынок драгоценных камней в связи с планируемым вступлением России во Всемирную торговую организацию (ВТО)» и «Развитие рынка драгоценных камней и алмазов и изделий из них промышленного и медицинского назначения в России и странах СНГ» (Москва) ВВЦ, 4-5 февраля 2004 г.; на Межвузовской науч.-практ. конференции «Экологические проблемы Московской области» (Дубна, МО) 2 марта 2005 г.; на Российском семинаре по технологической минералогии «Новые методы технологической минералогии при оценке руд металлов и промышленных минералов» (Петрозаводск) 2009, 2010, 2011 гг.; на III Российском совещании по

органической минералогии (Сыктывкар) 10-12 ноября 2009 г.; на IV Российском семинаре «Технологическая минералогия, методы переработки минерального сырья и новые материалы» (Казань) 15-17 сентября 2009 г., на Уральской горнопромышленной неделе Урал-2010, (Екатеринбург); на V Международном симпозиуме Provenance and Properties of Gems and Geo-Materials «Pro-Gem-Geo-Mat 2010» (г. Ханой, Вьетнам) 17-24 октября 2010 г.; на Всероссийской научной конференции «Интеграция науки и образования как фактор опережающего развития системы профессионального образования» (Москва) 20 сентября 2011 г.; на Всероссийском совещании «Современные методы изучения вещественного состава глубоководных полиметаллических сульфидов (ГПС) Мирового океана (Москва) 19-20 января 2011 г. На выставке-конгрессе «Высокие технологии. Инновации. Инвестиции» в г. Санкт-Петербурге в 2003 г. и на ВВЦ, г. Москва в 2004 г. метод рентгеномографии был отмечен дипломом.

Публикации. По теме диссертации опубликовано всего 78 печатных работ, из них 13 в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 2 отраслевых нормативных документа межведомственного Научного совета по методам минералогических исследований.

Структура и объем диссертации. Диссертация изложена на 162 стр., включает введение, 5 глав, заключение, содержит 36 рисунков, 34 таблицы и список использованных источников, включающий 160 наименований.

Благодарности. Большую благодарность автор адресует своим научным консультантам, профессору, д.т.н. М.С. Хозяинову и д.г.-м.н. Е.Г. Ожогойной, которые, каждый в своей области знаний, предоставили профессиональный опыт и рекомендации, направлявшие исследования в наиболее перспективном направлении развития технологии рентгеномографического метода. Автор благодарит профессора, д.т.н. О.Л. Кузнецова, его методология постановки научных исследований оказала на автора большое влияние.

Автор искренне признателен за сотрудничество, поддержку, консультации и полезные замечания д.т.н. Э.И. Вайнбергу, д.г.-м.н. В.И. Кузьмину, доцентам к.г.-м.н. Г.И. Дороховой и к.г.-м.н. О.В. Кононову. Автор выражает признательность академику РАН Д.Ю. Пущаровскому, академику РАН Д.В. Рундквисту, проф., д.т.н. В.Ж. Аренсу, д.г.-м.н. В.М. Ряховскому, д.г.-м.н. А.В. Ступаковой, д.т.н. Г.Х. Хчяну, к.ф.-м.н. А.А. Рогожину, к.т.н. Б.А. Хрынину, А.А. Печкову, эксперту Геммологического института Гамбурга, Германия Э. Штрак. Автор благодарит сотрудников отдела минералогии ФГУП «ВИМС». Автор считает своим долгом выразить благодарность д.г.-м.н., проф. Г.А. Машковцеву, д.т.н. Л.Е. Чесалову, к.т.н. С.И. Ануфриевой, к.т.н. Е.В. Козорезову, С.В. Зинченко, Н.Н. Кривошекову.

Автор благодарит всех, кто на протяжении многих лет оказывал поддержку и принимал участие в обсуждении данной работы.

В первой главе дан анализ применения рентгеновских методов изучения минерального вещества (радиометрический и его варианты, рентгенографический фазовый анализ, электронная микроскопия, рентгеноспектральный анализ – ядерно-физические методы) и оптико-геометрического анализа для морфоструктурных исследований.

Современные лаборатории при изучении вещественного состава минерального сырья пользуются в основном стандартным набором методов, включающим рентгенографический, фазовый элементный (химический) и оптико-минералогический анализы. Для решения конкретных задач в отдельных случаях применяются прецизионные физические методы такие, как микрорентгеноспектральный (микронзондовый) и электронная микроскопия. Поскольку в последние годы в промышленную переработку вовлекаются новые типы сырья, которые ранее считались неперспективными, то при определении их минерального (фазового) состава и текстурно-структурных особенностей возникают определенные трудности из-за сложности полиминерального состава, наличия тонкодисперсных и аморфных фаз, неоднородности зерен промышленно ценных минералов, близости физических свойств рудообразующих минералов.

Ядерно-физические методы вообще ориентированы на получение данных об элементном и изотопном, а не фазовом составе вещества. Радиометрические методы, в том числе рентгенорадиометрический, являются методами элементного анализа, и, как правило, направлены на спектрометрическое определение нескольких (основные U, Ra, Th, R) элементов по интенсивностям аналитических линий, что не дает информации о минеральных фазах и их морфоструктурных (пространственных) характеристиках. Рентгенографическим фазовым анализом (РФА) устанавливают минеральный (фазовый) состав, но им можно определять кристаллические фазы, метод не идентифицирует аморфные и слабокристаллизованные фазы и не позволяет определять текстурно-структурные характеристики, на которых, наряду с фазовым (минеральным) составом, основана оценка качества и технологических свойств минерального сырья. Рентгенограмма порошка полиминерального состава представляет суперпозицию рентгеновских дифракционных спектров минеральных фаз, и перекрытие основных диагностических линий у изоморфных минералов, или их расширение при нарушении регулярности кристаллической структуры осложняет и даже делает невозможной диагностику минералов. При анализе полиминерального вещества присутствие единичных минеральных индивидов в количестве меньше порога чувствительности метода может быть не обнаружено.

Микрорентгеноспектральный (микронзондовый) анализ и электронная микроскопия являются методами локального, дорогостоящего и времязатратного анализа, тогда как статистически достоверные геологические (минералогические) данные основываются на результатах массовых анализов.

Оптико-геометрический метод позволяет проводить морфоструктурные исследования оптических (световых) изображений, получаемых на плоских срезах, экстраполируя данные в объемные (трехмерные) характеристики, что вносит определенные ограничения на правильность данных; а близкие значения оптических констант диагностируемых минералов могут не позволить достоверно дифференцировать (разделить) фазы и выполнить анализ.

Большинство применяемых методов исследуют поверхность образца или тонкий приповерхностный слой, и их использование не всегда позволяет однозначно оценивать объемное строение изучаемого вещества. Кроме того, при подготовке на образец оказывается необратимое воздействие – истирание, напыление. Во всех случаях выполняются трудоемкие и затратные операции по подготовке образцов к исследованию, в т.ч. фракционирование, концентрирование, выделение монофракций. Для изучения объемной структуры, особенностей внутренней структурно-текстурной и фазовой неоднородности минерального вещества проводят послойное шлифование или травление, изготавливают полированные шлифы и брикеты, что приводит к увеличению трудозатрат, разрушению образцов и, в ряде случаев, к искажению информации об анализируемых параметрах.

Метод рентгеновской томографии выделяется среди других методов, применяемых для изучения внутреннего строения природного и техногенного сырья удачным сочетанием простоты процедуры, неdestructивности и экспрессности анализа с высокой информативностью получаемых результатов. Метод позволяет сохранять целостность объекта, исследовать взаимосвязи между элементами внутренней структуры минеральных образований в их естественном, ненарушенном состоянии и получать морфоструктурные характеристики *in situ*. Метод рентгеномикрофотографии принципиально отличается от традиционного рентгеновского теневого метода, основанного на прямом электронно-оптическом преобразовании потока излучения за изучаемым объектом в видимое изображение на рентгеновской пленке, флуоресцирующем экране или другом регистрирующем устройстве. Томографическое изображение не связано непосредственно с интенсивностью прошедшего через объект излучения, а является результатом вычислений, проводимых с использованием измеренных данных. Это обеспечивает высокую точность и чувствительность метода, в частности, чувствительность томографии к локальным неоднородностям в десятки раз больше, чем рентгенографии, а пространственное разрешение микротомографов, т.е. томографов с небольшим рабочим полем (первые см), составляет единицы–десятки микрон. Метод РТ позволяет выявлять микрон неоднородность минеральных образований, определять положение, форму, размеры индивидов, устанавливать их морфоструктурные характеристики.

Возникновение и первые опыты по применению томографии, называемой в мировой практике *X-ray CT* (Computed Tomography), связаны с медицинскими исследованиями при функциональной диагностике для выявления патологических изменений мягких и костных тканей. (Haunsfield Н., начало 1970-х). Метод также начали использовать в промышленности для решения задач в области дефектоскопии как инструмент неразрушающего контроля внутренних параметров объекта и качества изделий. В настоящее время известны попытки за рубежом использовать томографы для получения данных о структуре минеральных объектов, исследования выполнялись на промышленных и медицинских томографах (Kondo M. et. al., (1996), Keller R.A. et. al., 1998). Использовать рентгеновскую томографию как инструмент геологических исследований в нашей стране было предложено и начато в 1992 г. (Хозяинов М.С., Вайнберг Э.И.). Автор принимал участие в этих работах с начала исследований.

Применение метода рентгеновской томографии для решения геологических, минералогических и технологических задач потребовало адаптации прибора (томографа), разработки методик проведения исследований, нацеленных на решение тех или иных практических задач, а также разработку специализированного программного обеспечения, позволяющего осуществлять обработку и анализ томограмм для получения требуемой генетической и технологической информации о природном или техногенном сырье.

Во второй главе рассматриваются основные принципы, техника и методика применения метода рентгеновской томографии для изучения геологических образцов.

Сущность метода рентгеновской томографии заключается в реконструкции (восстановлении) и визуализации пространственного распределения величины линейного коэффициента ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в плоском слое исследуемого объекта (ИО) в результате компьютерной математической обработки серии теневых проекций, получаемых при просвечивании ИО тонким рентгеновским лучом по различным направлениям вдоль исследуемого слоя (рис. 1). Предварительная подготовка образца для рентгенотомографического анализа не требуется.

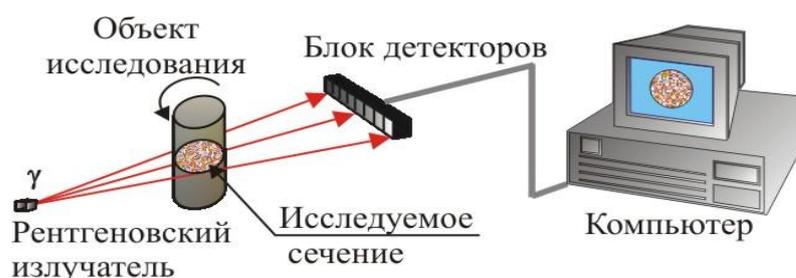


Рис. 1. Принципиальная схема рентгеновского томографа.

Известно, что величина ЛКО μ (см^{-1}) любого вещества определяется химическим составом и плотностью вещества для данной энергии гамма-излучения. Для фиксированной энергии гамма-излучения величина ЛКО может быть вычислена по формуле:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (1)$$

где μ_m - массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии, $\text{см}^2/\text{г}$; ρ - плотность вещества, $\text{г}/\text{см}^3$.

Для вещества со сложным химическим составом величина μ_m определяется соотношением:

$$\mu_m = \sum_i p_i \mu_{mi}, \quad (2)$$

где p_i - относительное весовое содержание в сложной среде i -го компонента, имеющего массовый коэффициент ослабления μ_{mi} .

Регистрируемые детекторами томографа значения интенсивностей излучения позволяют оценить величины интегральных проекций ЛКО исследуемого вещества вдоль каждого направления распространения рентгеновского излучения, по которым с помощью специальных алгоритмов осуществляется реконструкция распределения искомых величин ЛКО в изучаемом слое.

Поскольку для монохроматического излучения амплитуда ЛКО в каждой точке ИО в общем случае зависит лишь от плотности и элементного состава вещества в данной точке, метод РТ дает возможность проводить неразрушающее изучение внутренней микронеоднородности геологических образцов – выделение фаз и определение их морфоструктурных характеристик; наличие пустот, каверн, трещиноватости и т.п. Условиями, при которых метод решает поставленную задачу, являются соблюдение габаритных размеров ИО, использование образцов сравнения (ОС), отсутствие в составе ИО значительного количества (>60% объема) сильнопоглощающих или сильномагнитных фаз.

Различие в значениях ЛКО минералов позволяет изучать внутреннее строение (фазовый состав, структурно-текстурные характеристики) геообъектов. Идентификация фаз осуществляется путем сопоставления отношений амплитуд рассматриваемых элементов микронеоднородности (индивидов) и используемого образца сравнения с теоретически рассчитанными применительно к условиям сканирования ИО отношениями величин ЛКО для этих элементов и образца сравнения – однородного материала с известным составом и плотностью. Полученное отношение ($\alpha = \text{ЛКО фазы}/\text{ЛКО ОС}$) сравнивается с теоретически рассчитанным для данного вещества. При этом расчет проводится в предположении, что известны химический состав и плотность минеральной фазы (вещества). Впервые подобная методика предложена М.С. Хозяиновым и Е.В. Козорезовым.

В общем случае при моноэнергетическом приближении в качестве эффективной энергии спектра рентгеновской трубки выбирается значение, лежащее в интервале 40 - 70 кэВ (при напряжении на трубке 100 кВ). Для большинства геологических образцов наиболее часто удовлетворительный результат получается при 50 или 60 кэВ. В этом случае для веществ с известным химическим составом и плотностью оценка величин ЛКО и их отношений для идентифицируемой фазы (ИФ) и ОС проводится по формулам (1), (2). Однако спектральный состав нефльтрованного первичного рентгеновского излучения томографа, как правило, немоноэнергетичен. Это обуславливает зависимость величины амплитуды в данной точке томограммы ИО не только от свойств среды, но и взаимного расположения индивидов в плоскости томограммы. Фрагменты одного и того же вещества (например, индивиды одного минерала) различных размеров или расположенные на разном расстоянии от центра плотной вмещающей среды могут воспроизводиться на томограммах в некотором диапазоне значений амплитуды.

Учет спектрального состава рентгеновского излучения томографа на величину амплитуды осуществляется путем вычисления усредненной по спектру величины эффективного ЛКО $\mu_{эфф}$ для идентифицируемой фазы (ИФ). В целях упрощения считают, что сечения ИО, ИФ и ОС представляют собой в томографической плоскости круги. В случае отличия реальной формы сечения от круга при расчетах за эффективный диаметр соответствующей структуры берут диаметр круга, равновеликого рассматриваемому сечению по площади. Принимаем, что ИФ представляет собой однородную изолированную структуру в слабопоглощающей среде (например, в воздухе), величина $\mu_{эфф}$ вычисляется по формуле:

$$\mu_{эфф} = \frac{1}{d} \ln \frac{100}{\sum_j f_j \exp(-\mu_j d)}, \quad (3)$$

где μ_j - величина ЛКО вещества объекта для j -го интервала энергии, см^{-1} ; f_j - вклад j -го интервала в суммарную интенсивность энергии первичного излучения, %; d - диаметр объекта в плоскости сечения. Суммирование в (3) осуществляется по всем интервалам спектра энергии.

Учет влияния вмещающей среды. В случае, когда ИФ находится в заметно поглощающей рентгеновские лучи среде (например, в горной породе), при расчетах $\mu_{эфф}$ для ИЭМ необходимо учитывать влияние вмещающей породы на трансформацию спектра энергии. Считаем, что сечение ИО в плоскости сканирования имеет форму круга диаметром $d_{об}$, а на расстоянии r от центра круга находится ИФ, также имеющий сечение в виде круга диаметром d_x ($d_{об}$, d_x , $d_{ос}$ - диаметры ИО, ИФ и ОС, соответственно). При этом $d_{об} \geq d_x$; $\mu_j^{об}$, μ_j^x , $\mu_j^{ос}$ - величины ЛКО матрицы ИО, ИФ и ОС для j -го интервала спектра энергии рентгеновского излучения.

Матрица ИО состоит из вещества, имеющего в j -ом интервале энергии излучения ЛКО $\mu_j^{o\delta}$, а вещество ИФ - ЛКО μ_j^x в этом же интервале энергии. В этом случае эффективная для всего спектра излучения величина ЛКО $\mu_{эфф}^x$ этого ИФ вычисляется с помощью выражения:

$$\mu_{эфф}^x = \frac{1}{d_x} \ln \frac{\sum_j f_j \exp(-\mu_j^{o\delta} l)}{\sum_j f_j \exp(-\mu_j^{o\delta} l - \mu_j^x d_x)}, \quad (4)$$

где l представляет собой усредненную величину пути ab рентгеновских лучей в объекте при сканировании, лежащую в интервале от $d_{o\delta} - d_x$ до $\sqrt{d_{o\delta}^2 - 4r^2} - d_x$ (поток рентгеновских лучей считают плоско-параллельным). Указанный интервал изменения l определяет диапазон, в котором находится величина $\mu_{эфф}^x$ при произвольном расположении ИФ внутри ИО. Если ИФ расположен в центре объекта ($r=0$), то $l = d_{o\delta} - d_x$.

Отношение эффективных величин ЛКО ИФ и ОС:

$$\alpha = \mu_{эфф}^x / \mu_{эфф}^{oc}, \quad (5)$$

На основании формул (3), (4) получены приближенные расчетные соотношения для оценки отношений величин ЛКО применительно к наиболее типичным случаям взаиморасположения ИФ и ОС. При выводе соотношений принималось, что влияние ОС на ИФ при сканировании пренебрежимо мало. Это справедливо либо при достаточном удалении ОС от ИФ, либо при выполнении условия $d_{эм} \ll d_x$.

Технические характеристики томографа ВТ-50-1 «Геотом». Исследования проводились автором на промышленном вычислительном рентгеновском микротомографе ВТ-50-1 «Геотом», изготовленном ОАО «Промышленная интроскопия» (Россия) специально для решения геологических задач. Прибор имеет биологическую защиту, отвечающую необходимым требованиям норм радиационной безопасности и позволяет работать в обычных лабораторных условиях. Томограф управляется персональным компьютером, обеспечивающим автоматизацию процесса сканирования, визуализацию, обработку, анализ и архивацию томограмм. Источником рентгеновского излучения является микрофокусный рентгеновский аппарат типа РЕИС-150М, оснащенный электростатической и магнитной системами фокусировки электронного пучка и воздушной системой охлаждения мишени. Условия съемки рентгенограмм: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U = 100$ kV, блок детекторов 8 измерительных каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), шаг сканирования 3 мкм.

Конструкция прибора ВТ-50-1 «Геотом» позволяет изучать объекты диаметром до 15 мм и высотой до 5-7 см, пробоподготовка не требуется. Толщина исследуемого слоя 30 мкм.

Изображения формируются 512x512 элементами. Предел пространственного разрешения составляет 25 мкм (изометричные неоднородности) и 5 мкм (линейные неоднородности). Чувствительность к изменению величины ЛКО - 1%. Время сканирования с параллельной обработкой данных 5-10 минут. Послойное сканирование объекта осуществляется путем его последовательного перемещения по вертикали с шагом до 5 мкм. Это обеспечивает возможность построения 3-х мерных объемных реконструкций объекта исследования. Изучение мелкодисперсного материала (песка, шлиха, протолочки и т. п.) осуществляется путем размещения его в слабопоглощающем рентгеновские лучи сосуде (например, пластмассовой пробирке), обеспечивая неподвижность материала при сканировании.

При томографировании исследуемый объект помещается между рентгеновским излучателем и блоком детекторов. Высокоточное сканирующее устройство обеспечивает в горизонтальной плоскости последовательное чередование поперечных по отношению к рентгеновскому лучу и вращательных с шагом 3 градуса движений изучаемого объекта. Полный угол вращения составляет 180 или 360 градусов. Предусмотрено четыре режима работы томографа, отличающиеся степенью детализации (увеличения) исследуемой области (слоя): с диаметром зоны сканирования 15 мм (режим 1), 10 мм (режим 2), 5 мм (режим 3) и 2,5 мм (режим 4). Увеличение составляет, соответственно, 12, 18, 35 и 70.

Образцы сравнения. Достоверность выделения фаз и их идентификации зависит, в том числе, от точности вычисления эффективных ЛКО для ОС, которая, в свою очередь, определяется точностью знания элементного состава и плотности вещества ОС, а также параметров спектра рентгеновского излучения.

В целях увеличения надежности и достоверности идентификации элементов микрон неоднородности внутренней структуры ИО были разработаны и изготовлены ОС ЛКО моноэнергетического гамма-излучения. С целью получения точных данных о химическом составе в качестве ОС были взяты стандартные (в соответствии с требованиями соответствующих ГОСТов) материалы. К аттестуемым характеристикам были отнесены ЛКО моноэнергетического гамма-излучения в энергетическом диапазоне 10-100 кэВ и диаметр d образцов. В комплект ОС входят образцы РТ-1 (медь марки МО по ГОСТ 859-78, содержание Si не менее 99,98%), РТ-2 (алюминий марки А97 по ГОСТ 11069-85, содержание Al не менее 99,97%), РТ-3 (стекло органическое техническое марки ТОСП по ГОСТ 17622-72Е), РТ-4 (уголь активный АГ-3 по ГОСТ 20464-75) в виде цилиндров диаметром 0,5 мм и длиной 2 см.

Таким образом, контроль определения экспериментально получаемых эффективных значений ЛКО обеспечивается использованием образцов сравнения (ОС) при съемке томограмм для исследуемого образца, разработанных для проведения рентгеномногографического анализа. Использование ОС обеспечивает точность вычисления

эффективного ЛКО за счет уменьшения неопределенности в химическом составе и плотности вещества, и, с другой стороны, делает возможным расчет эффективных ЛКО для ИО и ОС при одинаковых условиях с учетом их одновременного размещения в зоне сканирования. Поскольку для идентификации используется отношение эффективных ЛКО ОИ и ОС, расчет их по единой методике после получения томограммы позволяет уменьшить погрешность вычисления этого отношения.

Опыт проведения рентгеномографических исследований с использованием ОС из различных материалов позволил установить, что набор ОС из оргстекла (или графита), алюминия, меди обеспечивает изучение внутренней микронеоднородности практически всех минеральных объектов. При идентификации минеральных фаз, как правило, используется *Al*-образец сравнения, т.к. его плотность находится в середине диапазона плотности горных пород и наиболее близка к средней плотности силикатов и алюмосиликатов, составляющих до 95% массы земной коры.

Технология проведения рентгеномографического анализа. Для осуществления разработанного РТ-метода выполняют следующую последовательность операций (рис. 2):

1. *Подготовка проб* к рентгеномографическому анализу состоит в придании образцу исследования допустимых габаритных размеров (не более 1,5 x 10 см). Сыпучий (пески, шлихи, протоочки и т.п.), тонкодисперсный материал (менее 0,5 мм) размещаются в кювету с крышкой, выполненную из слабопоглощающего рентгеновские лучи материала (например, пластмассы). Специальных операций по пробоподготовке (изготовление полированных шлифов, напыление и т.п.) не требуется.

2. *Предварительный этап.* Планирование исследования (сбор и анализ литературы, справочной информации, данных предшествующих минералого-петрографических и иных исследований вещественного состава образца исследования физическими и химическими методами).

3. *Проведение лабораторных исследований (испытаний).* Исследуемый образец устанавливается на съемном предметном столике (держателе) совместно с выбранным образцом сравнения, центрируется и закрепляется перед рентгеновским излучателем в боксе с биологической защитой. Высота расположения предметного столика выбирается такой, чтобы исследуемая область образца располагалась вблизи плоскости коллиматора – окна рентгеновского излучателя. Режим сканирования (диаметр зоны сканирования) задается в зависимости от поперечного размера исследуемого образца, а также требуемого пространственного разрешения. Максимальный совокупный поперечный размер исследуемого образца вместе с ОС не должен превышать диаметра зоны сканирования выбранного режима.

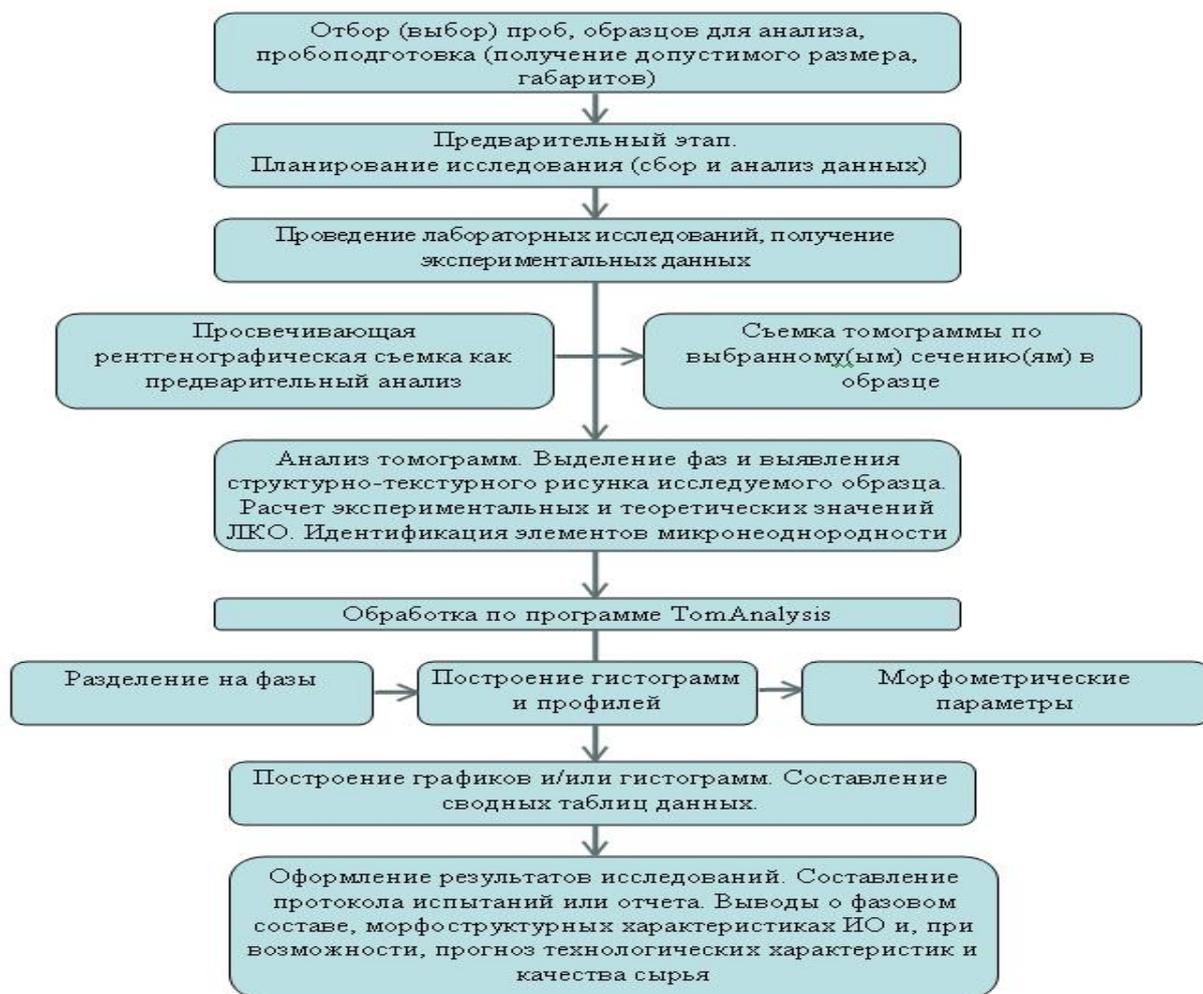


Рис. 2. Схема последовательности выполнения операций рентготомографического анализа.

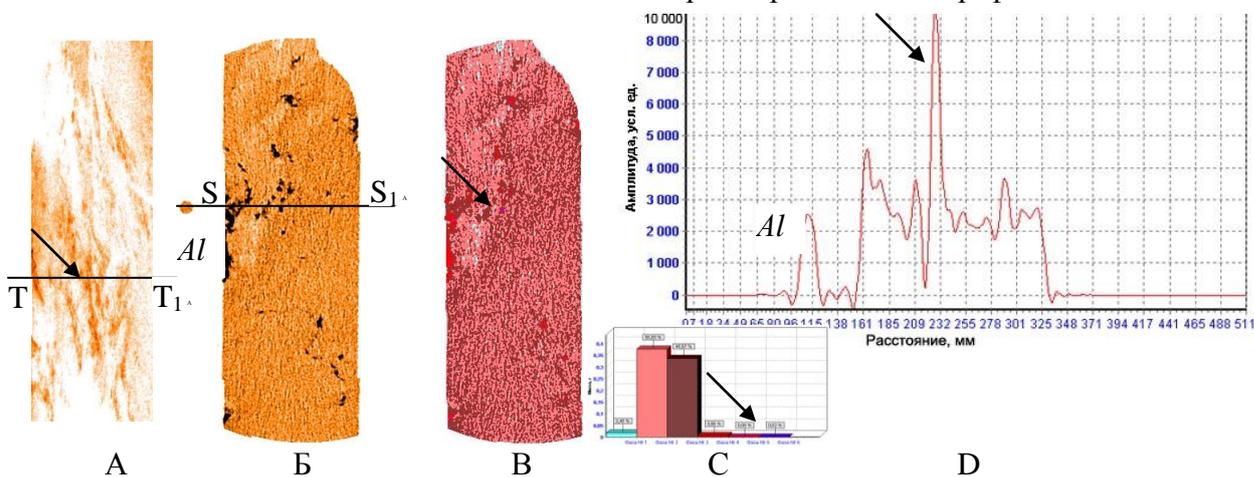


Рис. 3. РТ-анализ: А – рентгенограмма, Б – томограмма по сечению Т–Т₁ (ОС – Аl), В – обработка по программе *TomAnalysis*, С – гистограмма % соотношения фаз, D – построение профиля распределения ЛКО по линии S – S₁.

3.1. *Рентгенографическая съемка.* Просвечивающая рентгенографическая съемка всего объекта (или его части) – получение рентгенограммы. Проводится для предварительного анализа внутренней структуры исследуемого образца, позволяет выявить наличие или установить отсутствие сильнопоглощающих фаз и выбрать наиболее представительные участки, через которые целесообразно провести плоскости томографических сечений (рис. 3).

3.2. *Рентгенотомографическая съемка.* Снимают рентгенотомограмму (томограмму) по выбранному на рентгенограмме сечению (рис.3). Для получения представительных данных, как показала практика исследований, наиболее предпочтительны второй или третий режим съемки. В общем случае для определения фазового состава, когда корректное измерение величины ЛКО является основополагающим требованием, рекомендуется получать низкочастотные томограммы. Для одного образца проводится съемка не менее 2-3 томографических сечений.

4. *Анализ рентгенотомограмм.* Выделение фаз и выявление структурно-текстурного рисунка ИО. Расчет экспериментальных и теоретических значений ЛКО. Идентификация фаз.

Проводится изучение внутреннего строения образца путем визуального анализа изображений на экране монитора или на бумажной распечатке, а также путем анализа пространственного распределения амплитуды ЛКО с помощью программных средств микротомографа: измерение величины амплитуды в отдельных точках ИО, вдоль профилей или по площади. С целью определения гранулярных характеристик и содержания отдельных фаз возможно проводить линейный и площадной анализ изображений томограмм с помощью построения гистограмм частотного распределения амплитуды ЛКО (рис. 3). Идентификация элементов микронеоднородности (минеральных фаз) осуществляется путем сопоставления отношений амплитуд на томограмме для ИФ и ОС с теоретически рассчитанными для них отношениями эффективных величин ЛКО.

5. *Обработка по программе TomAnalysis.* Исследование фазовой неоднородности по оригинальной программе анализа изображений TomAnalysis, позволяющей проводить выявление фаз и необходимые расчеты в параметрах, принятых в минералогии, включает:

5.1 Разделение на фазы.

5.2 Построение гистограмм и профилей.

5.3 Определение морфометрических параметров: общие морфометрические: площадь, периметр, длина, ширина индивидов (зерен) минералов, при необходимости – изрезанность и кривизну границ зерен, удлинение; гранулярные – минимальный, максимальный и средний размер индивидов (зерен), распределение по классам крупности.

6. *Построение графиков и/или гистограмм. Составление сводных таблиц данных.* Результаты представляются в бумажном и цифровом виде как рисунки, отображающие пространственную структуру распределения ЛКО в исследуемом сечении; графики линейного распределения ЛКО, таблицы значений ЛКО выделяемых фаз и морфометрических параметров; гистограммы количественного и массового соотношения фаз.

7. *Оформление результатов.* Данные РТ в зависимости от назначения исследований оформляются в виде протокола испытаний или отчета. Отчет содержит выводы о фазовом составе, морфоструктурных характеристиках исследуемого объекта; в случае

возможности дают прогноз технологических характеристик и качества сырья. Конкретные результаты и рекомендации приводятся главе 4 диссертации.

В третьей главе излагается методика интерпретации результатов рентрентомаграфического исследования. Интерпретация результатов исследования, выявление характера распределения минеральных фаз (форма и размеры, характер срастаний и др.), осуществляется путем визуального и компьютерного анализа получаемых томограмм и расчета теоретических значений ЛКО (по заданным химическому составу и плотности фаз), сопоставляемых с данными предварительного минералого-петрографического изучения образцов. При расчете теоретических значений ЛКО вводится поправка на немонотонность спектра первичного рентгеновского излучения и на наличие поглощающей среды.

Идентификация элементов микронеоднородности осуществляется путем сопоставления отношений амплитуд на томограмме для ИФ и ОС (как правило, A/I) с теоретически рассчитанными для них отношениями эффективных величин ЛКО. Расчет осуществляется в предположении, что химический состав и плотность ИФ известны. В случае значительной величины рентгеноконтрастности фаз при расчетных оценках величин ЛКО используется моноэнергетическое приближение; при необходимости проводятся расчеты, учитывающие реальный спектр излучения, его трансформацию при прохождении через образец, конкретные размеры и расположение элементов микронеоднородности в образце. Близость отношений измеренных амплитуд и рассчитанных величин ЛКО для ИФ и ОС с большой степенью вероятности будет свидетельствовать о правильности предположения относительно минерального состава диагностируемых фаз изучаемого объекта. Известные данные о морфологии минеральных образований, их размерах, кристаллографических формах, а также другая информация позволяют повысить надежность идентификации фаз, а также других морфоструктурных особенностей ИО, выделенных на томограммах.

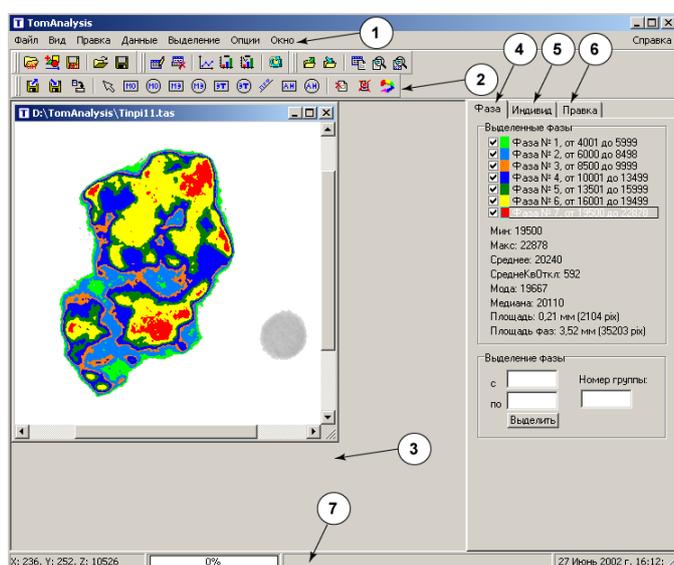
Морфоструктурное исследование ИО включает определение гранулярного состава зерен минералов, агрегатов и морфометрических характеристик микровключений, пустот, трещин, т.п., а также особенностей их пространственного распределения.

Разработана методика оценки достоверности определения фазы (минерала) методом РТ, включающая следующие этапы:

1. Выбор режима измерения.
2. Для выбранного режима с помощью соответствующих образцов сравнения и с учетом технических возможностей томографа рассчитывается минимальный размер минерального объекта, который может быть выделен при этом режиме измерений.
3. С учетом пп. 1 и 2 рассчитывается минимальная разница в значениях ЛКО двух соседних объектов, которая позволяет различать их с учетом технических возможностей томографа.

4. Исходя из априорных знаний об исследуемом минеральном объекте, рассчитываются значения ЛКО двух соседних (смежных) минералов, которые желательно различить. Если разница в значениях двух ЛКО больше, чем в п.3, то объекты будут выделены (идентифицированы) достоверно.

Система обработки рентгеномографических изображений TomAnalysis – была специально разработана для обработки и анализа результатов РТ-исследований. В разработке системы принимал участие С.В. Зинченко. Программа позволяет: проводить разделение фаз; измерять морфометрические параметры индивидов, определять объемные и массовые содержания (в %) выделенных фаз, проводить расчет гистограмм распределения частоты значений ЛКО томограммы в зависимости от ее величины. Определять естественное (ненарушенное) распределение фаз по размерам (или классам крупности); выявлять структурные взаимоотношения минералов в сложных агрегатах. Интерфейс программы TomAnalysis состоит из семи основных частей (рис. 4). Результаты представляют в виде таблиц или гистограмм. Реализована функция экспорта данных в формате, воспринимаемом современным международным программным обеспечением (Microsoft Office, Adobe Photoshop и др.). Предусмотрено ведение архива файлов исходных и модифицированных изображений.



Первая часть интерфейса – восемь меню, позволяющих получить доступ к функциям системы TomAnalysis. Следующая часть – панель инструментов. Кнопки на панели инструментов повторяют пункты меню. Ниже панели инструментов расположена рабочая область, она является контейнером для окон, содержащих изображения. В правой части интерфейса находится панель информации, состоящая из трех закладок – “Фаза”, “Индивид” и “Правка”.

Рис. 4. Интерфейс программы TomAnalysis: 1 – меню; 2 – панель инструментов; 3 – рабочая область; 4 – закладка “Фаза”; 5 – закладка “Индивид”; 6 – закладка “Правка”; 7 – строка состояния.

Для исследования микронеоднородности и определения гранулярного состава выполняется поиск индивидов. В системе TomAnalysis реализован механизм автоматического выделения на изображении с помощью цветных маркеров отдельных фаз, основанный на методе распознавания образов Голотип N, позволяющий значительно упростить процесс выделения за счет гибкости и сократить время обработки

изображения. Конкретный набор одновременно измеряемых и рассчитываемых характеристик индивидов задается пользователем после выделения фаз и модификации изображения. Поиск индивидов проводится по выбору пользователя с учетом фактора формы и без него. Возможен последовательный перебор всех индивидов одной фазы и отображение всех установленных индивидов данной фазы. Программа позволяет строить профили – графики распределения амплитуды ЛКО вдоль отрезка (сечения), проходящего через рассматриваемый элемент микронеоднородности в заданной точке и автоматически измерять геометрические параметры пространственного распределения последних.

Для получения гистограмм массового и количественного распределения индивидов системой TomAnalysis проводят разбиение всех индивидов заданной фазы на классы крупности.

Перед началом разбиения задают характеристики из их набора: количество интервалов; критерий

Морфометрические параметры					
	мин.	макс.	Ср.	СрКвОткл.	Сфмм.
<=9.0E+002					
Площадь	900,00	900,00	900,00	0,00	2700,00
Длина	42,43	42,43	42,43	0,00	
Ширина	42,43	42,43	42,43	0,00	
Периметр	169,71	169,71	169,71	0,00	
Удлинение	1,00	1,00	1,00	0,00	
Фактор формы	0,39	0,39	0,39	0,00	
Компактность	0,50	0,50	0,50	0,00	
Масса	4,500E-005	4,500E-005	4,500E-005	0,000E+000	1,350E-004
>9.0E+002, <=1.0E+005					
Площадь	1800,00	87299,99	33300,00	33830,89	266400,00
Длина	67,08	391,15	200,33	125,18	
Ширина	42,43	339,41	153,98	115,34	
Периметр	219,02	1461,13	708,61	477,43	
Удлинение	1,13	2,37	1,46	0,39	
Фактор формы	0,47	0,94	0,64	0,17	
Компактность	0,63	1,26	0,85	0,22	
Масса	9,000E-005	4,365E-003	1,665E-003	4,511E-004	1,332E-002
>1.0E+005, <=3.0E+005					
Площадь	119700,00	119700,00	119700,00	0,00	119700,00
Длина	513,52	513,52	513,52	0,00	
Ширина	424,26	424,26	424,26	0,00	
Периметр	1875,56	1875,56	1875,56	0,00	
Удлинение	1,21	1,21	1,21	0,00	
Фактор формы	0,43	0,43	0,43	0,00	
Компактность	0,55	0,55	0,55	0,00	
Масса	5,985E-003	5,985E-003	5,985E-003	0,000E+000	5,985E-003
>3.0E+005					
Площадь	644400,00	644400,00	644400,00	0,00	644400,00
Длина	1020,44	1020,44	1020,44	0,00	
Ширина	763,68	763,68	763,68	0,00	
Периметр	3568,23	3568,23	3568,23	0,00	
Удлинение	1,34	1,34	1,34	0,00	
Фактор формы	0,64	0,64	0,64	0,00	
Компактность	0,83	0,83	0,83	0,00	
Масса	3,222E-002	3,222E-002	3,222E-002	1,023E-006	3,222E-002

разбиения (площадь; длина; ширина; длина и ширина); границы размеров индивидов. Система автоматически проводит разбиение индивидов, после которого рассчитываются их морфометрические характеристики (рис. 5 А), строятся гистограммы количественного и массового распределения выделенных фаз (рис. 5 Б).

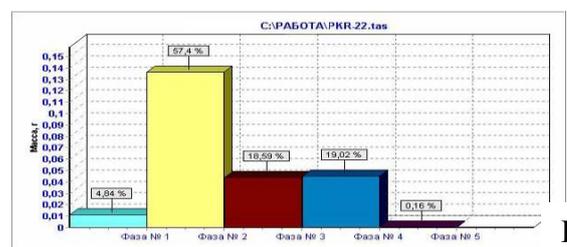


Рис. 5. Морфометрические параметры в табличной форме, в мкм (А) и гистограмма количественного распределения фаз, в % (Б).

Реализованная компьютерная автоматическая система TomAnalysis позволяет обрабатывать рентгеномограммы и получать гранулярные и морфоструктурные параметры, которые дают информацию, необходимую для прогноза качества, разработки технологических схем и контроля процессов переработки минерального сырья. При создании автоматизированной системы использовались типовые решения, определенные требованиями технических инструкций, что позволило выполнить весь комплекс задач, направленных на реализацию необходимых информационных и управляющих функций.

Программа может быть использована также для анализа оптических изображений, что упрощает комплексирование методов рентгеномографии и оптической микроскопии (оптико-геометрического анализа).

В четвертой главе приводятся результаты исследований методом рентгеновской томографии разных видов горных пород, руд, минералов и техногенного минерального сырья.

Сырьевая база отечественной черной и цветной металлургии включает сегодня значительную часть запасов труднообогатимых руд, полнота информации об особенностях их минерального состава и строения влияет на определение технологических свойств и, в свою очередь, возможные схемы их промышленной переработки. Метод РТ был использован для исследования фазовой неоднородности и определения морфоструктурных характеристик, определяющих раскрытие рудных минералов марганцевых (Усинского, Тыньинского, Сейбинского, Порожинского), железных (Тагарского) и др. месторождений.

Марганцевые руды. В России марганец относится к остродефицитным стратегическим видам минерального сырья. В балансовых запасах России более 90% – руды низкокачественные, полиминеральные со сложным текстурно-структурным рисунком.

Усинское месторождение марганцевых руд расположено в Кемеровской обл. в центральной части Кузнецкого Алатау, является самым крупным в России – его балансовые запасы составляют 98,5 млн. т. Руды вулканогенно-осадочного генезиса, представлены карбонатным (родохрозитовые и манганокальцитовые) типом.

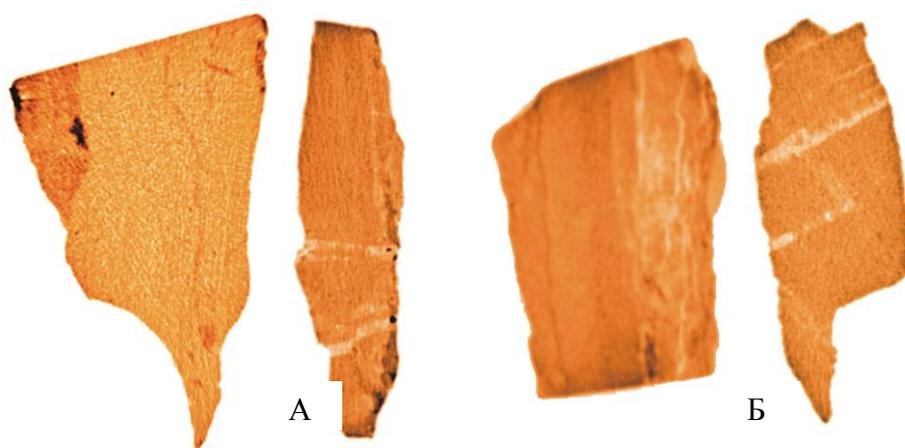


Рис. 6. Томограммы марганцевых руд Усинского месторождения: А-родохрозитовая руда и Б-манганокальцитовая руда; родохрозит I генерации темно-рыжее, родохрозит II генерации – рыжее, прожилки манганокальцита – белое, гидроксиды марганца – черное.

Методом РТ были определены фазовый состав, морфометрические и гранулярные характеристики главных рудных минералов карбонатных руд (рис. 6, табл. 1, 2). С учетом минералогических данных, выделены: глинистые минералы, опал, кальцит, марганцовистый кальцит, манганокальцит, родохрозит, гидроксиды и оксиды марганца. Выделено три фазы родохрозита, различающиеся по ЛКО (α_s) - действительно, родохрозит разных генераций отличался по содержанию марганца и физическим свойствам. Наиболее сильнопоглощающим является родохрозит I генерации, присутствующий в подчиненном количестве по отношению к родохрозиту II. Манганокальцит, судя по значениям ЛКО, представлен также тремя разновидностями, при этом наименьшее поглощение имеет марганцовистый кальцит, выполняющий прожилки, являющийся более поздним по времени образования.

Таблица 1. Данные РТ-исследования карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения

Кл. круп., мм	Выделяемые фазы и их α_s (Al ₂ O ₃)								
	0,60-0,76	1,10-1,25	1,41-1,45	1,78-1,92	2,11-1,30	2,35-2,44	2,80-2,87	3,02-3,06	
-15÷+10	0,60-0,76	1,10-1,25	1,41-1,45	1,78-1,92	2,11-1,30	2,35-2,44	2,80-2,87	3,02-3,06	
-10÷+6	0,96-1,03	1,14-1,28	1,34-1,44	1,60 1,76-1,81	2,16-2,22	2,30-2,49	2,62-3,00	3,07; 3,70; 3,93; 4,31- 4,72	5,73; 6,8; 10,80
-3,2÷+1				1,62, 1,86-1,97	2,03-2,22		3,11	3,30-3,54	
Минералы	Слоистые алюмосиликаты	кальцит, марганцовистый кальцит	манганокальцит-1	манганокальцит-2	родохрозит III генерации	родохрозит II генерации	родохрозит I генерации	оксиды и гидроксиды Mn (зерна)	

Данные РТ позволили решить вопрос о характере распределения силикатов марганца, присутствие которых ухудшает качество руды – в карбонатных рудах вулканогенно-осадочного генезиса обычно их количество достаточно значительно, а в рудах Усинского месторождения по данным РФА достигает 20%. Проблему с технологической точки зрения представляли силикаты марганца тодорокит и пироксмангит, образующие вкрапленность в главных рудных минералах – родохрозите и манганокальците. Методом РТ удалось установить не только содержание, но и характер распределения силикатов марганца (α_s 0,60), а также разделить родохрозит и манганокальцит, имеющие близкие оптические константы, и не всегда различимые методами световой оптики. Основная часть зерна гетерогенного строения (рис. 7) сложена родохрозитом II генерации (55,22%), в котором достаточно равномерно распределены силикаты марганца (9,58%). В родохрозите I генерации (34,12%) присутствуют лишь единичные включения гидроксидов марганца (1,09%). Полученные данные позволили однозначно утверждать о невозможности извлечения силикатов марганца из рудных карбонатных минералов механическими методами, т.к. их размеры не превышают первые десятки микрометров, фактор формы равен 0,89 (табл. 2).

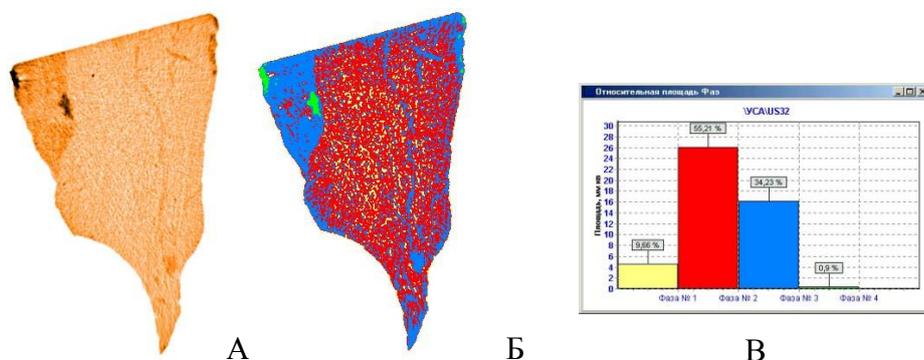


Рис.7. Рентгенотомография родохрозитовой руды Усинского месторождения (А – томограмма; Б - обработка по «TomAnalysis» и В – гистограмма процентного соотношения выделенных фаз): силикаты марганца – желтое, родохрозит I генерации синее, родохрозит II генерации, прожилки манганокальцита – красное, гидроксиды марганца – зеленое.

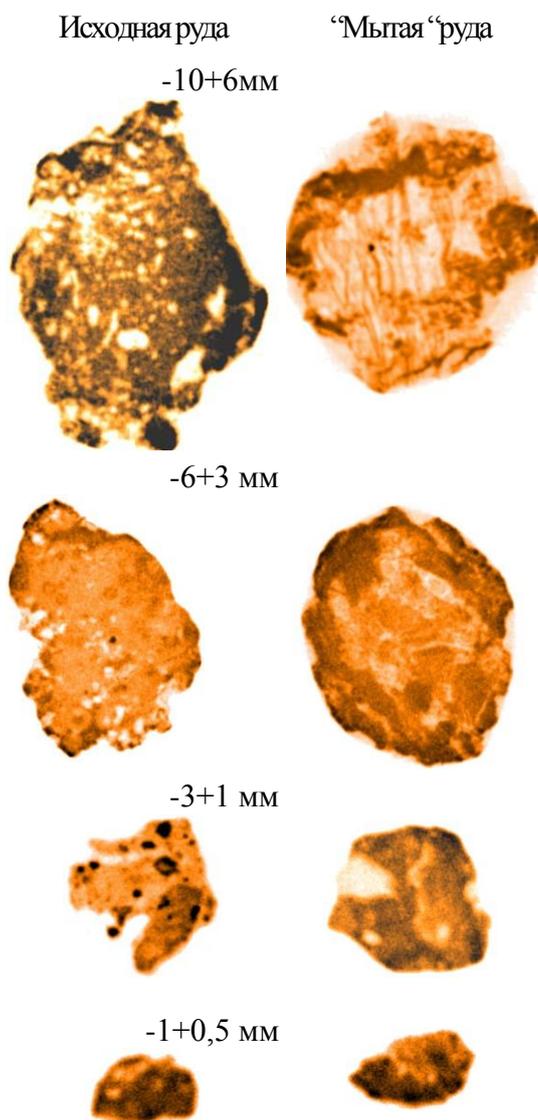


Таблица 2. Пример расчета морфометрических параметров для родохрозита по «TomAnalysis», критерий выборки – площадь индивида.

Кл. крупн., - 1мм	Мин., мкм	Макс., мкм	Среднее , мкм
Площадь	900	8140	1372
Длина	30	110	28
Ширина	30	74	49
Периметр	120	16500	2744
Удлинение	1	3,2	1,54
Фактор формы	0,46	0,89	0,73
Компактность	0,27	1	0,76
Масса, $г/см^3$	3,15	3,68	3,32

Особенностью осадочных карбонатных марганцевых руд *Тыньинского месторождения* в Свердловской обл. (Урал) является достаточно большое количество слоистых алюмосиликатов. Методом РТ был решен технологический вопрос: показано (рис. 8), что хотя в исходной руде значительное содержание слоистых (глинистых) минералов, но с уменьшением крупности зерен различие в фазовом составе исходной и «мытой» руды нивелируется, и при размере 1 мм глинистого материала сохраняется примерно одинаково, можно не применять операцию «отмывания» руды.

Рис. 8 Рентгеномография осадочных карбонатных марганцевых руд Тыньинского месторождения, технологическая проба (родохрозит – темно-рыжее, оксиды марганца – темно-коричневое, слоистые алюмосиликаты и кварц – светлое).

Сейбинский рудный узел расположен в Курагинском районе Красноярского края. Руды гипергенного генезиса, прогнозные запасы оценены в 8,5 млн. тонн оксидных руд. Минералогическими исследованиями установлено, что марганцевые руды имеют весьма сложный полиминеральный состав и неоднородное строение, т.е. труднообогатимые. Главными рудными минералами являются пиролюзит и минералы группы псиломелана (криптомелан, псиломелан, голландит), содержание которых в руде достигает 65%. Главными породообразующими минералами являются кварц и слоистые алюмосиликаты, из железосодержащих фаз в руде отмечаются гетит, гидрогетит, иногда гематит и в весьма незначительном количестве пирит.

Для выявления особенностей распределения и характера взаимоотношения рудообразующих минералов в технологической пробе исходной руды на первом этапе лабораторного изучения был проведен рентгеномографический анализ. На томограммах было

выделено от 6 до 12 фаз (рис. 9, табл. 3), причем их средняя размерность 50-100 мкм - руды тонко-скрытокристаллические. Рудные фазы представлены минералами группы псиломелана с $\alpha_3 > 4,2$, пиролюзита, гематитом, гетитом и гидрогетитом; нерудные фазы представлены слоистыми алюмосиликатами (глинистые), кварцем; установлены отдельные зерна пирита с α_3 4,0-4,08 (табл. 3).

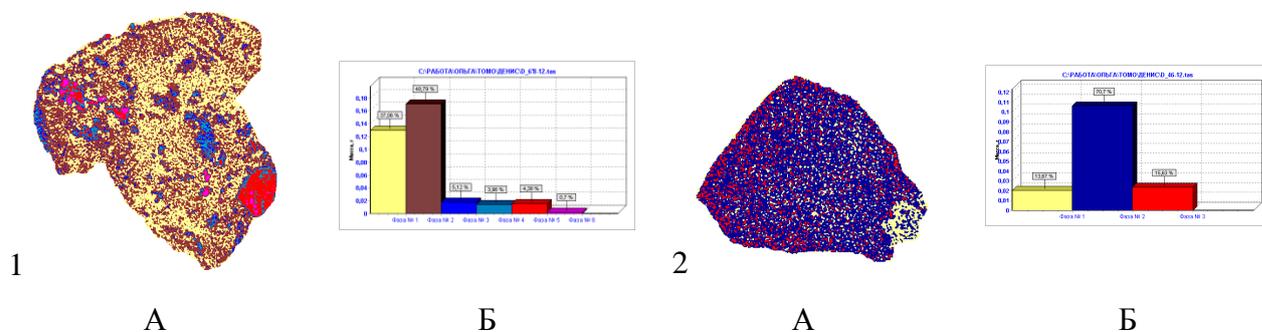


Рис. 9. Рентгенотомография марганцевой руды Сейбинского месторождения (А-обработка по «TomAnalysis», Б - гистограммы процентного соотношения фаз): желтое – кварц, красное – гидроксиды железа, коричневое – пиролюзит, синее, малиновое – минералы гр. псиломелана.

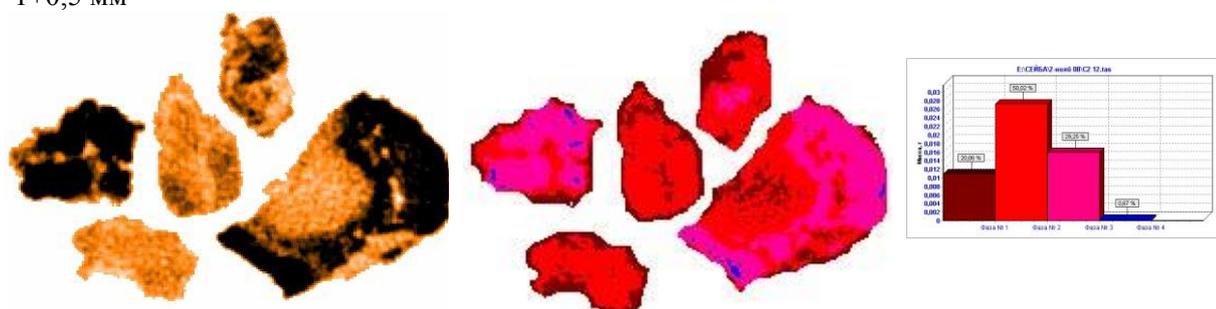
Таблица 3. Данные РТ-исследования марганцевых руд Сейбинского месторождения

Образец	Выделяемые фазы и их $\alpha_{кр}$ (Al- ∞)											
	моним орилл онит	кварц	слоистые	гидрогетит	гетит	гематит	пиролюзит	пирит	минералы гр. псиломелана			
2-11_1	<0,65	1,03	1,36	1,49	1,85	2,27		3,14				
2-11_2	<0,50	0,79	1,28		1,84			3,10				
3-3_1	<0,50	0,95	1,24					3,59-3,77		4,22		4,63-5,09
3-3_2	<0,55	1,00				2,37		3,26				5,22; ,09
4-6_1	<0,64	0,90	1,35			2,24		3,63	4,08	4,50		
4-6_2	<0,40	0,98	1,35	1,45	1,61	2,30		3,30	3,68		4,40	
5-1_1	<0,70	0,93	1,34		1,72		2,68	3,55				
5-1_2	<0,65		1,30		1,70		2,60	3,53				
6-8_1	<0,50	0,92	1,33		1,58	2,11	2,56	3,36	3,60	4,00	4,34	6,66
6-8_2	<0,70	0,90	1,34		1,75		2,52	3,10	3,78		4,30	5,35
Минералы	моним орилл онит	кварц	слоистые	гидрогетит	гетит	гематит	пиролюзит	пирит	минералы гр. псиломелана			

Практически равномерная тонкая вкрапленность кварца и гидроксидов железа в марганцевом агрегате (рис. 9-1) о невозможности избавиться от них физическими методами обогащения. Характер взаимоотношения непосредственно марганцевых фаз (рис. 9-2) определяет невозможность селективного разделения конкретных марганцевых минералов, что усугубляется и близостью их физических свойств. В тоже время взаимоотношения минералов в руде указывают на перспективность методов химического обогащения.

РТ-исследование классифицированных и фракционированных технологических продуктов при разработке технологической схемы переработки дало принципиально важную информацию о технологических свойствах руды: позволило установить особенности строения этих руд, определенным образом повлиявшие на качество продуктов. Строение зерен минералов всех классов крупности неоднородно, хотя визуально они выглядели однородными. Внешняя зона зерен часто выполнена гидроксидами марганца, образующими тонкую оболочку на поверхности в результате окисления (рис. 10), поэтому они часто выглядят однородными, хотя являются агрегатами пиролюзита-псиломеланового состава в разном соотношении – пиролюзита 21-66%, псиломелана до 43%.

-1+0,5 мм



-0,5+0,2 мм

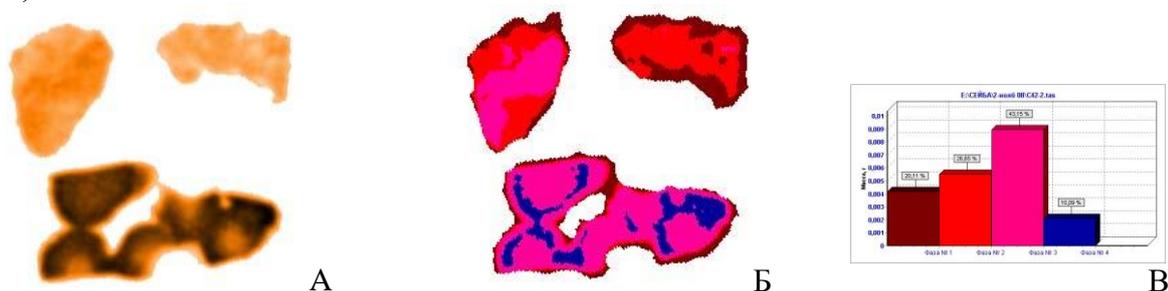


Рис. 10. Рентгеномография классифицированных продуктов марганцевой руды (здесь и далее: А – томограмма; Б - обработка по «TomAnalysis» и В – гистограмма процентного соотношения выделенных фаз): оранжевое – породообразующие минералы, коричневое – гидроксиды марганца, красное – пиролюзит, малиновое, синее – псиломелан).

Породообразующие минералы (прежде всего кварц) а также гидроксиды марганца, заполняют области внутри зерен в классах крупности вплоть до $-0,5+0,2$ мм, понижая таким образом общую плотность условно раскрытых зерен, в результате чего в легких фракциях крупных классов остаются марганцевые минералы, главным образом псиломелан, выполняющий прожилки, по которым при дроблении руда легко раскалывается, а сам псиломелан сохраняется как темноцветная «скорлупа» на кварце (рис. 9, $-1+0,5$ мм). По данным рентгеномографии измельчение (дробление) благоприятно сказывается на раскрываемости агрегатов.

Тагарское железорудное месторождение является наиболее крупным месторождением в составе Кодинской группы месторождений (Красноярский край), его

учтенные запасы составляют 262,9 млн. т. Промышленные скопления руды сосредоточены в гидротермально измененных и скарнированных кембрийских карбонатных толщах, приурочены к зонам контакта секущих тел траппов и дорудных метасоматитов. Руды магнетитового, магнетит-маггемит-мартитового и гетит-гидрогетитового типа.

Метод РТ-анализа позволил установить особенности состава и структурно-текстурный рисунок руд, и в том числе, проследить характер мартитизации в природных агрегатах (рис. 11), обуславливающий в определенной степени неоднородность магнетита. На томограммах четко фиксируется 5-6 фаз, главные – магнетит, маггемит и гематит. Вероятно, частичное окисление магнетита первоначально приводит к образованию сильномагнитного минерала маггемита $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, диагностированного рентгенографическим и минераграфическим анализами. Маггемит образуется как переходная фаза от магнетита к гематиту, поскольку маггемит, как и магнетит, имеет структуру типа шпинели, однако по составу соответствует гематиту, поэтому окисление магнетита до маггемита не потребует затрат энергии на преобразование кристаллической структуры минерала. Окисление магнетита происходит локально, не во всем объеме минерала, что фиксируется на томограммах в виде «пятнистых» участков изменения ЛКО.

Рентгенотомографический анализ подтвердил текстурную неоднородность рудных агрегатов, связанную с тесным срастанием рудообразующих фаз, которая негативно влияет на полное раскрытие, в частности, магнетита.

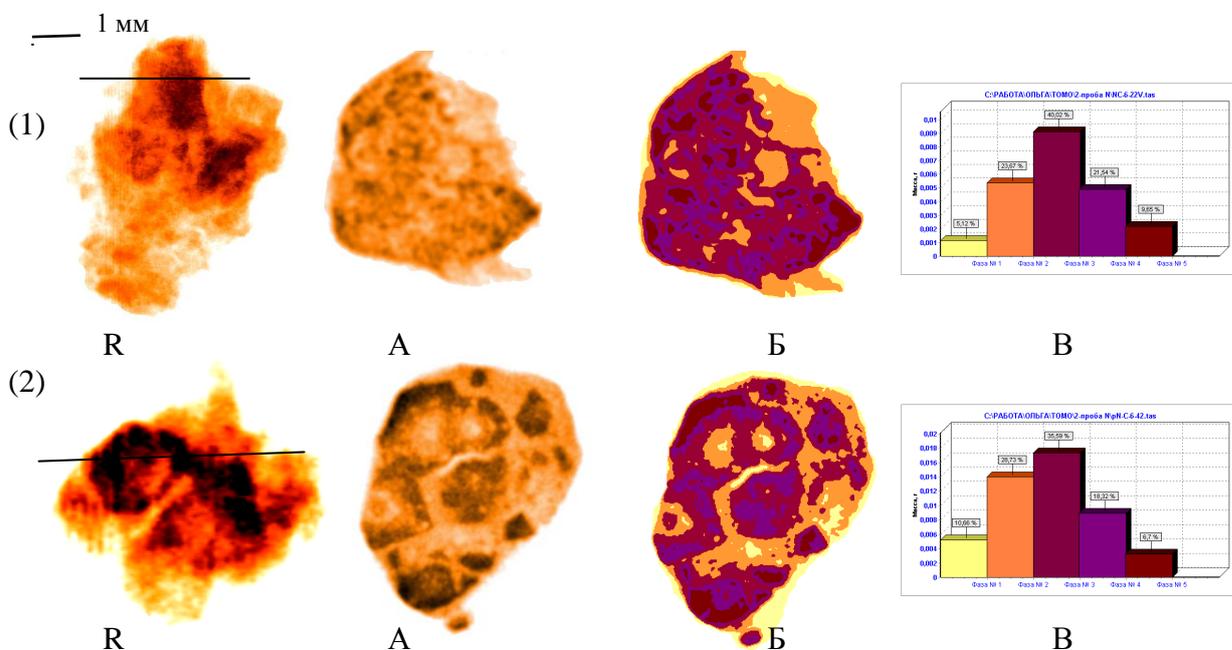


Рис. 11. Мартитизация магнетита, Тагарское месторождение (R- рентгенограмма, указана линия сечения): желтое – кварц, оранжевое – гидроксиды железа, темно-фиолетовое – гематит, фиолетовое – мартит, коричневое – магнетит).

Порожинское месторождение марганцевых руд (Красноярский край) с учтенными запасами 28,5 млн. т окисленных руд. По данным геологоразведочных работ на месторождении выделяются окисленные (пирролюзит-псиломелановые, гидрогетит-пирролюзит-псиломелановые) и карбонатные (манганокальцит-родохрозитовые) руды, по наличию фосфора - малофосфористые ($P < 0,3\%$) и фосфористые ($P > 0,3\%$), по содержанию железа - маложелезистые ($Mn : Fe > 3$) и железистые ($Mn : Fe < 3$) руды.

Фосфор является «вредным» элементом, ухудшает качество руды. Для определения способа дефосфоризации необходимо было установить минеральную форму фосфора в марганцевой руде. При минералогическом исследовании руды методами световой оптики проявились сложный полиминеральный состав и текстурно-структурный рисунок руды, в которой были обнаружены игольчатые и длиннопризматические кристаллы возможно апатита. РТ-анализ был выполнен опережающе, до прецизионных исследований методами электронной микроскопии и РФА, который подтвердил, что руда в целом проявляет значительную гетерогенность, сложное строение, границы минеральных фаз заливообразные, сильно изрезанные, рудные минералы находятся в тонкодисперсном срастании (рис. 4.1 А) Для детального минералогического исследования желваки апатита были специально выделены минералогом вручную под бинокулярным микроскопом из предварительно фракционированного по плотности ($\rho > 2,9 \text{ г/см}^3$) и магнитным свойствам материала.

По данным РТ-анализа индивиды, которые под бинокулярным микроскопом принимались за апатит и выглядели однородными (миноминеральными), оказались тонкодисперсными срастаниями. Характер срастания апатита с породообразующими и рудными минералами (рис. 12-1) и его размер являются неблагоприятными для извлечения апатита из руды методами рентгенорадиометрической сепарации и глубокого обогащения. На РТ также выявилась неоднородность отобранных индивидов – большинство являются агрегатами апатит-кварц-опалового состава (рис. 12-3), или тонкодисперсными срастаниями апатита с опалом (рис. 12-2), даже если они сохранили кристаллографическую форму. На томограммах видно, что опал формирует на поверхности кристаллов и агрегатов апатита почти сплошную оболочку размером до 100 мкм, вполне достаточную, чтобы «маскировать» собственно апатит, понижая его плотность, изменяя характеристики поверхности и препятствуя тем самым выделению этого фосфорсодержащего минерала из руды методами флотации с использованием поверхностноактивных веществ. Рентгенофазовым анализом было затем установлено, что эти зерна являются фтор-apatитом, и, кроме того в них еще присутствует рентгеноаморфная фаза.

Использование РТ в комплексе минералогических исследований позволило решить принципиально важный вопрос о минеральной форме фосфора, особенностях ее микростроения в марганцевых рудах Порожинского месторождения.

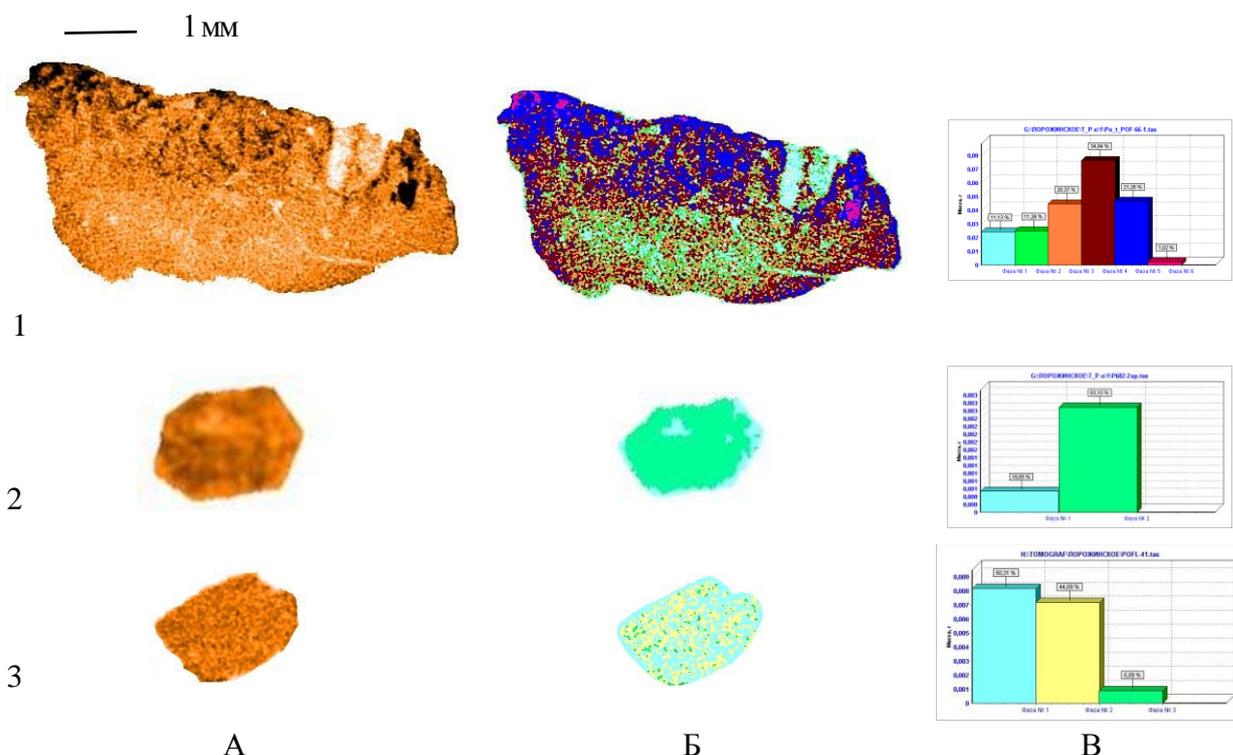


Рис. 12. Рентгенотомография руд Порожинского месторождения: 1 – рудный Fe-Mn агрегат с тонкой вкрапленностью апатита; 2 – сросток апатита с опалом и кварцем; 3 – апатит-кварц-опаловый агрегат. томограмма, обработка по «TomAnalysis» и гистограмма соотношения фаз (голубое – опал, желтое – кварц, зеленое – апатит, оранжевое, коричневое – гидроксиды железа и марганца; синее, красное – псиломелан-1 и-2.

Исследование технологических продуктов руд Порожинского месторождения.

Методом РТ было установлено, что у определенного количества рудных зерен разных классов крупности как в мытой, так и немой руде (до 30%) по периферии формируется окисленная зона 80-200 мкм пиролюзита, иногда образующая почти сплошную оболочку, тогда как центральная и основная часть зерен представлена псиломеланом, однако под бинокулярным микроскопом зерна выглядят как однородные, что сказывается на технологических показателях – приводит к «завышению» содержания рудного компонента. Для малофосфористой пробы в более тонких классах разница между немой и мытой рудой уменьшается и почти нивелируется, одновременно происходит раскрытие рудных агрегатов по границе зоны окисления пиролюзитового состава (наблюдаемая ширина 80-200 мкм) на поверхности зерен – измельчение руды до 1 мм дает такой же результат, как и операция «отмывки». На томограммах фосфористой пробы проявляется ее гораздо более сложный текстурно-структурный рисунок – заливообразные, сильно изрезанные границы минеральных фаз, тонкодисперсное срастание рудных минералов, значительная гетерогенность, поэтому (см. рис. 13) разница между мытой и немой фосфористой рудой во всех классах крупности практически отсутствует.

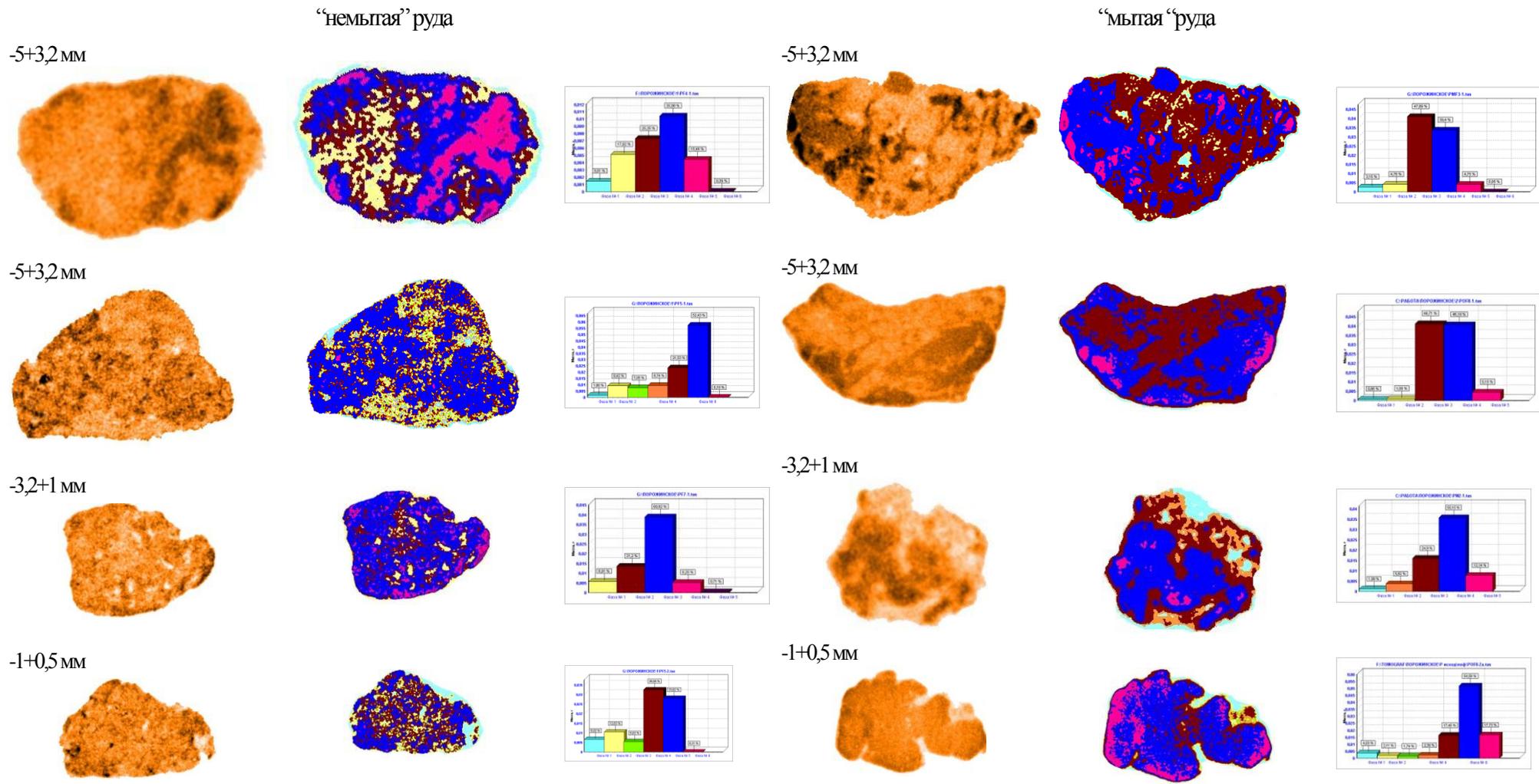
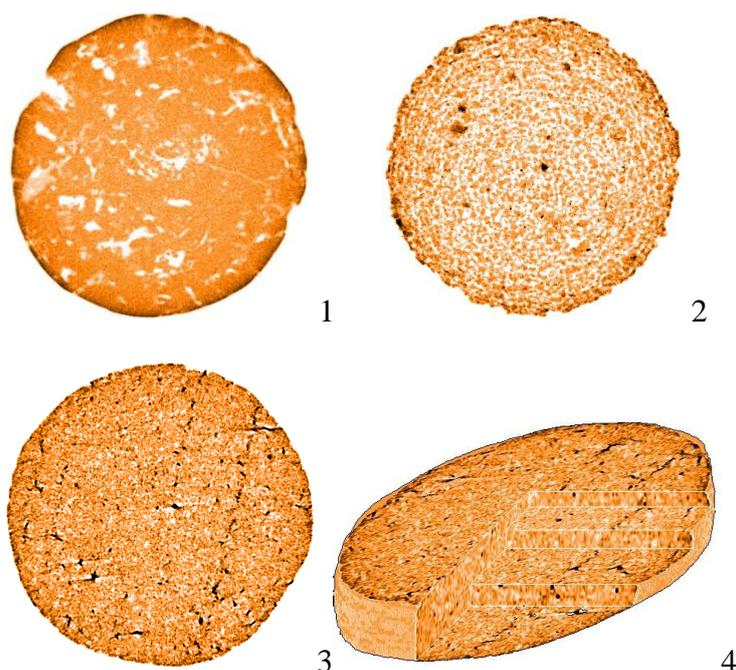


Рис. 13. Рентгенотомография окисленных марганцевых руд Порожинского месторождения, фосфористая проба: голубое – глинистые, опал, желтое – слабоокристаллизованный кварц с апатитом, зеленое - апатит (?), коричневое – гидроксиды железа (гидрогетит) и марганца; синее – псиломелан-I (+нсутит, рансьейт) и псиломелан-II (+криптомелан), малиновое и фиолетовое – пиролюзит (+якобсит).

Рентгеновская томография для исследования микроструктуры и состава нефтегазоносных пород, в том числе для оценки размеров крупных пор и каверн, ориентации трещин, при изучении строения пустотного пространства коллекторов и др.

На томограммах образцов керна водонасыщенного известняка (Волго-Уральская НГ провинция, рис.14-1) и сухого крупнозернистого песчаника (Крым, рис. 14-2) фиксируется структура пустотного пространства пород. Известковая порода достаточно однородна, ее пустотное пространство представлено вторичной пористостью в виде заполненных и незаполненных изолированных и связанных между собой микрокаверн и трещин, имеющих поперечные размеры несколько десятков мкм и более. Песчаник проявляет явно выраженную зернистость и обладает существенно более высокими фильтрационно-емкостными свойствами, пустотное пространство порового типа с размерами открытых пор единицы-десятки мкм, доля микрокаверн в общем объеме пустот невелик. Установлены сильнопоглощающие индивиды размером в десятки мкм, по значениям ЛКО являются сульфидами (пирит) и металлическими включениями (железо), что было подтверждено традиционным минералогическим анализом.

Томограмма керна плотного мелкозернистого песчаника со значительным количеством мелких (размером несколько десятков микрон и меньше) включений сульфидов (главным образом пирита) приведена на рис. 14-2 и трехмерное изображение к нему (рис. 14-4). Анализ изображений серии томограмм позволяет установить закономерность в распределении включений – линейно протяженные, предположительно вдоль разуплотненным зонам, ориентировано по трещиноватости, что особенно хорошо проявляется на трехмерной томограмме.



Разрешение томограмм можно повысить при насыщении керна рентгеноконтрастной по отношению к нефти и породе жидкости.

Рис. 14. Томограммы керна:
1- известняка; 2, 3 – песчаника;
4 – 3-х мерная-томограмма для образца В.

АЛМАЗЫ (природные и синтетические) – нерудное стратегическое сырье. Проведено изучение алмазоносных горных пород месторождений в Архангельской области (трубка им. В.Гриба) и в республике Саха-Якутия. Томограммы на рис. 14 и 15 демонстрируют отличие в микроструктуре кимберлитовых пород алмазных

С целью сравнения рентгеномографических характеристик алмаза и его имитаций, выявления внутренней структуры кристаллов, присутствия включений твердых фаз и идентификация их состава выполнено РТ-исследование ряда образцов (кристаллов, обломков и ограненных бриллиантов) природных, синтетических алмазов, их имитаций, в том числе эталонной коллекции синтетических аналогов алмаза GIA (Геммологического института США), которая включает самые распространенные имитации алмаза, используемые мировой ювелирной промышленностью.

Установленные значения ЛКО природных и синтетических алмазов значительно отличаются от ЛКО основных видов имитаций (табл. 4), даже от муассонита,

являющегося на сегодняшний день наиболее близкой к алмазу имитацией, т.е. алмаз легко и однозначно диагностируется методом РТ.

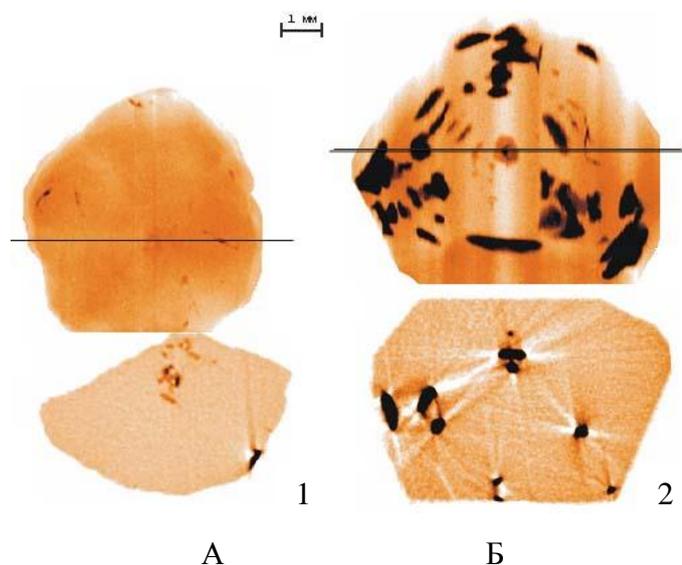


Рис. 15. Природный (1) и синтетический (2) алмаз: рентгенограмма (А) и томограмма (Б), указана линия сечения.

В исследованных алмазах по значениям ЛКО было выделено 5-8 главных групп включений. Исследование характера расположения включений в природных и синтетических алмазах (рис. 15) показало, что они распределяются в кристаллах неравномерно, и, скорее всего, приурочены к зонам роста. При этом в зонах разного цвета (соответственно, с разным содержанием и характеристикой дефектов) количество включений различно, это позволяет говорить о наличии различных генераций включений. Для синтетических алмазов было установлено, что включения представляют собой чешуйки вещества, иногда с кристаллографическими очертаниями, и ориентированы по зонам роста, преимущественно октаэдра.

Таблица 4. Данные РТ-исследования алмаза и его имитаций

Объект	Формула	α_3 (Cu-OC)	α_3 (Al-OC)
Алмаз природный	C	0,04	0,55
Алмаз синтетический	C	0,04	0,55
Муассонит	α -SiC	0,098	1,40
Фианит (кубич. цирконий)	(Zr, Hf)O ₂	0,87	12,44
Гадолиний-галиевый гранат (ГГГ)	Gd ₃ Ga ₅ O ₁₂	1,23	17,85
Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ)	(TR) ₃ Al ₂ [AlO ₄]	0,46	6,57
Титанат стронция	SrTiO ₃	0,53	7,58
Рутил (синт.)	TiO ₂	0,20	2,86
Шпинель (синт.)	MgAl ₂ O ₄	0,07	1,01
Корунд (синт., лейкосапфир)	Al ₂ O ₃	0,08	1,14

Ископаемые угли – энергетическое сырье. С целью типизации углей, изучения минеральной составляющей, отвечающей за зольность и сернистость, было проведено РТ-исследование каменных углей Хакасии. По значению ЛКО и морфоструктурным картинам на томограммах они подразделяются на три группы (рис. 16, табл. 5), что согласуется с данными оптической микроскопии (рис. 17), – дюрено-клареновые, дюреновые и клареновые.

Таблица 5. Данные РТ-исследования ископаемых углей (Хакаское месторождение)

Тип угля	Выделенные фазы, их α_3 (Al-OC) и содержание, в %							
	поры, микро-трещины	витринит, инертинит и экзинит	микрок-ты группы витринита	минералы-примеси в основной массе угля				
Дюрено-клареновый	<0,15	0,22-0,25	0,32-0,45	0,53-0,56	–	0,96-1,20	2,20-2,29	3,9
	5%	10%	60%	7-9%		10%	5%	0,5%
Дюреновый	<0,15	0,19-0,21	0,49-0,59	–	0,89-0,95	1,18	2,19	–
	<0,15	0,17-0,18	0,23-0,31	–	0,71-0,94	–	2,14	–
	<0,15	0,17-0,20	–	0,45-0,48	–	–	–	–
	<0,15	0,2-0,23	–	–	–	–	–	–
	<0,15	0,2-0,22	0,37-0,40	–	0,90	–	–	–
	5-14%	58-90%	1-2%		0,1-3%	0,1-0,2%	0,1-0,2%	
Клареновый	<0,15	0,17-0,19	0,21-0,28	0,56-0,59	–	–	–	–
	2%	28%	68%	2%				

Достаточно четко разделяются однородные по структуре угли на дюреновые и клареновые типы, установлено 5 минеральных фаз, в том числе слоистые алюмосиликаты, карбонаты и пирит – главная примесь, отвечающий за присутствие и количество серы в углях. В результате прогнозной оценки качества (см. главу 5) установлено: 1-ая группа микролитотипов; средняя зольность однородных дюреновых и клареновых углей не превышает 2,35-3,0%, тогда как у неоднородного дюрено-кларенового угля составляет 25-27%. Значимые минеральные примеси – пирит и сидерит.

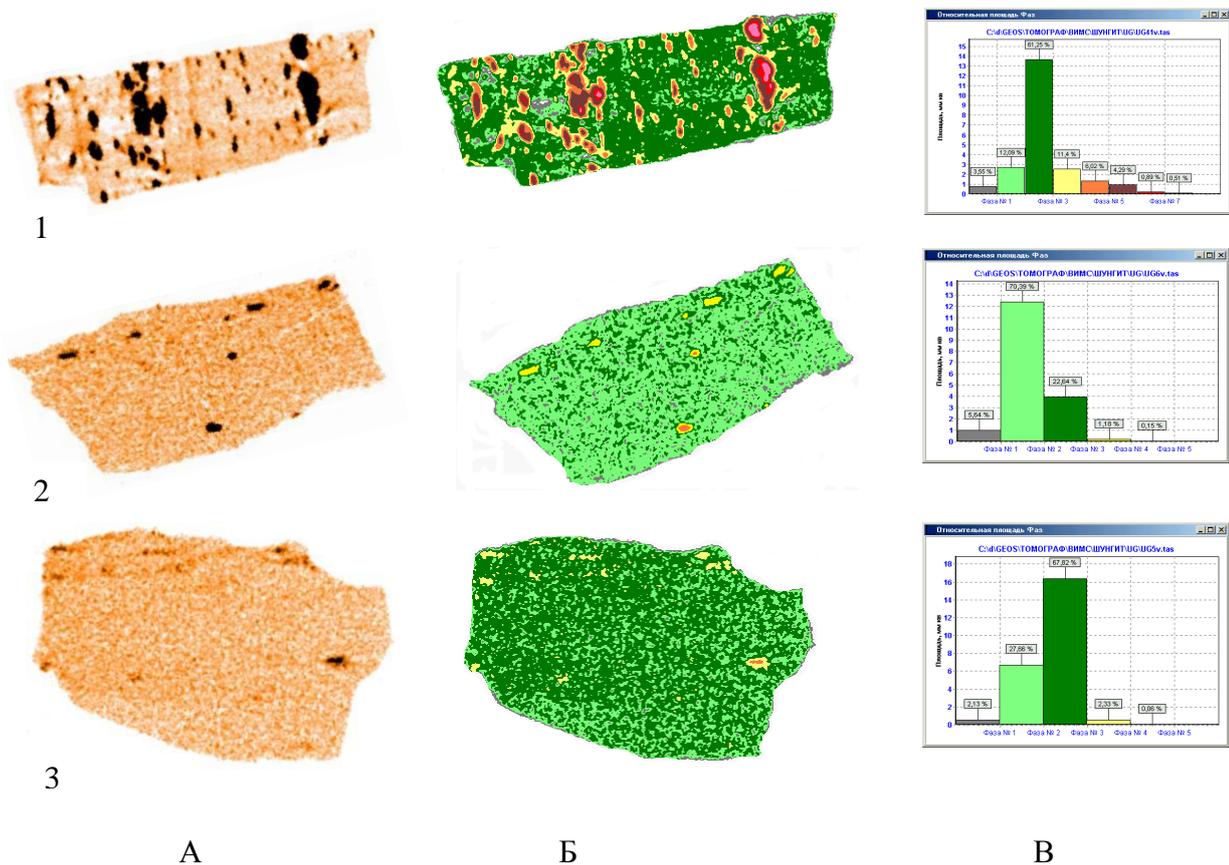


Рис. 16. Рентгенотомография углей, Хакасское месторождение: 1- неоднородного дюрено-кларенового высоким содержанием минеральных примесей, в т.ч. сидерита и пирита; 2 - однородного дюренового; 3 - однородного кларенового с включениями сидерита.

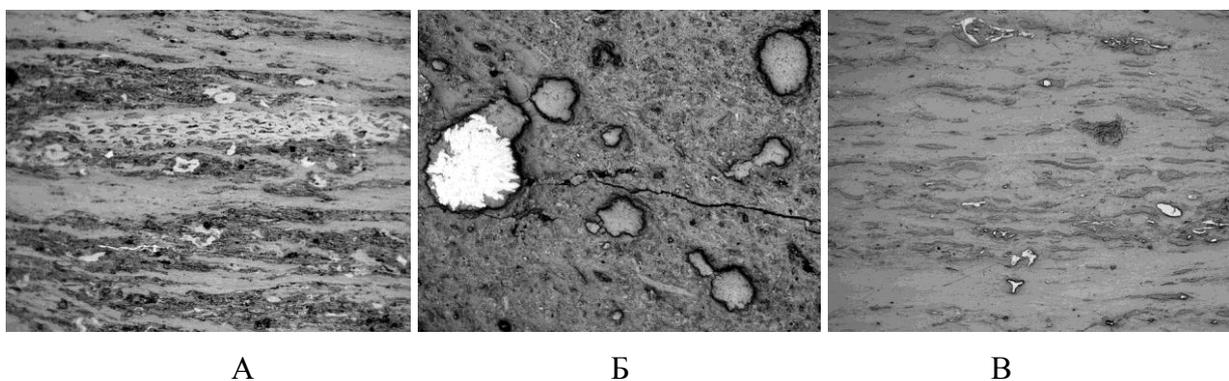


Рис. 17. Микроструктурные особенности углей, оптическая микроскопия. А – дюреново-клареновый уголь; Б – псевдоморфоза марказита (белое) по сидериту в однородном дюреновом угле; В – однородный клареновый уголь с включениями микрокомпонентов группы экзинита в основной гелифицированной массе (элемент кутикулы с характерным зубчатым строением), фрагмент макроспоры. *Отраженный свет, увел. 700, поле зрения 675x540 мкм.*

Таким образом, по данным РТ можно предварительно проводить типизацию углей и определять оптимальную крупность измельчения (по извлечению зольных микрокомпонентов), прогнозную зольность и сернистость (минеральная примесь) в технологических целях.

Техногенное минеральное сырье - металлургические шлаки. Снижение техногенной нагрузки на окружающую среду может быть достигнуто в том числе сокращением объема отходов металлургических предприятий за счет вторичной переработки по новым технологиям, обеспечивающим наиболее полное извлечение всех полезных компонентов. При прогнозировании технологических характеристик шлаков металлургического передела необходимо учитывать их существенные отличия от природных руд по составу и свойствам.

Среди специфических особенностей состава и строения – макроскопическая однородность; гранулометрический состав рудных фаз и сложный характер их срастаний как между собой, так и нередко со шлакообразующим материалом, приводящий к образованию неоднородных, часто ультратонких полиминеральных агрегатов; присутствие значительного количества рентгеноаморфных фаз; широко развитый изоморфизм минералов группы шпинелей, которые достаточно часто являются главными рудными минералами. Использование РТ позволило повысить эффективность минералогических исследований.

Никельсодержащие шлаки (полученные после электроплавки силикатного сырья).

Таблица 6. Металлургические шлаки (Ni).

Объекты	α (Cu-ос)	α (Al-ос)
Стекло-I	0,05-0,06	0,70-0,95
Стекло-II (матрица)	0,11-0,12	1,57-1,72
Зональный инд.:		
внеш. зона 120 мкм	0,19	2,71
внутр. зона 50 мкм	0,20 и 0,24	2,86 и 3,43
Фаза-1	0,24	3,43
Фаза-2	0,29	4,12
Фаза-3	0,30	4,30
Фаза-4	1,40	20,02

В стекловатой, визуально однородной матрице РТ-анализом установлены зональные включения, состоящие из нескольких фаз (рис. 18, табл. 6). Минералогическое изучение показало: основной фазой является треворит-магнезиоферрит (внутренняя зона), в различной степени замещенная (внешняя зона), промежуточными фазами оксидов железа.

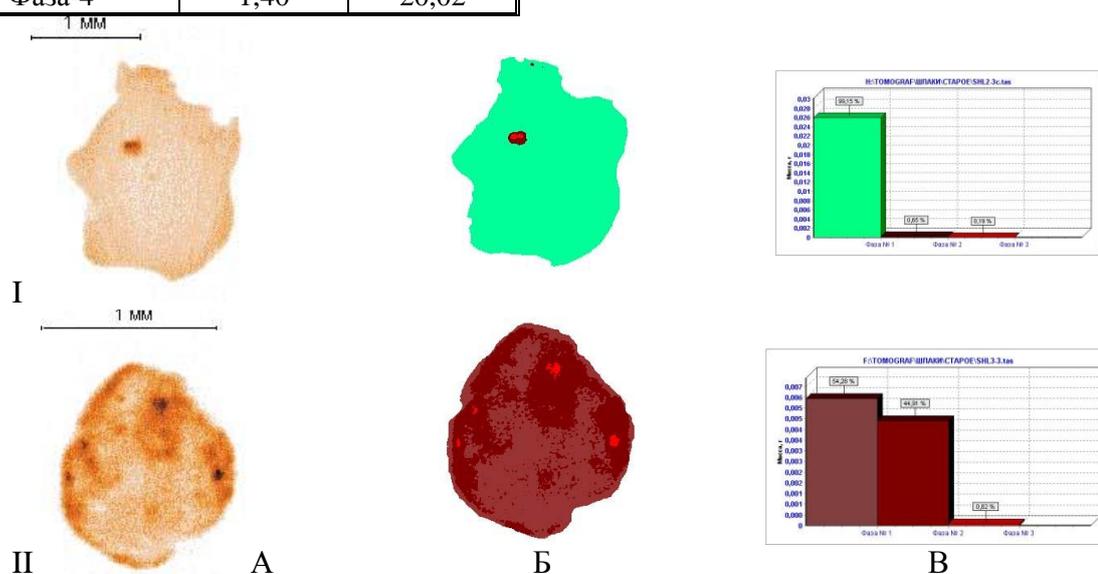


Рис. 18. Рентгенотомография никельсодержащих шлаков: осколок стекла черного цвета с двойной фазой треворит-магнезиоферрита в ореоле оксидов железа (I) и агрегат треворита буро-коричневого цвета, содержащий отдельные зерна магнезиоферрита (II).

Железосодержащие шлаки – рыхлый сыпучий материал коричнево-черного цвета с незначительным количеством плотных комковатых агрегатов и обломков октаэдрических кристаллов магнетита; более 80% материала имело крупность менее 0,2 мм. Эти шлаки были более сложными по составу и строению: их рудная составляющая представлена шпинелидами непрерывного изоморфного ряда шпинель-магнетит-хромит, диагностические линии которых недостаточно хорошо разрешимы на дифрактограммах (РФА). РТ-анализом в шлакообразующей матрице, диагностированной как железосодержащий оливин, четко наблюдалось пятнистое, каемчатое сложение агрегатов, имеющее явно вторичное происхождение, связанное с техногенными процессами. Эвтектические колонии, четко различимые на томограммах, являются подтверждением одновременного присутствия магнетита двух разновидностей (рис. 19). Зональность магнетита, фиксируемая на томограммах, как и в отраженном свете в искусственных шлифах-брикетах (рис. 20) может быть связана с частичным окислением магнетита, что приводит к образованию сильномагнитного минерала – маггемита $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, вследствие этого наблюдается тонкая переходная зональность изменений величин ЛКО. Вхождение в кристаллическую структуру шпинели *Ni* приводит к образованию собственной минеральной фазы – треворита, установленного РФА, что на томограммах фиксируется как сильнопоглощающие участки размером 10-30 мкм.

Установлена неоднородность внешне однородных зерен магнетита (рис. 21), выделено две его главных фазы, что может быть связано не только с теснейшим срастанием фаз, или с процессом окисления магнетита и частичным переходом его в маггемит, но и непрерывными изоморфными замещениями ферришпинелей, в том числе и гетерогенными по 2-х и 3-х валентным катионами.

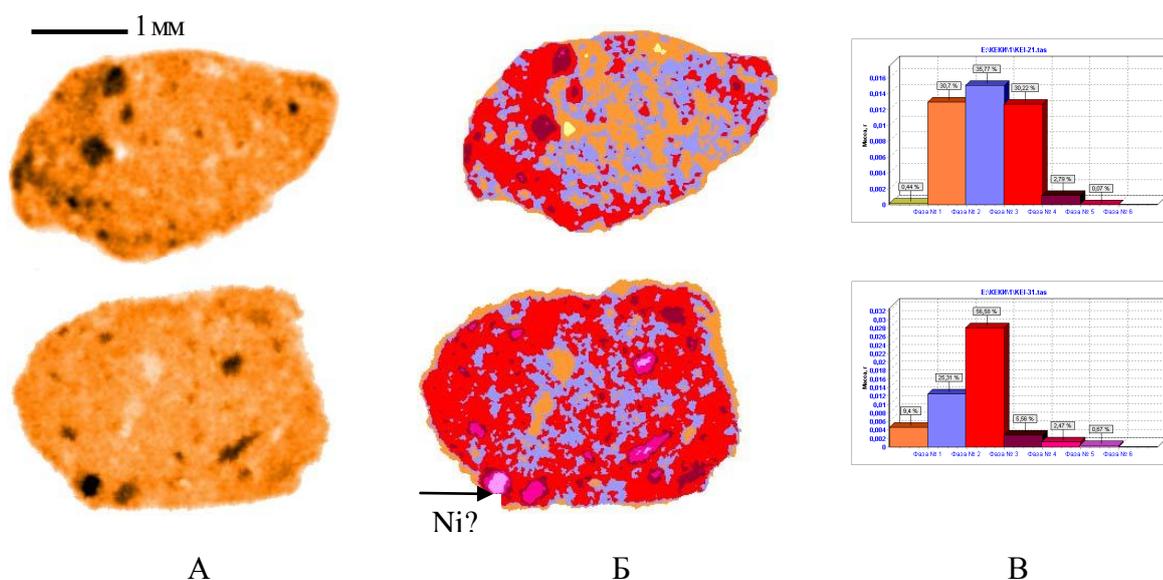


Рис. 19. Рентгенотомография агрегатов магнетита: оливин - оранжевое, две фазы магнетита - голубое и красное, две фазы треворита - коричневое и малиновое, треворит - сиреневое.

Таким образом, рентгеномография на начальном этапе исследований позволила выявить фазовую неоднородность и особенности строения, характер распределения основных полезных техногенных фаз в шлакообразующей массе, количественное соотношение выделенных фаз.

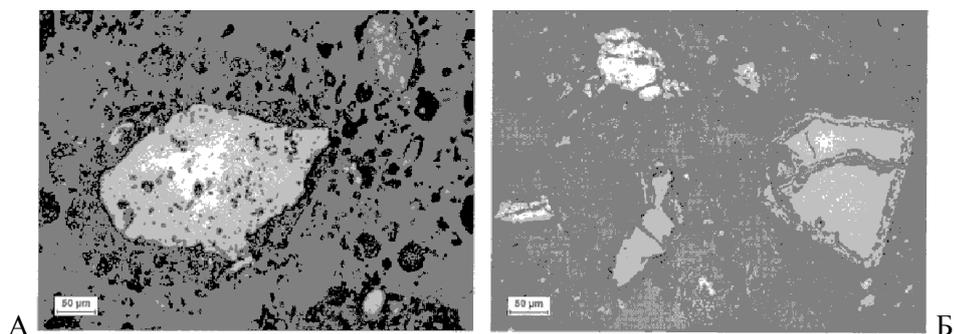


Рис. 20. Форма выделения магнетита, (искусств. полиров. шлифы: увел. x 50, николи –).

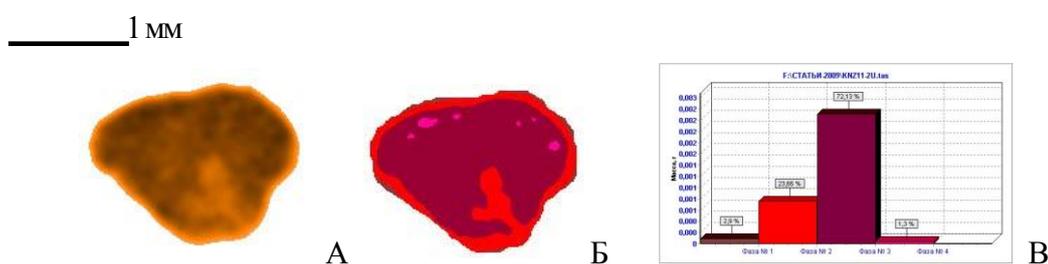


Рис. 21. Рентгеномография кристаллов магнетита в шлаках (красное и фиолетовое – магнетит).

Полученные данные позволяют дать прогнозную оценку технологических свойств металлургических шлаков – использование физических методов обогащения будет для них неэффективно, целесообразно использовать химические методы, принимая во внимание характер распределения и морфоструктурные характеристики техногенных фаз, гетерогенное строение основных рудных фаз треворит-магнезиоферрита и магнетита и их агрегатов.

Органогенные минералы (жемчуг), геммологические объекты, коллекционное сырье. Разработана новая методика диагностики жемчуга (органогенный минерал) неразрушающим РТ-анализом. В этих целях для жемчуга традиционно применялись эндоскопия, радиография и метод Лауэ; однако, эти методы не всегда эффективны. Метод РТ четко устанавливает различие в ЛКО и внутреннего строения натуральных, культивированных жемчужин и отличие их от имитаций (рис. 22, 23, табл. 7). На томограммах натуральных жемчужин всегда фиксируется концентрически-скорлуповатая зональность роста и отсутствие затравочной области в их центральной части.

Таблица 7. Данные РТ-исследования органогенных объектов и их имитаций

Объект	α_3 (Al-oc)
Жемчуг натуральный, накра	1,25-1,40
Жемчуг культивированный, накра	1,25-1,40
Перламутр створки моллюска	1,35-1,50
Стеклянная имитация жемчуга	0,73-0,88
Пластмассовая имитация жемчуга	0,28-0,50
Коралл природный	1,40-1,60
Пластмассовая имитация коралла	0,35-0,60
Кальцит (арагонит)	1,25-1,50
Стекло (кварц)	0,70-0,95

Метод РТ позволяет экспрессно, неdestructивно и информативно проводить:

1. Диагностику жемчуга, т.е. устанавливать: а) жемчужина это или имитация; б) какое происхождение имеет жемчужина – натуральное или культивированное; в) способ культивации (ядерный или безъядерный).
2. Измерять размер ядра и толщину культивированного слоя; выявлять наличие внутренних пустот.
3. Устанавливать химическую прокраску жемчуга.

Разработаны и утверждены Методические рекомендации НСОММИ № 145 «Диагностика жемчуга и его имитаций методом рентгеномографического анализа».

Рис. 22. Томограммы жемчуга и его имитаций: А – натуральный; В – культивированный «ядерный»; С – культивированный «безъядерный»; D – имитации жемчуга: 1) пластмасса, 2) «Майорка», стекло, видны пузырьки воздуха, 3) «Шелл» (shell-pearl), когда на ядро, выточенное из створки моллюска, нанесен слой лака жемчужной эссенции (внешний тонкий слой, отличающийся высокими значениями ЛКО).

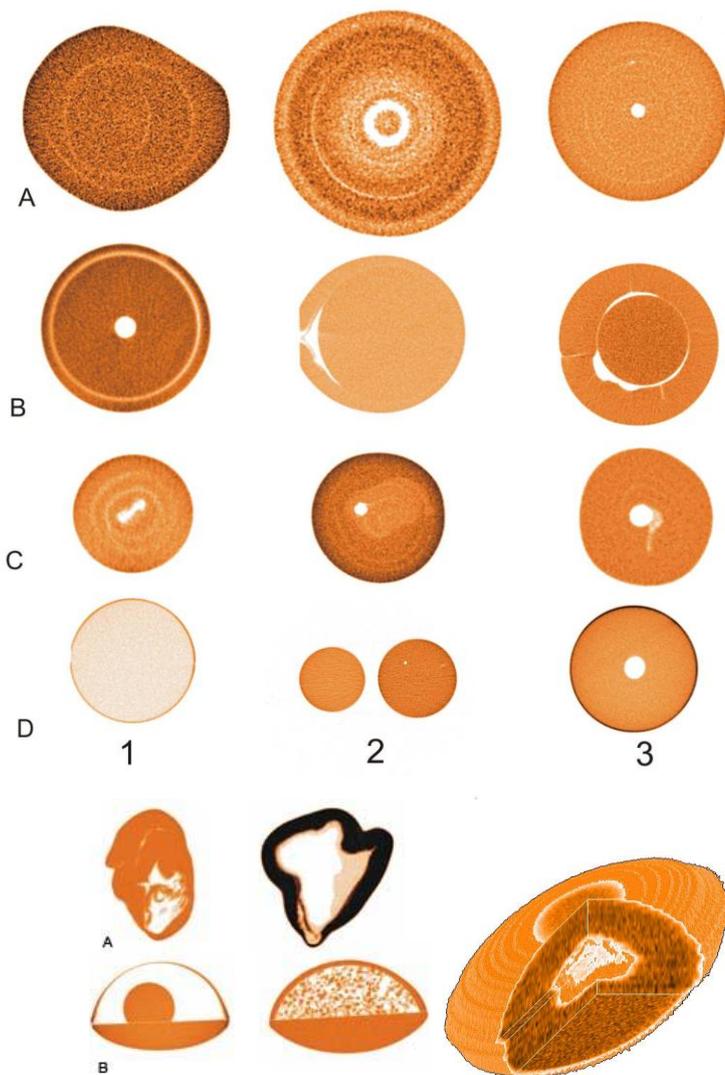


Рис. 23. Томограммы: А – Кешу-жемчуг, В – Мабэ, составной жемчуг, С – 3D-томограмма, видны концентры и область начала роста в центре жемчужины.

Корунд (рубин) ювелирного качества. Перед методом РТ была поставлена задача неdestructивно определить инородные включения в образцах флюсового рубина фирмы Chatham из Минералогического музея им. А.Е. Ферсмана РАН. На основе полученных томограмм были неdestructивно: выявлены инородные включения и проведена их диагностика, установлены естественная ориентация (по граням дитригональной призмы под углом 120°) и размер включений, варьирующий от 30 до 150 мкм. Включения представлены преимущественно реликтами флюса, частицами железа и свинца (рис. 24).

Таким образом, метод РТ применим для решения задач прикладной геммологии.

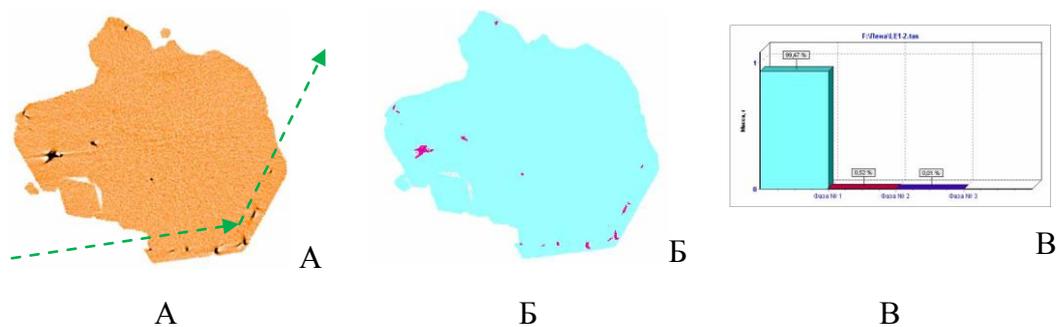


Рис. 24. РТ-исследование кристалла флюсового рубина фирмы Chatham (1,5 x 1 x 0,5 см), зеленый пунктир на томограмме флюсового рубина – локализация инородных частиц вдоль грани дитригональной призмы кристалла корунда. Корунд (Al_2O_3) –голубое, инородные включения металлических частиц (в т.ч. флюса) – красное - 0,28-0,52 масс.% Fe(?), синее – 0,01масс.% Pb(?).

В главе 5 рассмотрены вопросы комплексирования рентгентомографического анализа с другими методами минералогических исследований.

Комплексирование рентгентомографии с методами оптической микроскопии для исследования ископаемых углей. В результате исследования углей ряда месторождений России (Ростовский уголь Донецкого бассейна, Хакасский уголь Кузбасского бассейна); бурого угля (Кузбасский бассейн) и продуктов их обогащения с участием автора была разработана методика прогнозной оценки их качества и степени обогатимости, которая основана на использовании минералогических критериев, устанавливаемых методами оптической микроскопии и РТ. Методика позволяет оперативно получать информацию на ранних этапах подготовки месторождения к разведке, при эксплуатации для контроля за технологическими процессами.

Критерием оценки качества и определения направлений промышленного использования углей является степень их обогатимости. Существуют стандартные минералогическо-петрографические методы определения обогатимости: фракционного анализа (ГОСТ 100100-84), трудоемкий, затратный и длительный; петрографический (ГОСТ 18384-73), метод определения минерального вещества (ГОСТ 29086-91), который предусматривает деминерализацию угля сильными кислотами (HCl, HF), экстрагирование нерастворимой части минерального вещества и расчет показателей на зольность исходного угля на базе определения состава и морфоструктурных характеристик минеральных примесей.

Поскольку на обогатимость углей большое влияние оказывают состав, форма и характер распределения минеральных включений: зольность и сернистость угля зависят, первую очередь, от присутствия минеральных примесей, в том числе потенциально ценных (TR, Mo, U и др.) и токсичных (Hg, Pb, S, P и др.), то минеральный состав, морфоструктурные характеристики и неоднородность распределения породообразующих минералов в значительной степени определяют технологические параметры обогащения и переработки угля, а также экологические характеристики, т.е. в конечном итоге качество угля.

Минералогическими критериями обогатимости углей являются:

- тип и соотношение групп микролитотипов;
- присутствие органоминеральных сростков и форменных компонентов;
- количественное соотношение мацеральной и минеральной составляющих углей;
- состав минеральной составляющей углей - количество минеральных примесей по группам (слоистые алюмосиликаты, сульфиды, кварц, карбонаты, прочие):
 - а) главные минералы, определяющие зольность углей,
 - б) формы нахождения серы и фосфора, отвечающие за качество углей,
 - в) формы нахождения полезных (промышленно ценных) и вредных компонентов, определяющие качество углей;
- морфоструктурные характеристики минералов углей:
 - а) массовый гранулярный состав минералов, определяющий крупность измельчения углей, при которой может быть достигнуто максимальное раскрытие конкретных породообразующих минералов,
 - б) морфометрические характеристики минералов, определяющие степень раскрытия органоминеральных сростков;
- присутствие сульфидов (пирита), их гранулярный состав и основной(ые) класс(ы) раскрытия;
- общая прогнозная зольность (в процентах).

Оптико-минералогическим и рентгенотомографическим методами определяют: количество и соотношение групп микролитотипов, наличие органоминеральных сростков, зольность; по данным оптико-геометрического анализа устанавливают распределение сульфидной минерализации, средний размер зерен сульфидов (прежде всего пирита), класс крупности их раскрытия. Затем по данным параметрам определяется прогнозная степень обогатимости исследуемых углей.

Проводят РТ-анализ, поскольку нет необходимости изготовления полированных шлифов (аншлифов-брикетов), и по его результатам отбирают наиболее информативные образцы (их участки) для дальнейших исследований методами оптической микроскопии.

Рентгенотомографическим методом устанавливают: мацеральный и минеральный состав (количественный); прогнозную общую пористость, наличие органоминеральных сростков, их количество, морфоструктурные характеристики породообразующей части углей, гранулярный состав зерен сульфидов, прогнозную зольность как суммарное количество минеральных примесей и зольности органоминеральных сростков.

Методами оптической микроскопии устанавливают: мацеральный и минеральный состав (количественный), присутствие форменных микрокомпонентов и их количество, наличие, размеры, тип органоминеральных сростков и их количество по типам,

морфоструктурные характеристики породообразующей части углей, минеральные примеси разделяют на группы: сульфиды, кварц, карбонаты, глинистые минералы и прочие для групп минеральных примесей - характер распределения и взаимоотношение минералов с форменными микрокомпонентами, морфометрические характеристики.

Оптико-геометрический анализ проводится для сульфидов (пирита), определяют: морфометрические характеристики минеральных примесей и органоминеральных сростков, гранулярный состава минеральных примесей, в том числе средний размера зерен сульфидов (пирита), степень раскрытия минералов, прогнозную зольность как суммарное количество минеральных примесей и зольности органоминеральных сростков.

При обработке указанных видов анализа руководствуются следующим:

- Органические микрокомпоненты разделяют на 3 группы по ГОСТ 18384-73:
 - 1) с содержанием фюзинита до 30%;
 - 2) с содержанием инертинита 30-70%;
 - 3) с содержанием инертинита более 70%.
- Присутствующие в углях минеральные примеси разделяют на группы по ГОСТ 18384-73: сульфиды, кварц, карбонаты, глинистые минералы, прочие (если есть).
- Прогнозная зольность определяется как общее количество минеральных примесей, усредненное по результатам анализов, выполненных двумя методами.

Определение качества и степени обогатимости бурых углей (юг Кузнецкого угольного бассейна). По органолептическим характеристикам уголь – витрен-кларенового литотипа.

Рентгеномографическим исследованием гелифицированной массы угля установлено два типа мацерал, значительно отличающихся значениями ЛКО, соответственно 60% и 30% (рис. 25-1,2, табл. 8). Фиксируется микропористость углей <5%, размер пор не превышает 0,001 мм. Главные минеральные примеси пирит (до 1,5%) и гидроксиды железа (до 6,0%).

Таблица 8. Рентгеномографическое исследование бурых углей

Тип угля	Выделенные фазы, их α , (Al-OC) и содержание, в %.						
	Витрен-клареновый	<0,15 до 5%	0,32-0,45 60-65%	0,53-0,56 30-35%	0,80 <2%	1,7-1,9 до 6%	3,96-4,2 10%
	поры	витринит	инертинит	кварц	гидроксиды Fe	пирит	пирротин

Органоминеральных сростков не установлено. Сульфиды (пирит) - в незначительном количестве (0,06-0,1%), распределены в угле крайне неравномерно. Зерна пирита почти однородны (рис. 25-3), иногда в них отмечаются зоны до 0,03 мм повышенных значений ЛКО, диагностированные как пирротин. Минеральных примесей промышленно ценных компонентов не выявлено. Установленные параметры: вторая группа микролитотипов, отсутствие органоминеральных сростков в материале крупностью <1 мм, общая низкая

пористость (менее 5%), средняя зольность 5,5%; низкая сернистость (содержание пирита <1,5%), минералов фосфора не установлено. Класс раскрытия сульфидов -0,074+0,01мм.

Опико-минералогические исследования.

Мацеральная составляющая – основная гелифицированная бесструктурная органическая масса (60-80%), практически утратившая следы растительного происхождения, в подчиненном количестве присутствуют форменные элементы, представленные фюзинизированными остатками растительного происхождения (менее 10%), локально установлены включения сульфидов, иногда - «сухие» микротрещины. Определяется 2 вида микрокомпонентов, которые отнесены ко 2-й группе микролитотипов: витринит (до 55%) и инертинит (до 35%).

Минеральная составляющая угля составляет ~25%. Представлена слоистыми алюмосиликатами, кварцем, полевым шпатом, баритом, анатазом; карбонаты не установлены; рудные минералы (пирит, марказит, пирротин, ярозит) присутствуют в весьма незначительном количестве – не более 1%; самородная сера <1%, каолинит до 10%.

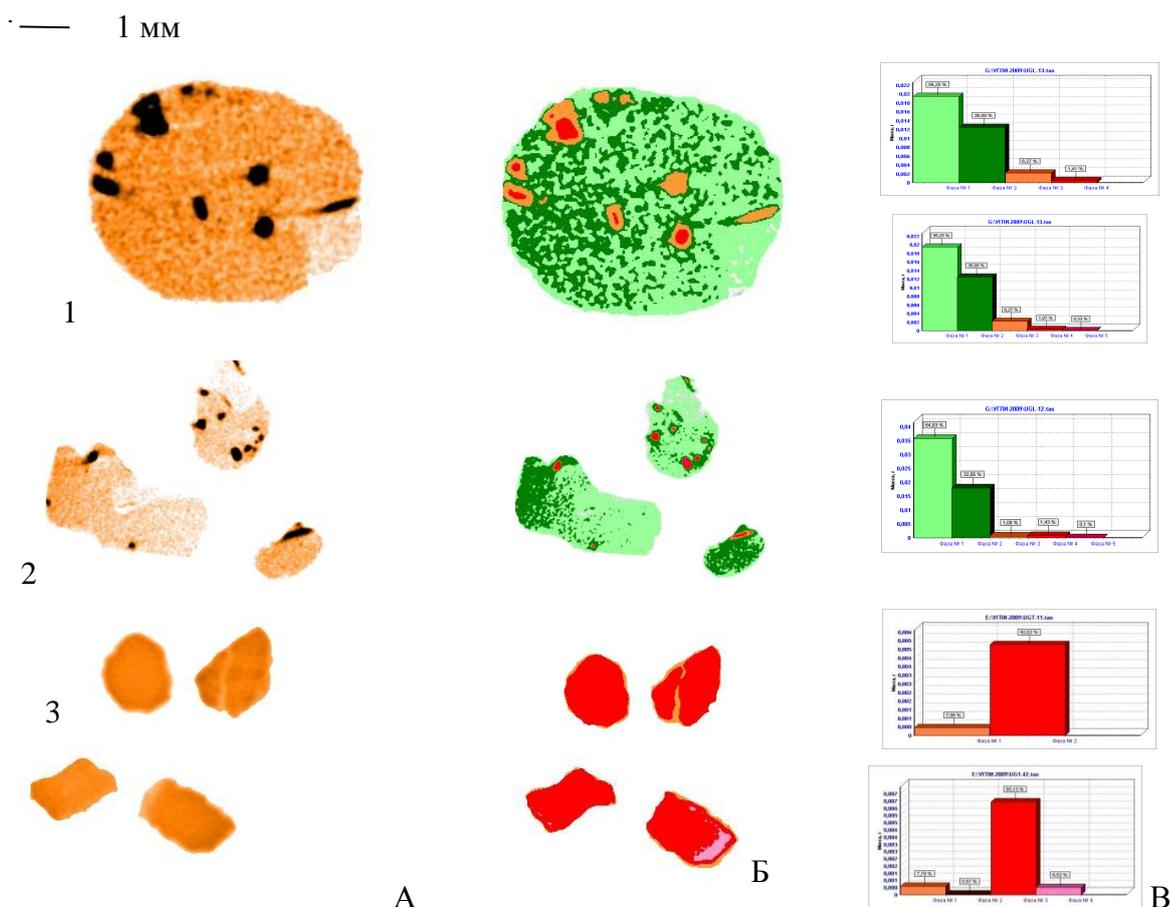


Рис. 25. Рентгенотомография угля (1, 2) и зерен пирита из них (3): гелифицированная основная масса – светло-зеленое, зеленое; пирит – красное; оксиды-гидроксиды железа – рыжее, предположительно пирротин - сиреневое.

Пирит представлен двумя генерациями. С ранней стадией углефикации связан пирит-I– сингенетический, возможно раннедиагенетический, представленный зернами кубической, панидиоморфной и округлой формы, неравномерно рассеянными в угле. Пирит-II образовался в более поздние стадии углефикации, вероятно эпигенетический, тесно ассоциирует с марказитом и, как правило, образует прожилки различной мощности. Органоминеральные сростки практически не наблюдаются. В материале крупностью менее 1 мм содержание органоминеральных сростков рудных минералов значительно меньше 1% , то их можно сконцентрировать во фракции плотностью более 2,9 г/см³.

Опτικο-геометрическим анализом установлен средний размер зерен пирита 0,006 мм; масса зерен пирита размером менее 0,044 мм составляет 0,056%; основная масса минерала сосредоточена в материале крупностью -0,074+0,01мм – основной класс раскрытия (рис. 26). Пирит обеих генераций имеет одинаковые морфоструктурные параметры (табл. 3), т.е. будет иметь одинаковое поведение в технологических процессах. Изрезанность 0,598 указывает на форму зерен, близкую к изометричной, что является благоприятным для их раскрытия.

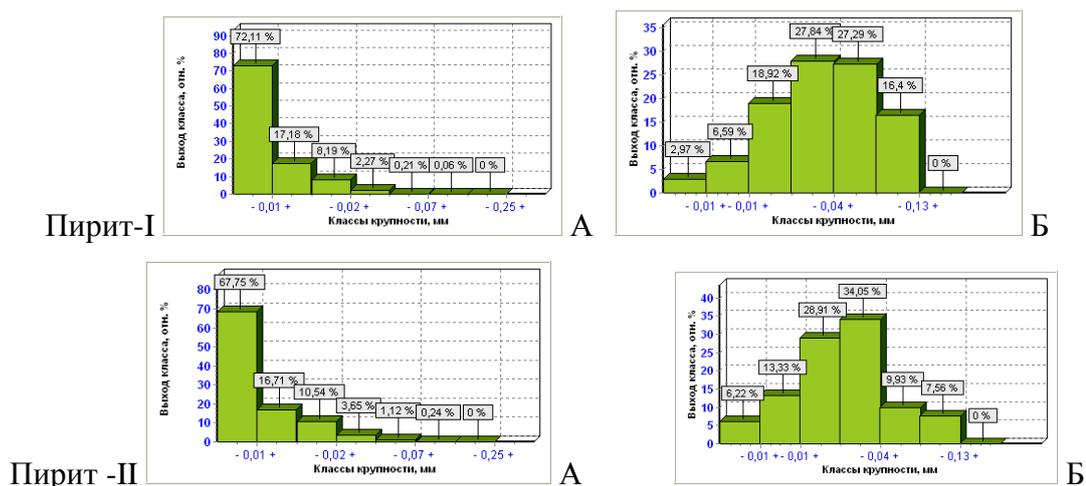


Рис 26. Гранулометрический состав пирита по классам крупности (А – количественный, Б – массовый).

Таблица 9. Гранулярный состав и морфометрические характеристики пирита в угле

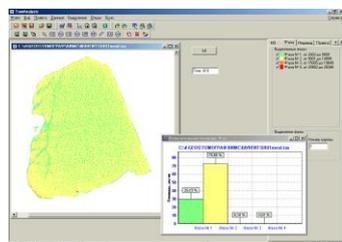
Минерал, проба	Содержание, %	Изрезанность	Размерность, мм			Удлинение
			мин.	средн.	макс.	
пирит (1)	0,029	0,598	0,001	0,006	0,107	2,28
пирит (2)	0,029	0,598	0,001	0,006	0,107	2,28

Заключение: угли высокого качества (низкосернистые, низкозольные), стадия метаморфизма БД – переходная от бурых углей к каменным. Степень обогатимости по данным определена как средняя, приближающаяся к легкой.

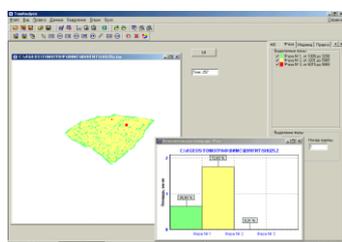
Шунгитовые породы - нетрадиционное минеральное сырье для экологических целей.

РТ в комплексе минералогических методов для определения фазового состава и структурных особенностей исходной породы и термомодифицированных шунгитовых сорбентов (ШС).

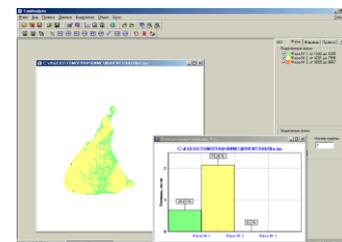
Углеродсодержащие шунгитовые породы – уникальный по составу и структуре природный композит: равномерное распределение высокодисперсных кристаллических силикатных частиц в аморфной углеродной матрице. Перспективны для использования как



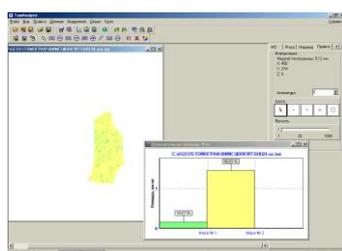
Исходная шунгитовая порода



Термообработана при 411°C



Термообработана при 528°C



Термообработана при 750°C

комплексный сорбент, катализатор или носитель катализаторов, обладающий одновременно свойствами углеродных и силикатных материалов; применяются для очистки сточных вод (от нефтепродуктов и фенолов) и газовых выбросов.

РТ изучены вещественный состав, текстурно-структурные характеристики и их изменения при температурном воздействии на первичное сырье исходной шунгитовой породы Ш разновидности Зажогинского месторождения (Карелия) и ШС, полученные из нее дроблением и фракционированием до класса крупности $-5,0 + 2,5$ мм, термически модифицированные при температурах 411, 528 и 750⁰С. Определены минеральные фазы, характер и зональность распределения углеродистой и кремнистой составляющих (рис. 7, табл. 10). Четко различаются фазы шунгита и кварца, в исходной породе в незначительном количестве до 2% присутствует пирит. Установлены особенности микростроения и предложена модель преобразования шунгитовой породы в процессе термомодификации. С увеличением температуры термообработки уменьшение доли углеродистого вещества происходит зонально, одновременно с «разрыхлением» всего вещества; при 528⁰С установлено два диапазона значений ЛКО, носящихся к кварцу, что может быть связано с его новой генерацией за счет преобразования слоистых алюмосиликатов.

Рис. 27. Рентгенотомография шунгитовой породы и модифицированных продуктов: углеродистое вещество - зеленое; кремнистое вещество - желтое, фазы сульфидов (пирит) - оранжевое, красное.

Таблица 10. Данные РТ-исследования шунгитовой породы и модифицированных продуктов

Диапазон α_3/Al Фаза	Расчет α_3/Al	Природный шунгит	ШС-411°C	ШС-528°C	ШС-750°C
Углерод	0,35-0,50	0,50-0,52	0,48-0,52	0,43-0,52	0,30-0,50
Кварц (крист).	0,73-0,90	0,76-1,02	0,60-0,78	0,49-0,53 0,62-0,68	0,60-0,98
Пирит	3,90-4,08	3,50			

Океанические руды - железомарганцевые образования и глубинные полиметаллические сульфидные руды Мирового океана. Рентгеномографический анализ в комплексе современных методов минералого-аналитических исследований. Сложность изучения ЖМО связана с тем, что многие минералы присутствуют в них в весьма небольшом количестве – менее 1%, и не могут быть обнаружены методами РФА и ИК-спектроскопии, поскольку такие содержания находятся ниже порога чувствительности данных методов; ряд минералов Fe и Mn находятся в рентгеноаморфном состоянии по причине высокой дисперсности ЖМО, кроме того, при исследовании РФА имеет место наложение диагностических полос их дифракционных пиков. Методами световой оптики обычно исследуются морфоструктурные особенности руд и определяется их качественный минеральный состав, но оптические константы некоторых минералов марганца имеют близкие значения, что может не позволить проводить их достоверную диагностику.

Методом РТ исследованы образцы железомарганцевых конкреций (ЖМК), корок (КМК) и глубинных полиметаллических сульфидных руд (ГПС). Томограммы дают четкое представление о характере взаимоотношения минералов в конкрециях и корках, разделяя рудную и нерудную составляющие, однако не всегда удается четко фиксировать границы отдельных слоев, особенно очень тонких, что связано с их строением (рис. 28), трехмерный томографический образ железомарганцевой конкреции приведен на рис 29. Метод РТ позволяет оперативно устанавливать пористость и потенциальную сорбционную емкость агрегатов; присутствие фаз, с которыми связаны тяжелые металлы; с высокой степенью достоверности разделять рудные и нерудные (породообразующие) минералы; проводить прогнозную оценку качества как потенциальной руды.

Метод РТ включен в состав комплекса методов исследования океанических руд (Методические рекомендации НСОММИ «Современные методы изучения минерального состава глубинных полиметаллических сульфидных руд Мирового океана»), используют:

- 1) после первичного изучения океанических руд методами световой оптики (оптической микроскопии), когда установлены сложные или проблемные участки с точки зрения получения информации об объекте исследования в целом, для уточнения полученных данных и морфоструктурных характеристик;
- 2) на последующих стадиях изучения для детализации установленных особенностей и деталей строения;
- 3) при неоднозначности результатов, полученных другими физико-аналитическими методами, для уточнения диагностики.

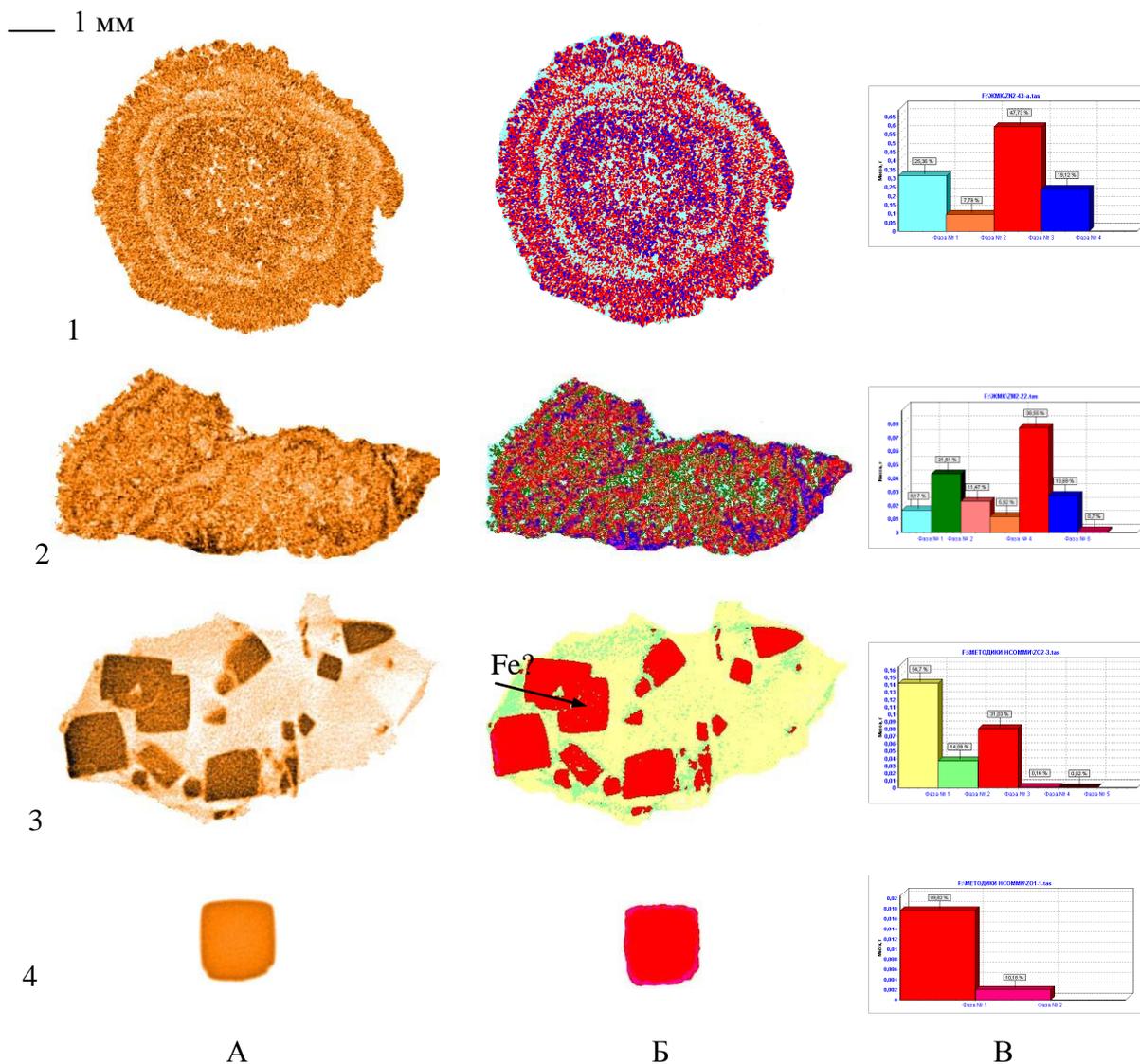


Рис. 28. Рентгенотомография океанических руд: 1) – конкреция ЖМК, 2)- корка КМК, 3 – ГПС, 4 – кристалл пирита, ГПС; слева направо: томограмма, разделение на фазы по TomAnalysis и гистограмма их процентного соотношения (голубое – породообразующие минералы, оранжевое – гидроксиды железа и марганца, красное, синее, малиновое – оксиды железа и марганца; возможно самородное железо (стрелка).

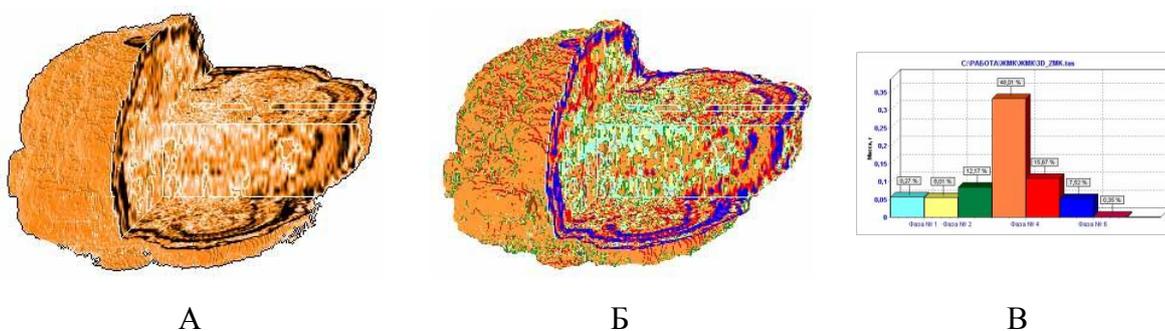


Рис.29. Трехмерная томограмма железомарганцевой конкреции, усл. обозначения см. рис. 28.

Заключение

В представленной работе автором решена важная народнохозяйственная проблема, обеспечивающая оперативность и достоверность исследования природного и техногенного минерального сырья в целях воспроизводства и расширения минерально-сырьевой базы страны.

Проведенные многолетние исследования, направленные на разработку ядерно-геофизического метода рентгеновской томографии позволили получить следующие результаты.

1. Разработаны методические и технологические основы метода рентгеновской томографии для исследования геологических (горных пород, руд, минералов), техногенных минеральных и других объектов.

2. Разработаны методические основы разработки оригинального минералогически ориентированного программного обеспечения для проведения исследований фазовой и структурно-текстурной микронеоднородности вещества, которое скомплексировано с методом анализа изображений.

3. Проведена апробация метода рентгеновской томографии на различных видах минерального и техногенного сырья, включая тонкодисперсное труднообогатимое и нетрадиционное: руды черных и цветных металлов, ископаемые угли, шунгитовые породы, алмазоносные породы, природные и синтетические алмазы, металлургические шлаки, жемчуг, кораллы. Дифференцированы фазы и установлены их морфоструктурные характеристики. Объективность результатов подтверждена проведением комплекса физических исследований данных объектов методами оптической микроскопии, рентгенографического фазового анализа, электронной микроскопии.

4. Метод рентгеновской томографии введен в комплекс физических методов исследования природного и техногенного сырья, разработаны принципы комплексирования метода с методами оптической микроскопии.

5. Разработана методика исследований марганцевых руд вулканогенного, вулканогенно-осадочного генезиса и океанических руд методом рентгеновской томографии.

6. Рентгеновская томография предложена как неdestructивный метод диагностики в геммологии, в том числе алмаза (бриллианта), жемчуга, коралла, синтетического раствор-расплавного рубина для определения качества, локальных неоднородностей и инородных включений методом рентгеновской томографии. Разработана методика диагностики жемчуга методом рентгеновской томографии.

7. Методом рентгеновской томографии установлены минералогические особенности карбонатных марганцевых руд Усинского и Тыньинского месторождений, влияющие на их поведение в технологических процессах.

8. Методом рентгеновской томографии в марганцевых рудах Порожинского месторождения установлены особенности морфологии минеральной формы фосфора – апатита, что обуславливает трудности его извлечения в процессах глубокого обогащения.

9. Установлены фазовые эвтектики в металлургических шлаках, влияющие на их технологические свойства.

10 Разработаны минералого-технологические критерии оперативной прогнозной оценки качества ископаемых углей.

Список публикаций по теме диссертации

Статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ

1. Применение рентгеновской вычислительной микротомографии для изучения внутреннего строения природного и культивированного жемчуга // Геоинформатика. 2000, № 2 С. 27-31 *Соавторы:* Козорезов Е.В., Самородский П.Н., Хозяинов М.С.
2. Использование метода рентгеновской вычислительной микротомографии при изучении шлаков металлургической переработки руд цветных металлов// Геоинформатика. 2001, №2 С. 53-55. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Ожогин Д.О., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С.
3. Рентгенотомография карбонатных марганцевых руд Тыньинского месторождения // Руды и металлы. 2001, №4 С. 53-60. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Броницкая Е.В., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С.
4. Анализ и выбор способов переработки металлургических шлаков // Цветные металлы, 2002, № 8, С. 26-29. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Броницкая Е.С., Ануфриева С.И., Хозяинов М.С.
5. Комплексование минералогических и физико-химических методов при изучении шунгитовых сорбционных материалов // Геоинформатика, 2002. №3, С. 43-48. *Соавторы:* Крылов И.О., Луговская И.Г., Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
6. Минералого-технологическая оценка карбонатных марганцевых руд с помощью рентгенотомографического анализа // Геоинформатика 2002, № 4, С. 28-31. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
7. Рентгенотомографический анализ карбонатных марганцевых руд // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2002, том 68, № 8. С. 21-26 *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Кузьмин В.И., Хозяинов М.С.
8. Рентгеновская вычислительная микротомография: возможности метода при исследовании минерального сырья // Вестник КРАУНЦ. Серия науки о Земле, 2004. №4. С. 21-34.
9. Метод рентгеновской вычислительной томографии в исследовании геологических объектов // Геоинформатика. 2004, № 1. С.3-14. *Соавторы:* Хозяинов М.С., Зинченко С.В., Козорезов Е.В.
10. Определение технологических параметров и прогнозной обогатимости энергетических углей методами технологической минералогии // Разведка и охрана недр, 2010. №1. С. 54-57. *Соавторы:* Ануфриева С.И., Ожогина Е.Г.
11. Применение методов технологической минералогии для оценки степени обогатимости углей // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал) 2010. № 7. С. 163-164. *Соавторы:* Ожогина Е.Г.
12. Перспективы применения технологии кучного выщелачивания для переработки труднообогатимых марганцевых руд // Разведка и охрана недр, 2011. №8. С. 44-49. *Соавторы:* Соколова В.Н., Ануфриева С.И., Темнов А.В., Борзых О.С.
13. Метрологическое обеспечение минералогических исследований полезных ископаемых: состояние и перспективы // Разведка и охрана недр, 2012. №1. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Мошкова М.В.

Нормативно-методические документы

14. Методические рекомендации (МР) НСОММИ № 145 «Диагностика жемчуга и его имитаций методом рентгеномографического анализа» / Утверждены НСОММИ. М.: ВИМС, 2001, 15 с. *Соавторы:* Осипов М.Л., Хозяинов М.С.
15. Методические рекомендации (МР) НСОММИ № 146 «Рентгеномографический анализ карбонатных марганцевых руд» / Утверждены НСОММИ. М.: ВИМС, 2001, 19 с. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Броницкая Е.В., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С.
16. Инструкция для пользователя по обработке изображений с помощью программы «TomAnalysis» / Утверждена ГНЦ РФ ВНИИгеосистем. М.: ВНИИгеосистем. 2003. 44 с. *Соавторы:* Зинченко С.В., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С.

Публикации статей и материалов докладов

17. Место РВМТ в современном комплексе аналитических методов исследования минерального сырья // В сб. Геологическое изучение и использование недр / М.: Геоинформцентр. 2003. Вып. 5, 6. С. 38-53.
18. Применение рентгеновской вычислительной микротомографии в технологической минералогии / Матер. годичной сессии МО ВМО «120 лет со дня рождения академика А.Е.Ферсмана». ИГЕМ РАН-ММ им. ак. А.Е.Ферсмана Москва: ВИМС, 2003. С. 134-135.
19. Особенности внутренней структуры органогенных минералов (жемчуг, коралл): методика диагностики / Матер. годичной сессии МО ВМО «120 лет со дня рождения академика А.Е.Ферсмана». ИГЕМ РАН-ММ им. ак. А.Е.Ферсмана Москва: ВИМС, 2003. С. 135-137.
20. Рентгеновская вычислительная микротомография как метод стереологического анализа / Матер. годичного собрания МО РМО «Минералогические исследования в решении геологических проблем». Москва, 14 декабря 2005 г. М.: ИГЕМ РАН. 2005. С. 38-53.
21. Диагностика жемчуга методом рентгеновской вычислительной микротомографии // Мир измерений, 2004. № 2(34). С.12-17.
22. Комплексная диагностика жемчуга с применением метода рентгеновской вычислительной микротомографии // Вестник геммологии. 2001, № 1. С.11-15. *Соавторы:* Осипов М.Л., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С.
23. Изучение органогенных объектов методом рентгеновской вычислительной микротомографии на примере природного и культивируемого жемчуга // Известия Секции наук о Земле РАЕН. 2000, Вып. 5. С. 150-154 *Соавторы:* Козорезов Е.В., Самородский П.Н., Хозяинов М.С.
24. Минералогические особенности карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения // Известия Секции наук о Земле РАЕН, 2002. Вып. 9. С. 190-196. *Соавторы:* Ожогина Е.Г.
25. Минералогические критерии технологической оценки энергетических углей // В сб. Геологическое изучение и использование недр / М.: Геоинформцентр, 2003. Вып. 5, 6. С.33-38. *Соавторы:* Ожогина Е.Г.
26. Перспективы использования рентгеномографии в технологической минералогии / Материалы IV Конгресса обогатителей стран СНГ. Т. II. 19-21 марта 2003 г. С. 231-233 *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Луговская И.Г., Хозяинов М.С., Ожогин Д.О.
27. Технологическая минералогия карбонатных марганцевых руд Тынынского месторождения / Минералогия Урала-2003. Мат. IV Всерос. совещ. Миасс, 2003. Т. 1. С. 282-285 *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Кривошеков Н.Н.
28. Рентгеновская вычислительная микротомография - неразрушающий метод структурного и фазового анализа // Мир измерений, 2003. №10(32). С.12-17. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
29. Стереологические методы технологической оценки углей / Сб. Тез. докл. XI Всерос. угольного совещания. Ростов-на-Дону, 15-17 ноября 2005 г. Р-на-Д: ВНИГРИуголь. 2005. С. 72-74. *Соавторы:* Ожогина Е.Г.

30. Минералогические критерии технологической оценки энергетических углей // Известия Секции наук о Земле РАН, 2005. Вып. 13. С. 73-78. *Соавторы:* Ожогина Е.Г.
31. Компьютерная автоматическая система анализа рентгеномографических и оптических изображений / В сб. трудов кафедры общей и прикладной геофизики. М.: РАН, 2007. С. 217-228. *Соавторы:* Зинченко С.В., Хозяинов М.С.
32. Рентгеновская вычислительная микротомография – эффективный метод идентификации минеральных включений в синтетических и природных алмазах // Известия Секции наук о Земле РАН, 2008. Вып. 18. С. 105-121. *Соавторы:* Дорохова Г.И., Посухова Т.В.
33. О возможности прогнозной оперативной оценки качества рудного сырья методом рентгеномографии // Молодой ученый, 2009. № 12. С. 125-127.
34. Морфоструктурный анализ руд черных металлов методом рентгеномографии / Сб. матер. Российского семинара по технологической минералогии «Новые методы технологической минералогии при оценке руд металлов и промышленных минералов» / Петрозаводск: КНЦ РАН, 2009. С. 40-45. *Соавторы:* Сычева Н.А., Ожогина Е.Г.
35. Тонкодисперсные железомарганцевые океанические руды – объект исследования рентгеномографии // Международный минералогический семинар «Минералогическая интервенция в микро- и наномир», Сыктывкар, 2009. Сыктывкар: ИГ Коми НЦ УрО РАН, 2009. С. 419-421. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
36. О возможности оперативной оценки качества минерального сырья при решении технологических задач методом рентгеномографии // Георазрез (ЭНИ), 2009. Вып. №3 (5): http://georazrez.unidubna.ru/site/issues/2009/3-5/issue_3-5.php. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
37. Применение методов технологической минералогии для определения степени обогатимости углей / Матер. XII Всерос. угольного совещания «Инновационные направления изучения, оценки и эффективного использования минерально-сырьевой базы твердых горючих ископаемых». Ростов-на-Дону, 27-29 апреля 2010 г./ Р-на-Д: ВНИГРИуголь. 2010. С. 109-112. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Ануфриева С.И.
38. Исследование железомарганцевых образований мирового океана методом рентгеномографии // Георазрез (ЭНИ), 2010. Вып. №2 (7). http://georazrez.unidubna.ru/site/issues/2010/2-7/issue_2-7.php. *Соавторы:* Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.
39. Минералогические исследования при геологоразведочных работах на глубоководные полиметаллические сульфиды / Минералогические перспективы: Матер. Межд. минералогического семинара. Сыктывкар: ИГ Коми НЦ УрО РАН, 2011. С. 246-248. *Соавторы:* Ожогин Д.О., Ожогина Е.Г., Рогожин А.А.
40. X-Ray Computer Microtomography for Geological Investigation / Abstr. XIX Int. Symp. “NEC’2003”. Sept. 15-20, 2003, Varna, Bulgaria. JINR, 2003 P. 35. *Co-author:* Khoziainov M.S.
41. Using of X-Ray Computer Tomography, X-Ray- and UV-Spectroscopy for identification of flux-synthetic ruby material / Proc. VI Int. Symp. “Provenance and Properties of Gems and Geo-Materials” / Hanoi, Oct. 17-24, 2010. P. 84-86. *Co-authors:* Sorokina E.S., Moroshkin V.V., Rassulov V.A., Ozhogina E.G.
42. X-rays Computed tomography for organogenous minerals (pearl and coral) internal structure Investigation / Proc. VI Int. Symp. “Provenance and Properties of Gems and Geo-Materials” / Hanoi, Oct. 17-24, 2010. P. 86-88.