

Министерство образования и науки Российской Федерации

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Уральский государственный горный университет»



В. З. Козин

ОПРОБОВАНИЕ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Научная монография

Екатеринбург – 2011

УДК 622.7.09 (075.8)

К 59

Рецензент: *Рубинштейн Ю. Б.*, директор по научной работе
Института обогащения твердого топлива, д-р техн.
наук, профессор.

В. З. Козин

К 59 Опробование минерального сырья: научная монография / В. З. Козин; Урал. гос. горный ун-т. Екатеринбург: Изд-во УГГУ, 2011. 316 с.
ISBN 978-5-8019-0268-5

Монография содержит теорию опробования, основанную на асимметричных распределениях массовой доли в точечных пробах. Изложение структурировано в соответствии с технологией опробования: описаны опробуемые массивы с изложением эффектов опробования, описаны технологии и принципы отбора проб от неподвижных и движущихся масс, технологии подготовки и анализа проб. Рассмотрены организация опробования и погрешности результата, а также взаимодействия поставщика и потребителя. Описаны вопросы измерения масс, влажности, плотности и грансостава, а также технологический и товарный балансы.

Особенностью монографии являются многочисленные примеры расчетов, позволяющие понять как сами расчеты, так и новые понятия, используемые автором.

Для технологов обогатительных фабрик, работников отделов технического контроля и студентов вузов, обучающихся на специализации «Обогащение полезных ископаемых».

Рис. 151. Табл. 36. Библиогр. 97 назв.

УДК 622.7.09 (075.8)

ISBN 978-5-8019-0268-5

© Уральский государственный
горный университет, 2011
© Козин В. З., 2011

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	9
Глава 1. ОПРОБОВАНИЕ – ТЕХНОЛОГИЯ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ	11
1.1. Определяемый массив	11
1.2. Определяемые величины	12
1.3. Опробование – необходимая технология измерения определяемых величин	13
1.4. Основные погрешности опробования.....	15
1.5. Среднеквадратичное отклонение или погрешность (воспроизводимости)	16
1.6. Оценка величины систематической погрешности	20
1.7. Общая схема опробования	21
Глава 2. ПРИНЦИПЫ ПРАВИЛЬНОГО ОПРОБОВАНИЯ	24
2.1. Систематическая погрешность – трудноопределяемая и труднопредсказуемая погрешность опробования	24
2.2. Неоднородность опробуемых массивов	25
2.3. Равнопредставительность кусков опробуемого массива в точечной пробе – первый принцип опробования	26
2.4. Равнопредставительность элементов опробуемого массива в объединенной пробе – второй принцип опробования.....	28
2.4.1. Расчет числа точечных проб	30
2.4.2. Дисперсия точечных проб	31
2.4.3. Известные варианты расчета числа точечных проб	34
2.5. Фундаментальная закономерность опробования	35
Глава 3. ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПРОБУЕМЫХ МАССИВОВ	38
3.1. Распределение массовой доли в опробуемом массиве	38
3.2. Особенности средневзвешенных величин, среднеквадратичных отклонений и коэффициентов вариации	42
3.3. Экспериментально получаемые распределения массовой доли в точечных пробах	47
3.4. Теоретические распределения	52
3.4.1. Распределение массовой доли в точечных пробах при покусковом опробовании продуктов, не содержащих сростков	52
3.4.2. Покусковая дисперсия – фундаментальная характеристика опробуемого массива	53
3.4.3. Распределение массовой доли в точечных пробах, состоящих из n_r кусков.....	55

3.4.4. Покусковая дисперсия для сростков.....	60
3.4.5. Экспериментальное определение величин \bar{a} , и b	62
3.5. Роль распределений в опробовании.....	63
Глава 4. ЭФФЕКТЫ ОПРОБОВАНИЯ, СВЯЗАННЫЕ С АСИММЕТРИЕЙ РАСПРЕДЕЛЕНИЙ	64
4.1. Необъяснимые результаты.....	64
4.2. Вероятная систематическая погрешность.....	66
4.2.1. Причина возникновения.....	66
4.2.2. Вычисление вероятной систематической погрешности.....	68
4.2.3. Связь вероятной систематической погрешности со случайной.....	70
4.3. Методическая погрешность.....	71
4.3.1. Причина возникновения.....	71
4.3.2. Приближенная практическая оценка методической погрешности.....	74
4.4. Ураганные пробы или исключительные показатели.....	76
Глава 5. ОТБОР ПРОБ ОТ НЕПОДВИЖНЫХ И ПЕРЕГРУЖАЕМЫХ МАСС	78
5.1. Отбор точечных проб в природном массиве.....	78
5.1.1. Отбор проб с поверхности забоя.....	78
5.1.2. Отбор проб в объеме рудного тела.....	82
5.2. Отбор проб от неподвижных добытых масс.....	85
5.2.1. Способ вычерпывания.....	85
5.2.2. Инструменты для отбора проб вычерпыванием.....	86
5.2.3. Горстевой способ. Способ молотка и совка. Рудоконтролирующие станции.....	91
5.3. Отбор проб от перегружаемых масс.....	94
5.3.1. Перелопачивание или выборочный способ.....	94
5.3.2. Перегрузка и дисковый пробоотбиратель.....	95
5.4. Правила безопасности при отборе проб от неподвижных масс.....	97
Глава 6. ОТБОР ПРОБ ОТ ПОТОКОВ	99
6.1. Способы отбора проб от потоков.....	99
6.2. Способ поперечных сечений.....	99
6.2.1. Реализация способа.....	99
6.2.2. Пробоотбиратели, реализующие способ поперечных сечений.....	100
6.2.3. Системы отбора, транспортировки и подготовки проб кусковых продуктов.....	106
6.2.4. Системы отбора и транспортировки проб пульпы.....	108

6.2.5. Пробоотбиратели, отбирающие пробу способом поперечных сечений с отбойкой точечных проб малой массы	111
6.3. Способ продольных сечений	112
6.3.1. Реализация способа.....	112
6.3.2. Связь средневзвешенного значения массовой доли со среднеарифметическим	115
6.3.3. Рудоконтролирующие станции на конвейере	116
6.3.4. Возможности определения систематической погрешности рентгенорадиометрического опробования потоков	117
6.3.5. Поточные анализаторы для пульпы.....	119
6.3.6. Масса анализируемой точечной пробы при выделении проб способом продольных сечений.....	121
6.3.7. Пробоотбиратели, отбирающие пробы малой массы	122
6.4. Комбинированный способ. Отбор проб от больших потоков пульпы	122
6.5. Погрешность отбора проб.....	123
6.6. Правила безопасности при отборе проб.....	124
Глава 7. ПОДГОТОВКА ПРОБ	125
7.1. Основные операции подготовки проб	125
7.2. Дополнительные операции подготовки проб	127
7.3. Выполнение операций подготовки проб	128
7.4. Схемы подготовки проб	136
7.5. Расчет случайной погрешности подготовки пробы	142
7.5.1. Минимальная масса тщательно перемешанной пробы ..	142
7.5.2. Расчет минимальной массы для тщательно перемешанных продуктов. Сростки отсутствуют	144
7.5.3. Расчет минимальной массы для тщательно перемешанных продуктов. Сростки есть	146
7.5.4. О формуле Ричардса-Чечотта	148
7.5.5. Погрешность сокращения или погрешность, связанная с изменением массы пробы	149
7.5.6. Случайная погрешность подготовки пробы	151
7.5.7. Примеры расчета случайной погрешности подготовки пробы.....	151
Глава 8. АНАЛИЗ ПРОБ	155
8.1. Виды анализа и используемые навески	155
8.2. Элементный анализ	156
8.2.1. Виды элементного анализа	156
8.3. Минералогический анализ	159

8.3.1. Приближенно-количественный минералогический анализ. Аппаратура «Минерал С7» и «Видео-мастер»...	159
8.3.2. Полный количественный минералогический анализ.....	165
8.3.3. Аппаратурные методы диагностики и количественного определения минералов	166
8.3.4. Вспомогательные методы анализа	170
8.3.5. Химический фазовый анализ	170
8.3.6. Погрешности минералогического анализа.....	171
8.4. Составляющие погрешности анализа проб.....	172
8.5. Систематическая погрешность анализа.....	176
8.6. Случайная погрешность анализа.....	177
8.6.1. Случайная погрешность отбора навески для анализа.....	177
8.6.2. Расчет случайной погрешности отбора (выделения) навески для анализа	178
8.6.3. Об объективных отличиях навесок друг от друга.....	181
8.6.4. О результатах межлабораторного эксперимента.....	184
8.7. Допустимые отклонения результатов анализа	186
8.7.1. Назначаемые отклонения	186
8.7.2. Обоснование допустимых отклонений результатов анализа и методическая погрешность.....	188
8.8. Анализ с использованием корреляции компонентов.....	194
8.9. Вероятная систематическая погрешность анализа.....	195
8.10. Использование операций обогащения проб.....	196
8.11. Автоматизированные системы аналитического контроля (АСАК)	198
8.12. Уравнения для рентгеновского флюоресцентного анализа	201

Глава 9. ОРГАНИЗАЦИЯ ОПРОБОВАНИЯ И ПОГРЕШНОСТИ

РЕЗУЛЬТАТА	205
9.1. Организация опробования	205
9.2. Систематическая погрешность результата опробования	207
9.3. Случайная погрешность результата опробования.....	211
9.3.1. Полная формула случайной погрешности результата опробования	211
9.3.2. Расчет случайной погрешности результата опробования	214
9.3.3. Расчет случайных погрешностей реализованных систем опробования	222
9.3.4. Экспериментальное определение случайных погрешностей операций отбора, подготовки и анализа проб	228
9.3.5. Пример экспериментального определения случайных погрешностей опробования	231

Глава 10. ПОСТАВЩИК-ПОТРЕБИТЕЛЬ	235
10.1. О взаимоотношениях поставщика с потребителем минерального сырья.....	235
10.2. Установление допустимых пределов случайных погрешностей.....	236
10.3. Выявление и устранение систематической погрешности	236
10.4. Выявление и учет вероятной систематической погрешности	238
10.5. Выявление и учет методической погрешности	239
10.6. Рекомендуемые правила.....	240
Глава 11. ИЗМЕРЕНИЕ МАСС, ВЛАЖНОСТИ, ПЛОТНОСТИ И КРУПНОСТИ	242
11.1. Способы измерения масс. Прямое взвешивание	242
11.2. Косвенное измерение массы.....	242
11.3. Измерение насыпной плотности	243
11.4. Погрешность косвенного измерения массы.....	244
11.5. Измерение плотности твердого	246
11.6. Измерение влажности.....	249
11.7. Измерение плотности пульпы	250
11.8. Измерение крупности	252
11.9. Минимальная масса пробы для определения гранулометрического состава	257
Глава 12. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ БАЛАНС	260
12.1. Технологический баланс – расчетный способ определения трудноизмеряемых показателей	260
12.2. Решение систем технологического баланса. Основные формулы.....	261
12.3. Общий метод расчета схем	266
12.4. Расчет смешанных схем	273
12.5. Погрешность определения расчетных показателей	275
12.6. Особенности систем уравнений технологического баланса.....	279
12.7. Использование избыточной информации при расчете схем обогащения	282
12.8. Вероятная систематическая погрешность расчетных показателей	285
Глава 13. ТОВАРНЫЙ БАЛАНС	287
13.1. Основные положения по составлению товарного баланса	287
13.2. Особенности использования накопленных показателей	288
13.3. Невязка товарного баланса	289
13.4. Систематическая погрешность невязки	293

13.5. Случайная погрешность невязки.	
Расчет допустимой невязки.....	294
13.6. Об упрощенных оценках допустимой невязки.....	299
13.7. Товарное извлечение	300
13.8. Связь технологического и товарного извлечений	302
13.9. Методическая погрешность невязки	303
13.10. Вероятная систематическая погрешность невязки	305
13.11. Корректировка товарного баланса.....	305
Заключение	307
Литература.....	309

ВВЕДЕНИЕ

Опробование всегда было необходимой процедурой определения наличия и количества какого-либо компонента в минеральном сырье.

Только с помощью опробования определяют важнейшие характеристики минеральных продуктов, такие как их качество, осуществляют все экономические расчеты между поставщиками и потребителями, а также управление качеством как поступающей руды, так и продуктов ее переработки, составляют документы, связанные с их приемом и отгрузкой.

Но само по себе опробование не является безупречной процедурой, поэтому методическим проблемам его выполнения придается большое значение. Разработаны стандарты опробования для большинства минеральных продуктов, в последнее время объединяемых в единые международные стандарты ИСО.

Однако наличие стандартов либо методик не исключает постоянно возникающих вопросов либо несообразностей при выполнении опробования на предприятиях. Эти вопросы возникают, в частности, при развитии техники опробования — с внедрением анализаторов массовой доли в потоке, но наиболее ярко они проявляются при выполнении повторных опробований одних и тех же продуктов и при составлении материальных балансов. Характерный пример описан в работе [1]. Один и тот же продукт — золотосодержащая руда — опробован различными вариантами отбора проб, и получены сильно отличающиеся друг от друга результаты, г/т:

Бороздовое опробование руды в массиве	0,77–1,02
Точечное опробование 23,1 т добытой рудной массы в кузовах автосамосвалов	2,5–3,4
Опробование перевезенной руды в штабеле 12 точечными пробами ...	6,8
Опробование измельченной до –8 мм руды по 14 пробам	5,03
Массовая доля золота по балансу металла:	
в продуктах обогащения отсадкой.....	20,7
в том числе в концентрате с его выходом 5 %	75,4
и в хвостах.....	16,8–17,8

Определение массовой доли во всех пробах осуществлялось пробирным анализом на навесках массой 50 г.

Этот пример характерен еще и тем, что все варианты опробования дали заниженный по отношению к последнему варианту результат. Это эффект настолько распространен, что постоянно публикуются статьи, связанные с обсуждением расхождений результатов опробования с другими данными.

Качество опробования часто связывают с расчетом какого-либо параметра опробования, например, массы пробы или числа точечных проб. Однако результат опробования предопределяется всей технологией отбора, подготовки и анализа проб, а также свойствами опробуемого продукта. Поэтому только понимание этих свойств и особенностей, а также расчет и анализ всей технологии опробования могут обеспечить должное качество опробования или объяснить

неожиданный результат. В опробовании существуют свои законы, принципы и расчетные формулы. Знание этих законов, соблюдение принципов и расчет промежуточных и конечных результатов позволяют осуществлять опробование с необходимым или допустимым качеством.

Теория опробования, сложившаяся к настоящему времени, в данной книге изложена таким образом, чтобы сохранилась доступность для понимания практическими работниками предприятий. С этой же целью использование всех формул сопровождается примерами расчетов.

Вопросы опробования минерального сырья на обогатительных фабриках освещены в работах отечественных исследователей [2-10]. Большинство сведений по опробованию излагается в статьях, в том числе зарубежных, а также сосредоточено в международных и отечественных стандартах.

Излагаемый материал содержит общую теорию опробования, в том числе принципы правильного опробования, асимметричные распределения массовой доли в точечных пробах, фундаментальные закономерности и числовые характеристики, эффекты опробования, связанные с асимметрией распределений, и формулы расчета случайной, вероятной систематической и методической погрешностей опробования, а также особенности расчетов технологического и товарного балансов. Приводятся также сведения и оценки о технике отбора, подготовки и анализа проб; изложение сопровождается описанием интенсивно развивающихся вариантов опробования без отбора проб, а лишь выделением их в опробуемом массиве чувствительным полем датчика.

Книга может быть полезна как работникам обогатительных фабрик, так и научным работникам и студентам вузов.

**ОПРОБОВАНИЕ – ТЕХНОЛОГИЯ
ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ**

1.1. Опробуемый массив

Для решения разнообразных задач, связанных с получением (покупкой), переработкой и передачей (продажей) минерального продукта, на любом горно-обогатительном предприятии необходимо знать свойства этого продукта. Эти свойства приписываются всегда определенной части (порции) продукта, ограниченной в пространстве и времени. Это может быть некоторое количество руды, концентрата или другого минерального продукта, называемого партией, блоком, складированной массой, отвалом и т. п., находящейся в контейнерах, вагонах, бункерах, складах, сгустителях, в карьерах после взрыва в виде отвала, в рудном теле в виде намечаемого к добыче блока и т. п. Эта часть продукта имеет границы в пространстве.

Но во многих случаях эта часть может находиться в движении в виде потока, для которого в пространстве ограничены только размеры сечения на конвейере или в трубопроводе, а границы, определяющие начало и конец массы, свойства которой необходимо знать, указать в пространстве нельзя. Но эти границы легко установить во времени, указав начало и конец интервала времени, в течение которого масса проходит некоторую точку в пространстве.

Таким образом, нас могут интересовать свойства продукта, представленного вариантами *a* и *b* (рис. 1.1).

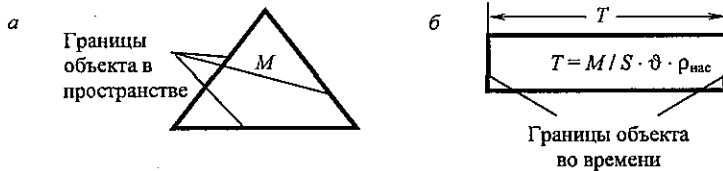


Рис. 1.1. Варианты объектов, подлежащих определению их свойств:
a – объект, ограниченный границами в пространстве;
b – объект, ограниченный границами во времени

Естественно объект, имеющий границы в пространстве, характеризовать массой M , а объект, ограниченный границами во времени, – контрольным периодом T , эквивалентным его массе, так как масса

$$M = \rho_{нас} \cdot S \cdot v \cdot T.$$

Здесь S – площадь сечения потока;

$\rho_{нас}$ – насыпная плотность материала в потоке на конвейере или в трубопроводе;

v – скорость потока.

Контрольные периоды T на обогатительных фабриках обычно измеряются часами, сменами, сутками.

Назовем объект, для которого необходимо получить информацию о его свойствах, *опробуемым массивом*. Опробуемый массив должен иметь границы и характеризоваться либо массой M , либо контрольным периодом T .

1.2. Определяемые величины

Несмотря на бесконечное разнообразие опробуемых массивов, количество определяемых величин, необходимых для подавляющего большинства работ, невелико, а именно:

M – влажная масса, а также сухая масса $M_{\text{сух}}$;

W – влажность;

α – массовая доля (устаревшее название «содержание»);

K – количество компонента в продукте (например, золы, золота, меди, асбеста).

Особенностью этих величин является то, что они характеризуют опробуемый массив в целом. Это значит, что масса M и $M_{\text{сух}}$ и количество компонента K приписываются опробуемому массиву в установленных границах, а влажность и массовая доля являются его средними характеристиками (рис. 1.2).

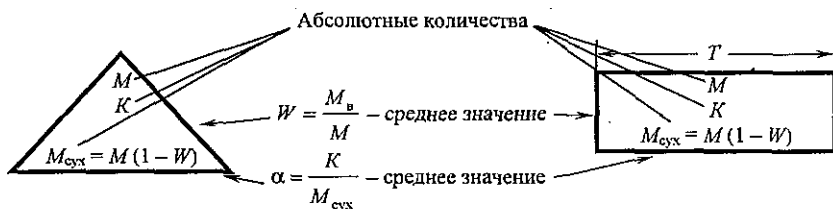


Рис. 1.2. Соотношение определяемых величин с опробуемым массивом

Влажность опробуемого массива W – это отношение массы всей воды M_b , находящейся в массиве, к влажной массе M опробуемого массива:

$$W = \frac{M_b}{M}$$

Влажность – универсальная характеристика любого опробуемого массива, и ее определение обязательно для исключения воды из последующих расчетов. Универсальная размерность влажности – доли единицы.

Массовая доля компонента α – это отношение массы компонента K , находящегося в массиве, к сухой массе $M_{\text{сух}}$ этого массива:

$$\alpha = \frac{K}{M_{\text{сух}}}$$

Массовая доля компонента рассчитывается относительно сухой массы. Компонентов может быть много, и в общем случае как массовой доле, так и ко-

личеству компонента следует приписывать индекс, например i , т. е. α_i и K_i . Тогда результаты опробования обычно составляют таблицы, в которых индексы i расшифрованы. Например, вещественный или элементный состав руды, состав жидкой фазы пульпы и т. п. Универсальная размерность массовой доли — доли единицы.

Однако чаще используют такие единицы измерения массовой доли, как проценты, граммы на тонну и караты на тонну. Соотношения между ними:

$$1 \text{ д. е.} = 100 \% = 10^6 \text{ г/т} = 5 \cdot 10^6 \text{ кар/т};$$

$$1 \% = 0,01 \text{ д. е.} = 10^4 \text{ г/т} = 5 \cdot 10^4 \text{ кар/т};$$

$$1 \text{ г/т} = 10^{-6} \text{ д. е.} = 10^{-4} \% = 5 \text{ кар/т}.$$

Если определяемый компонент находится не в твердой, а в жидкой фазе, то не используют понятие влажности, а массовую долю компонента определяют по отношению к массе раствора или его объему (рис. 1.3). Массовую долю в этом случае часто называют концентрацией. Например, концентрация реагентов, ПДК — предельно допустимая концентрация и т. п., то же может относиться и к газообразной фазе. Например, запыленность или концентрация пыли (см. рис. 1.3).

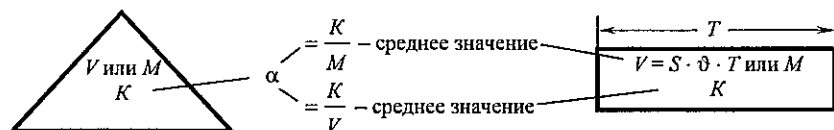


Рис. 1.3. Соотношение между определяемыми величинами для жидкостей и газов

Размерность массовой доли (концентрации) в этом случае будет также в долях единицы, если количество компонента относят к массе, или в $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$, если количество компонента относят к объему.

1.3. Опробование — необходимая технология измерения определяемых величин

Только одну из изложенных определяемых величин можно измерить непосредственно (это влажная масса M), если в наличии имеются соответствующие весы.

Две величины — масса воды M_w и масса компонента K — могут быть определены взвешиванием, если они будут выделены полностью из опробуемого массива. Это выделение из всего опробуемого массива в конкретных ситуациях или технически невозможно, или нецелесообразно. Т. е. обычно M_w и K неизвестны и рассчитать с их помощью влажность или массовую долю невозможно. Более того, эти величины сами определяются с помощью влажности и массовой доли расчетом:

$$M_w = M \cdot W;$$

$$M_{\text{сух}} = M \cdot (1 - W);$$

$$K = M_{\text{сух}} \cdot \alpha = M \cdot (1 - W) \cdot \alpha.$$

А влажность W и массовая доля α должны быть определены другим путем. Этот путь – опробование.

Опробование – это технология получения информации о влажности W и массовой доле α , состоящая в выделении из опробуемого массива его небольшой части – пробы – и измерении в пробе массы воды и компонента с последующим расчетом влажности и массовой доли компонентов (рис. 1.4).

Массу пробы, в отличие от массы опробуемого массива, будем обозначать буквой q .

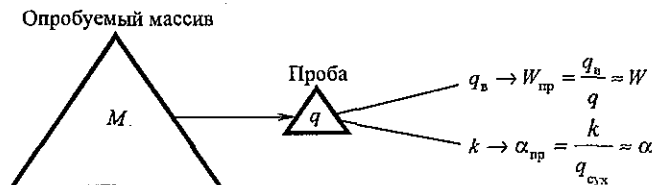


Рис. 1.4. Получение величин W и α опробованием

Так как масса пробы позволяет определить непосредственно массу воды в ней q_v и массу любого компонента k , то становится возможным расчет этих относительных величин по формулам, представленным на рис. 1.4.

Особенностью опробования является то, что получаемые с помощью пробы значения влажности и массовой доли должны быть равными средним значениям этих величин для опробуемого массива, чтобы признать равенства:

$$W = W_{\text{пр}};$$

$$\alpha = \alpha_{\text{пр}}.$$

Так как выполнение этих равенств невозможно, приходится довольствоваться приближенными равенствами:

$$W \approx W_{\text{пр}};$$

$$\alpha \approx \alpha_{\text{пр}}.$$

Степень этого приближения предопределяется технологией получения как самой пробы, так и измерения с ее помощью величин $W_{\text{пр}}$ и $\alpha_{\text{пр}}$. Другими словами, погрешность опробования предопределяется не только качеством измерительных приборов, но и технологией получения пробы и ее подготовки к измерению на этих приборах.

Опробование приходится использовать во многих случаях при измерении масс, а также других величин.

Опробование является универсальной технологической операцией, применяемой в подавляющем большинстве производств. Поэтому многие общие понятия являются общепромышленными. Однако опробование минерального сырья имеет свою специфику, обусловленную свойствами опробуемых массивов, а именно неоднородностью опробуемых массивов, как на уровне отдель-

ных составляющих (кусков), так и на уровне больших элементов массивов (их неперемешанностью). Кроме этого, опробуемые массивы, связанные с минеральным сырьем, обычно велики.

Для большинства руд созданы стандарты, регламентирующие процедуры опробования. В частности, для цветной металлургии действовали и продолжают действовать приведенные ниже стандарты. Эти стандарты часто принимают за основу для других типов руд:

ГОСТ 13170-80 Руды и концентраты цветных металлов. Метод определения влаги.

ГОСТ 24598-81 Руды и концентраты цветных металлов. Ситовой и седиментационный методы определения гранулометрического состава.

ГОСТ 14180-80 (95) Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги.

ОСТ 48-242-84 Отбор и подготовка проб в цветной металлургии. Термины и определения.

ОСТ 48-276-86 Руды и концентраты цветных металлов с попутным содержанием благородных металлов. Отбор и подготовка проб для определения содержания благородных металлов и влаги.

1.4. Основные погрешности опробования

Между определяемой с помощью опробования величиной и ее истинным значением существует разность – погрешность опробования $\Delta\alpha$:

$$\Delta\alpha = \alpha_{\text{оп}} - \alpha;$$

$$\Delta W = W_{\text{оп}} - W.$$

Как любая погрешность измерения, погрешность опробования может быть разделена на две составляющие: систематическую и случайную:

$$\Delta\alpha = \Delta\alpha_{\text{сист}} + \Delta\alpha_{\text{сл.}}$$

Эти погрешности измерения предусматривает Государственный стандарт Российской Федерации от ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 до ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений [11].

Правильность результата предопределяется величиной систематической погрешности.

Прецизионность результата предопределяется величиной случайной погрешности.

Систематическая погрешность – это разность между средним результатом измерения, полученным многократным опробованием, и истинным значением массовой доли.

Если систематическая погрешность приемлема, т. е. не превышает допустимой величины, опробование называют *правильным*.

Так как желательна наименьшая систематическая погрешность, но равенство ее нулю также нереально, то условием правильного опробования будем считать стремление $\Delta\alpha_{\text{сист}}$ к нулю ($\Delta\alpha_{\text{сист}} \rightarrow 0$).

Случайная погрешность – это величина, предопределяющая степень близости друг к другу отдельных результатов опробования одного и того же опробуемого массива одним и тем же способом (методикой) опробования. Случайная погрешность $\Delta\alpha_{сл}$ обычно характеризуется доверительным интервалом распределения случайной погрешности, выражаемым в долях среднеквадратического (среднеквадратичного) отклонения S_α . В качестве долей принимается коэффициент Стьюдента для принятой доверительной вероятности (обычно 95 %). Предельное значение для этой вероятности $t = 1,96$ может быть принято равным 2. Следовательно:

$$\Delta\alpha_{сл. пред} = \pm 2 S_\alpha.$$

Величина $\Delta\alpha_{сл. пред}$ называется пределом воспроизводимости.

Если случайная погрешность опробования $\Delta\alpha_{сл}$ по абсолютной величине не превышает предела воспроизводимости, опробование называют *достоверным*.

Условие достоверного опробования:

$$|\Delta\alpha_{сл}| \leq 2 S_\alpha.$$

Правильное и достоверное опробование будем называть *представительным*.

Так как систематическая погрешность в принципе нежелательна, а случайная неизбежна, то условие представительного опробования:

$$|\Delta\alpha| \leq \Delta\alpha_{сист} \rightarrow 0 + 2 S_\alpha.$$

Это условие следует понимать так: реальная случайная погрешность опробования должна быть по абсолютной величине менее некоторой границы, называемой доверительным интервалом или пределом воспроизводимости.

1.5. Среднеквадратичное отклонение или погрешность (воспроизводимости)

Для оценки достоверности опробования необходимо найти среднеквадратическое отклонение массовой доли при опробовании S_α (изложение ведем на примере массовой доли).

Для определения S_α выполняют опробование в условиях воспроизводимости, т. е. получают несколько (N) результатов опробования α_i на одном и том же опробуемом массиве одним и тем же методом, но возможно разными операторами и различными инструментами. Тогда S_α может быть найдено по формуле:

$$S_\alpha = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{N-1}}.$$

При этом опорным (истинным) результатом измерений считается среднее арифметическое:

$$\bar{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^N \alpha_i}{N}.$$

Однако число N может быть небольшим (в пределе $N = 2$).

При небольшом числе измерений с целью определения S_α можно использовать упрощенные формулы:

$$\text{для } N > 16 \quad S_\alpha = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{4};$$

$$\text{для } 2 < N < 16 \quad S_\alpha = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{\sqrt{N}};$$

$$\text{для } N = 2 \quad S_\alpha = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{1,13}.$$

Обычно используют относительную случайную погрешность P_α , связанную с среднеквадратичным отклонением S_α формулой, %:

$$P_\alpha = \frac{t \cdot S_\alpha}{\bar{\alpha}} \cdot 100 = \frac{2S_\alpha}{\bar{\alpha}} \cdot 100 = \frac{\Delta\alpha}{\bar{\alpha}} \cdot 100.$$

Важнейшие величины $M_{\text{сyx}}$ и K определяют расчетом, т. е. для их определения используется несколько измеряемых величин.

Если величина z определяется как $z = x \cdot y$, то при известных S_x и S_y :

$$S_z^2 = \left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)^2 \cdot S_x^2 + \left(\frac{\partial z}{\partial y}\right)^2 \cdot S_y^2 + 2r_{xy} \cdot S_x \cdot S_y.$$

Величины M , W , α чаще всего независимы, т. е. для них коэффициент корреляции r равен нулю. Тогда можно получить простые формулы для расчета относительных погрешностей расчетных величин $M_{\text{сyx}}$ и K .

Так как $M_{\text{сyx}} = M \cdot (1 - W)$,

$$\text{то} \quad S_{M_{\text{сyx}}}^2 = (1 - W)^2 \cdot S_M^2 + (M)^2 \cdot S_W^2.$$

Разделив уравнение на $M_{\text{сyx}}^2$, умножим на 2^2 и 100^2 , тогда

$$\left(\frac{2S_{M_{\text{сyx}}}}{M_{\text{сyx}}} \cdot 100\right)^2 = \left(\frac{2S_M \cdot (1 - W)}{M \cdot (1 - W)} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{2S_W \cdot M \cdot W}{M \cdot (1 - W) \cdot W} \cdot 100\right)^2$$

или

$$P_{M_{\text{сyx}}}^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1 - W}\right)^2 \cdot P_W^2.$$

Так как $K = M_{\text{сyx}} \cdot \alpha$,

$$\text{то} \quad S_K^2 = (\alpha)^2 \cdot S_{M_{\text{сyx}}}^2 + (M_{\text{сyx}})^2 \cdot S_\alpha^2;$$

$$\left(\frac{2S_K}{K} \cdot 100\right)^2 = \left(\frac{2S_{M_{\text{сyx}}} \cdot \alpha}{M_{\text{сyx}} \cdot \alpha} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{2S_\alpha \cdot M_{\text{сyx}}}{M_{\text{сyx}} \cdot \alpha} \cdot 100\right)^2;$$

$$P_K^2 = P_{M_{\alpha}}^2 + P_a^2.$$

Окончательно для K с учетом формулы для $P_{M_{\text{вых}}}^2$ получим:

$$P_K^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1-W} \right)^2 \cdot P_W^2 + P_a^2.$$

Аналогично можно получить формулы для относительных погрешностей других рассчитываемых показателей.

Если какая-либо величина находится как среднее из N результатов измерений, то среднеквадратичное отклонение для средней величины определяется по формуле

$$S_{\bar{\alpha}} = \frac{S_{\alpha}}{\sqrt{N}}.$$

Пример 1.1. Найти массу ценного компонента K , относительную случайную погрешность определения этой массы P_K , абсолютную случайную погрешность определения массы ценного компонента ΔK и записать выражение для истинного значения $K_{\text{ист}}$.

Дано: влажная масса продукта $M = 100$ т;

влажность его $W = 7$ %;

массовая доля компонента $\alpha = 56$ %.

Относительные случайные погрешности измерения этих величин:

$P_M = 0,5$ %; $P_{\alpha} = 2$ % и $P_W = 6$ %.

Решение:

$$K = M \cdot (1 - W) \cdot \alpha = 100 \text{ т} \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,56 = 52,08 \text{ т};$$

$$P_K^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1-W} \right)^2 \cdot P_W^2 + P_a^2 = (0,5 \%)^2 + \left(\frac{0,07}{1-0,07} \right)^2 \cdot (6 \%)^2 + (2 \%)^2 = 4,45 \%^2,$$

$$P_K = 2,1 \%;$$

$$\Delta K = \frac{P_K \cdot K}{100 \%} = \frac{2,1 \% \cdot 52,08 \text{ т}}{100 \%} = 1,09 \text{ т};$$

$$K_{\text{ист}} = K \pm \Delta K = (52,08 \pm 1,09) \text{ т}.$$

Пример 1.2. Найти K , P_K , ΔK и $K_{\text{ист}}$.

Дано: $M = 900$ т; $W = 20$ % и $\alpha = 2,5$ г/т.

Случайные погрешности найдены как среднеквадратичные погрешности:

$S_M = 3$ т; $S_W = 0,5$ % и $S_{\alpha} = 0,2$ г/т.

Решение:

$$K = M \cdot (1 - W) \cdot \alpha = 900 \text{ г} \cdot (1 - 0,2) \cdot 2,5 \text{ г/г} = 1800 \text{ г};$$

$$P_M = \frac{t \cdot S_M}{M} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 3 \text{ г}}{900 \text{ г}} \cdot 100 \% = 0,67 \%;$$

$$P_W = \frac{t \cdot S_W}{W} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,5 \%}{20 \%} \cdot 100 \% = 5 \%;$$

$$P_\alpha = \frac{t \cdot S_\alpha}{\alpha} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,2 \text{ г/г}}{2,5 \text{ г/г}} \cdot 100 \% = 16 \%;$$

$$P_K^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1-W}\right)^2 \cdot P_W^2 + P_\alpha^2 = 0,67^2 + \left(\frac{0,2}{1-0,2}\right)^2 \cdot 5^2 + 16^2 = 258 \%^2;$$

$$P_K = 16 \%;$$

$$\Delta K = \frac{P_K \cdot K}{100 \%} = \frac{16 \% \cdot 1800 \text{ г}}{100 \%} = 288 \text{ г};$$

$$K_{\text{нет}} = K \pm \Delta K = (1800 \pm 288) \text{ г}.$$

Пример 1.3. Найти K , P_K , ΔK и $K_{\text{нет}}$.

Дано: $M = 60 \text{ г}$; $W = 0,1$ д.е. и $\alpha = 16 \%$.

Случайные погрешности:

$P_M = 1 \%$; $\Delta W_2 = 0,7 \%$ (допустимое расхождение двух определений)
и $S_\alpha = 0,5 \%$.

Решение:

$$K = M \cdot (1 - W) \cdot \alpha = 60 \text{ г} \cdot (1 - 0,1) \cdot 0,16 = 8,64 \text{ г};$$

$$S_W = \frac{\Delta W_2}{1,13} = \frac{0,7 \%}{1,13} = 0,62 \%;$$

$$P_W = \frac{t \cdot S_W}{W} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,62 \%}{10 \%} \cdot 100 \% = 12,4 \%;$$

$$P_\alpha = \frac{t \cdot S_\alpha}{\alpha} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,5 \%}{16 \%} \cdot 100 \% = 6,25 \%;$$

$$P_K^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1-W}\right)^2 \cdot P_W^2 + P_\alpha^2 = 1^2 + \left(\frac{0,1}{1-0,1}\right)^2 \cdot 12,4^2 + 6,25^2 = 41,96 \%^2;$$

$$P_K = 6,48 \%;$$

$$\Delta K = \frac{P_K \cdot K}{100 \%} = \frac{6,48 \% \cdot 8,64 \text{ г}}{100 \%} = 0,56 \text{ г};$$

$$K_{\text{нет}} = K \pm \Delta K = (8,64 \pm 0,56) \text{ г}.$$

Расчет абсолютных цифр возможных отклонений количества ценного компонента в условиях существующего опробования от истинного позволит принимать необходимые решения по его совершенствованию или находить разумный компромисс между поставщиком и потребителем минерального сырья.

1.6. Оценка величины систематической погрешности

Причины возникновения систематических погрешностей всегда конкретны. Это значит, что эту причину можно выявить (найти) и принять меры либо к устранению причины, либо к учету ее влияния на результат измерения.

Но наличие различия между средним арифметическим N измерений $\bar{\alpha}_{\text{пр}}$ и истинным значением α :

$$\Delta\alpha = \bar{\alpha}_{\text{пр}} - \alpha = \Delta\alpha_{\text{сист}} + \Delta\alpha_{\text{сл}} -$$

еще не позволяет сделать вывод о наличии и величине систематической погрешности, так как в $\Delta\alpha$ входит и случайная погрешность. Это значит, что вывод о наличии систематической погрешности приходится делать с учетом неустраняемой случайной погрешности.

Второй особенностью расчета $\Delta\alpha$ является то, что истинное значение α для опробуемого массива неизвестно. Для сравнения приходится принимать также результат опробования, и разность $\Delta\alpha$:

$$\Delta\alpha = \bar{\alpha}_{\text{пр1}} - \bar{\alpha}_{\text{пр2}} = \Delta\alpha_{\text{сист1}} + \Delta\alpha_{\text{сл1}} - \Delta\alpha_{\text{сист2}} + \Delta\alpha_{\text{сл2}}.$$

В этом случае случайные погрешности складываются, а систематическую погрешность приходится определять по отношению к другому опробованию, считающемуся правильным. Если оба варианта опробования имеют одинаковые систематические погрешности, то расчетом $\Delta\alpha$ систематическую погрешность не обнаружить.

Общее решение таково. Выполняют опробование обычным способом, и способом, в котором отсутствует влияние предполагаемой причины, получают результаты $\alpha_{\text{пр1}}$ и $\alpha_{\text{пр2}}$ и находят $\Delta\alpha$. Найденное $\Delta\alpha$ сопоставляется со случайной погрешностью $\Delta\alpha$, и при превышении некоторой величины, которую находят по распределению Стьюдента, считают, что систематическое расхождение установлено.

Расчетное значение критерия:

$$t_p = \frac{\Delta\alpha}{S_{\Delta\alpha}} \geq t_T.$$

Здесь t_p и t_T — расчетное и табличное значения критерия Стьюдента.

Если $\Delta\alpha > t_T \cdot S_{\Delta\alpha}$, то систематическая погрешность и причина ее возникновения считаются установленными. $S_{\Delta\alpha}$ определяется по формуле:

$$S_{\Delta\alpha} = \sqrt{S_{\bar{\alpha}_1}^2 + S_{\bar{\alpha}_2}^2}.$$

Здесь $S_{\bar{\alpha}_1}$ и $S_{\bar{\alpha}_2}$ – среднеквадратичные погрешности средних результатов опробования $\bar{\alpha}_1$ и $\bar{\alpha}_2$, определяемые по правилам для средних значений.

Если $S_{\bar{\alpha}_1}$ и $S_{\bar{\alpha}_2}$ равны, то

$$S_{\Delta\alpha} = \sqrt{2} \cdot S_{\bar{\alpha}}$$

Так как t_r для достаточно больших N равно приблизительно двум, то наличие систематической погрешности определяется так (ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002):

$$\Delta\alpha > 2 \cdot \sqrt{2} \cdot S_{\bar{\alpha}} = 2,8S_{\bar{\alpha}}$$

Если же это неравенство не выполняется, то считается, что предполагаемая причина и величина возможной систематической погрешности не установлены.

В условиях реального опробования определить, существует ли систематическая погрешность, обычно нельзя, так как возможных причин ее возникновения может быть много, а эталонов для проверки правильности опробования не существует. В этих условиях правильное опробование обеспечивают соблюдением принципов опробования.

1.7. Общая схема опробования

Опробование в классическом варианте представляет собою многооперационную технологическую процедуру (рис. 1.5), которая включает в себя не только отбор проб.

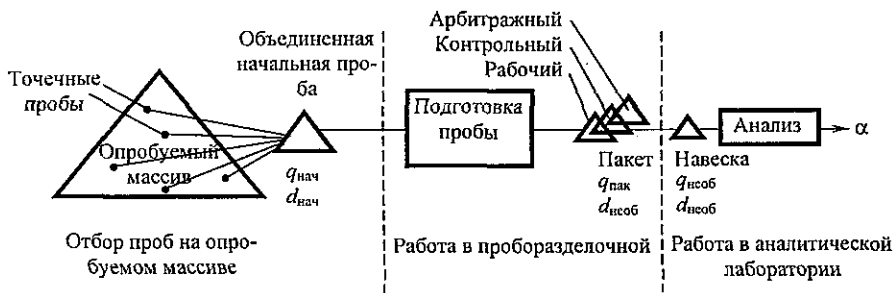


Рис. 1.5. Общая схема опробования

Начальная проба обычно имеет крупность и массу больше необходимых для выполнения анализа:

$$\begin{aligned} d_{нач} &> d_{исоб}; \\ q_{нач} &> q_{исоб}. \end{aligned}$$

Следовательно, необходимо изменить эти параметры пробы. Изменение крупности достигается дроблением, измельчением, истиранием. Изменение массы достигается сокращением пробы.

Простейшее решение – уменьшение крупности всей пробы до необходимой с последующим отбором необходимой массы не является экономичным. Поэтому применяют, как правило, многостадийное дробление и сокращение проб.

Обычная процедура опробования (см. рис. 1.5) составляет достаточно длинную цепочку технологических операций, выполняемых работниками различной квалификации в трех различных местах. На объекте опробования трудятся пробоотборщики, отбирая пробы в точках отбора и доставляя их в пробооразделочную. В пробооразделочной лаборанты подготавливают пробу к анализу, уменьшая ее массу и крупность. В аналитической лаборатории анализируют пробу, отбирая от подготовленного пакета навески и выполняя на них необходимый вид анализа. После обработки результатов анализа по указанным в методиках правилам выдается окончательный результат α .

Такая технология широко распространена, но она громоздка, требует больших материальных затрат и времени для получения результата. Поэтому постоянно стремятся механизировать всю технологию опробования, изменить ее принципиально.

Принципиальное изменение технологии возможно с разработкой технических средств анализа точечных проб непосредственно в опробуемом массиве без их изъятия (рис. 1.6).

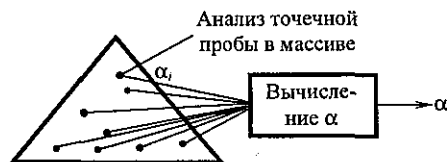


Рис. 1.6. Схема опробования неподвижного массива без отбора точечных проб

Так как такое изменение технологии опробования приводит к резкому уменьшению трудозатрат и повышает экспрессность опробования, то реализация опробования по схеме на рис. 1.6 является генеральным направлением развития опробования. Однако использование аналитических устройств, анализирующих точечные пробы непосредственно в опробуемом массиве, имеет свои особенности и недостатки, потому полный переход на опробование без отбора точечных проб пока не предвидится.

В любом случае, отбирается точечная проба или анализируется непосредственно в опробуемом массиве без изъятия, мы всегда имеем дело с точечной пробой, поэтому следует соблюдать следующий общий порядок отбора (или выделения аналитическим прибором) точечных проб и формирования объединенной пробы:

- выбирается способ и инструмент (пробоотбиратель) для отбора (выделения) точечных проб;
- определяется масса точечной пробы;
- определяется дисперсия точечных проб рассчитанной массы;
- определяется число точечных проб;
- создается проект (план) выделения элементов опробуемого массива;
- разрабатывается инструкция по отбору проб (если пробы отбираются вручную), требования которой учитывают необходимые правила безопасности и предусматривают выполнение принципов опробования;
- определяется способ накопления и транспортировки проб либо вычисления результатов анализа объединенной пробы.

ПРИНЦИПЫ ПРАВИЛЬНОГО ОПРОБОВАНИЯ

2.1. Систематическая погрешность – трудноопределяемая и труднопредсказуемая погрешность опробования

Опробование должно быть правильным. Неправильный результат опробования, т. е. отличающийся от истинного результата на некоторую постоянную величину $\Delta\alpha_{\text{сист}} \neq 0$, может получиться по какой-либо причине, влияние которой не учтено методикой выполнения опробования.

Методики опробования, как правило, либо гостированы (т. е. для них имеется государственный или международный стандарт), либо утверждены руководителями высокого ранга и подлежат неуклонному выполнению. Поэтому проверить правильность результата опробования повторным опробованием невозможно.

Фраза «Повторите опробование и докажите, что Вы правы» чаще всего бессмысленна.

В работе [12] на примере количественного химического анализа показаны трудности доказательства и оценивания систематических погрешностей. В частности, сказано: «Можно указать на то, что известны случаи, когда более правильными оказывались именно результаты, выделенные «как несогласующиеся с большинством остальных». И, в конце концов, выдвигается лозунг «Нашим главным врагом является систематическая погрешность».

Примеров появления систематической погрешности в практике опробования минерального сырья предостаточно.

При отборе проб систематическая погрешность может возникнуть:

- при неправильном выборе размеров пробоотбирающего инструмента (пробоотбирателя); так, у пробоотбирателя может быть слишком узкая щель, малая емкость для пробы;
- при неправильном использовании пробоотбирателя, в том числе его установке.

Это одна из самых распространенных причин появления систематической погрешности. Так, пробоотбиратель может не отбирать пробу по всей толщине или ширине опробуемого массива; может отбирать не пропорциональные опробуемым элементам массива части. Это происходит, как правило, при использовании рудоконтролирующих станций, горстевом отборе проб:

- при накоплении и транспортировке проб, когда часть пробы может быть потеряна (просыпана) либо в пробу попадает посторонний материал;
- при расчете среднеарифметического значения вместо средневзвешенного;
- при отборе небольшого числа проб от опробуемых массивов с асимметричным распределением массовой доли.

При подготовке проб систематическая погрешность может возникнуть:

- вследствие сегрегации материала пробы и сокращения сегрегированного материала;
- вследствие удаления неконтролируемой части пробы, в частности, при удалении пыли при аспирации, при удалении воды при декантации, удалении остатков пробы с инструментов, при загрязнении оборудования;
- вследствие загрязнения пробы неконтролируемыми добавками, в частности при использовании грязных инструментов.

Если систематическая погрешность пробы возникла до подготовки пакета для анализа, то ни контрольный, ни арбитражный пакеты не позволят устранить ее, и анализы этих пакетов будут сопровождаться одной и той же неустранимой систематической погрешностью.

При анализе проб систематическая погрешность может возникнуть:

- при анализе сегрегированной навески, когда анализируется ее часть (рентгенофлюоресцентный, спектральный анализы) либо происходит неполное растворение компонента;
- при отборе навески от сегрегированного материала;
- при использовании методик, предусматривающих отбрасывание (отбраковку) каких-либо результатов анализа, а это большинство методик.

Как видим, неправильный результат опробования может возникнуть по многим причинам. Поэтому методики опробования должны быть составлены так, чтобы ни одна из возможных причин появления систематической погрешности не могла возникнуть и повлиять на результат. Для этого методика составляется максимально подробно, с необходимыми расчетами и выбором решений, а ее выполнение является неукоснительным.

Для того чтобы предусмотреть все варианты исключения возможной систематической погрешности на любом этапе работы с пробой (при ее отборе, подготовке и анализе), сформулированы два принципа опробования, руководствуясь которыми, можно составить методику правильного опробования либо проверить на правильность существующую методику.

2.2. Неоднородность опробуемых массивов

Опробуемые массивы неоднородны. Эта неоднородность вызывается двумя причинами:

1. Отдельные куски опробуемого массива различны как по размерам, так и по массовой доле компонента;
2. Отдельные части – элементы опробуемого массива – различны по средней массовой доле компонента.

Для того чтобы результат опробования не имел систематической погрешности, необходимо, чтобы в пробе оказались как куски различной величины, так и части различных элементов опробуемого массива.

Для того чтобы обеспечить отбор кусков соответствующей величины, необходимо правильно отбирать *точечные* пробы.

Для того чтобы были отобраны части различных элементов опробуемого массива, необходимо правильно отобрать столько точечных проб, сколько выделено элементов, и сформировать *объединенную пробу* (рис. 2.1).

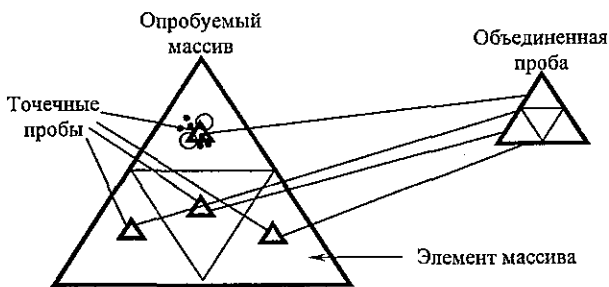


Рис. 2.1. Формирование объединенной пробы из нескольких точечных, каждая из которых отобрана от выделенного элемента опробуемого массива

С целью обеспечения правильного опробования сформулируем принципы опробования.

2.3. Равнопредставительность кусков опробуемого массива в точечной пробе – первый принцип опробования

I принцип опробования – равнопредставительность кусков опробуемого массива в точечной пробе в точке ее отбора.

Равнопредставительность можно понимать, как и непредпочтительность отбора кусков опробуемого массива в пробу. Технология опробования – многооперационная технология, и принцип непредпочтительности следует соблюдать при любом отборе кусков, как связанном с самим отбором проб, так и с сокращением пробы при ее подготовке и с отбором навески для анализа.

Такое предпочтение может возникнуть как по субъективным, так и по объективным причинам.

Вариант субъективного предпочтения особенно заметен при горстевом опробовании, известном для крупнокусковых продуктов как метод молотка и совка. Отбивать кусочки руды бывает непросто. Например, отбить часть куска марганцевой руды простым ударом молотка нельзя. Кроме того, существуют рекомендации отбивать куски определенным образом, например, поперек полосчатости. Это придает отбору кусков еще больший субъективизм. Проще отобрать сразу более мелкую фракцию в пробу, что непосредственно приводит к появлению систематической погрешности. Субъективизм может проявиться и в небольшом смещении точки отбора пробы от намеченной.

Объективное предпочтение может возникнуть при несоответствии размера совка, щели пробоотбирателя кускам опробуемого массива. Объективное предпочтение возникает в большинстве случаев использования анализаторов

состава непосредственно для анализа точек в опробуемом массиве, в том числе в потоках руды.

Первый принцип опробования выполняется выбором пробоотбирающего инструмента с определенными размерами принимающей куски щели b и отбирающего пробу определенной массы q .

Ширина отбирающего пробу совка или щели ковша принимается из соотношения

$$b \geq 3d_{\max}.$$

Здесь d_{\max} – максимальный размер кусков опробуемого массива (максимальный размер кусков равняется размеру стороны квадратной ячейки сита, на котором остается 5 % опробуемого материала).

У этого принципа есть два дополнения, уточняющие выполнение самого принципа.

1а. Не терять отобранный в точечную пробу материал.

Потерять часть материала пробы можно произвольно и сознательно. Произвольно теряют материал при просыпании его при накоплении или транспортировке; при переполнении пробоотборного устройства в процессе отбора пробы. Сознательно потерять материал можно, удаляя часть пробы по причине, зависящей от участника процесса опробования (вся проба не помещается в емкость, часть материала не проходит через сито, не понравился какой-либо кусочек и т. п.) либо зависящей от технологии опробования (аспирация при дроблении, остатки пробы в транспортирующих трубах, инструментах и т. п.).

1б. Не добавлять в пробу посторонний материал.

Добавить посторонний материал в пробу можно также произвольно и сознательно.

Произвольно добавляется в пробу материал при просыпях других продуктов, а также при использовании загрязненных инструментов.

Так, по ГОСТ 14180-80 все механизмы, инструменты, пробоприемные устройства должны быть очищены от загрязнений, проверены и отрегулированы. Пробы следует предохранять от изменения их состава на всех стадиях отбора, подготовки и хранения.

Сознательно добавить посторонний материал можно при недостатке материала пробы, а также при желании изменить результат опробования.

Таким образом, выполнение первого принципа опробования обеспечивается правильным выбором параметров (размеров) пробоотбирающего инструмента и тщательным соблюдением технологии работы с пробой, исключаящей ее загрязнение или потери.

2.4. Равнопредставительность элементов опробуемого массива в объединенной пробе – второй принцип опробования

II принцип опробования – равнопредставительность элементов опробуемого массива в объединенной пробе.

Неоднородность опробуемого массива приводит к тому, что отобранная точечная проба соответствует какому-то одному значению массовой доли, но не необходимому среднему для опробуемого массива.

Решение найдено такое. Неоднородный опробуемый массив нужно разделить на некоторое число небольших элементов, каждый из которых можно было бы считать однородным (перемешанным).

Если от каждого такого однородного элемента отобрать одну точечную пробу и объединить все точечные пробы в одну новую – объединенную, то систематическая погрешность может быть устранена (рис. 2.2).

На рис. 2.2 показано, что объединенная проба фактически представляет собою физическую модель опробуемого массива.

Точечную пробу следует отбирать в центре тяжести элемента.

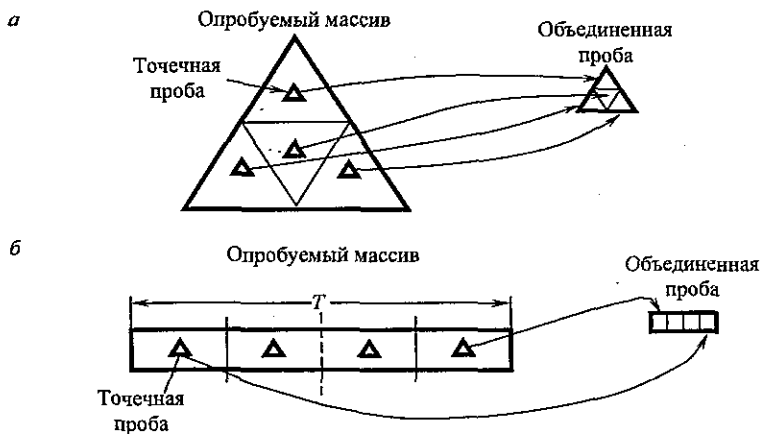


Рис. 2.2. Формирование объединенной пробы из нескольких точечных как физической модели опробуемого массива: при разделении массива на элементы по массе (а) и по времени (б)

Таким образом, с целью получения правильной пробы необходимо выполнять второй принцип – равнопредставительность элементов опробуемого массива в объединенной пробе.

У этого принципа имеются два дополнения.

IIa. Не сгущать точечные пробы.

Отбирать их следует так, как показано на рис. 2.2, в центре тяжести массы каждого выделенного элемента, и не отбирать точечные пробы у границ элементов (рис. 2.3).

IIб. Не выходить за пределы опробуемого массива.

Нарушение возможно при неясных границах опробуемого массива (рис. 2.4).

Для того чтобы исключить возможное нарушение, в стандартах предусматривают отбор точечных проб не ближе 0,5 м от стенки вагона.

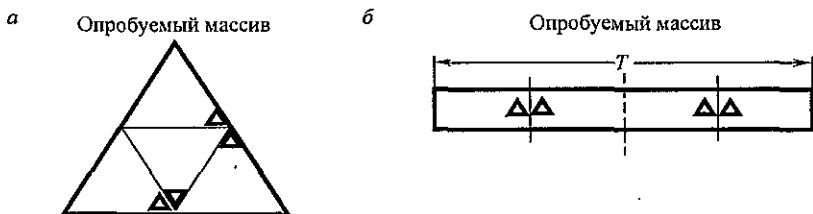


Рис. 2.3. Возможные варианты нарушения дополнения IIa путем отбора точечных проб не в центрах тяжести элементов: сгущение точек отбора в пространстве (а) и во времени (б)

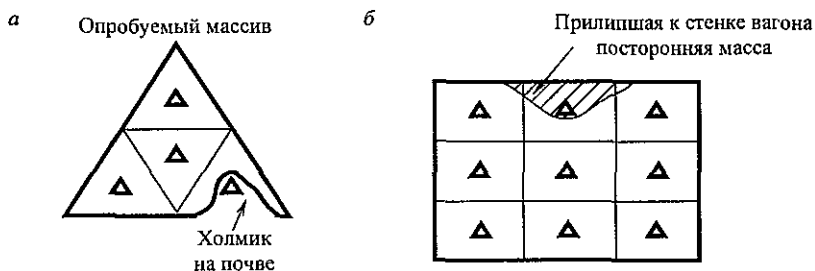


Рис. 2.4. Возможные варианты нарушения дополнения IIб при неясной (невидимой) границе опробуемого массива: наличие скрытого холмика (а) и скрытой массы на стенке вагона (б)

Реализация второго принципа осуществляется в следующей последовательности:

1. Рассчитать число элементов, на которое нужно разделить опробуемый массив, т. е. найти число точечных проб.
2. Разделить опробуемый массив на найденное число элементов.
3. Для неподвижного опробуемого массива необходимо составить схему (проект) с нанесением границ элементов и указанием точек отбора проб. Для потоков необходимо найти интервалы времени, через которые будут отбираться пробы.

Равнопредставительность элементов опробуемого массива в пробе следует обеспечивать не только при отборе проб, но и при их подготовке и анализе.

Уменьшение массы пробы при ее подготовке к анализу, называемое сокращением пробы, является по существу отбором пробы от пробы. При этом как при подготовке пакета, так и при отборе навески для анализа от пакета фактически отбирается объединенная проба.

Отбор объединенной пробы всегда связан с определением числа точечных проб.

2.4.1. Расчет числа точечных проб

В горнорудной промышленности обычно имеют дело с сыпучими продуктами. При этом предполагается, что возможные элементы опробуемого массива отличаются друг от друга случайным образом. Следовательно, их можно описать известной характеристикой – дисперсией массовой доли. Так как каждый элемент характеризуется точечной пробой, то эта дисперсия получила название «дисперсия точечных проб» и обозначается S_T^2 .

Для расчета числа точечных проб необходимо задать допустимую погрешность отбора проб $P_{от}$, которая связана с допустимой среднеквадратичной погрешностью отбора формулой

$$P_{от} = \frac{2S_{от}}{\alpha} \cdot 100,$$

отсюда

$$S_{от} = \frac{P_{от} \cdot \alpha}{2 \cdot 100}.$$

Здесь $P_{от}$ – допустимая относительная погрешность отбора объединенной пробы, выраженная в процентах.

Отбор проб связан с систематической и случайной погрешностями. И хотя принципы опробования предполагают обеспечение нулевой систематической погрешности, расчет числа точечных проб связан уже с достижением допустимой случайной погрешности, поэтому добавим к индексу – допустимая $S_{от доп}$.

В итоге расчет числа точечных проб выполняется по формуле

$$N_T = \frac{S_T^2}{S_{от доп}^2}.$$

Полученное значение N_T округляют до удобного целого значения. Если получено $N_T = 11,48$ – дробное значение, то его можно изменить до 8, 12 или 16. Не обязательно расчетное значение увеличивать, можно и уменьшать, так как значение $P_{от}$ назначается приблизительно и может быть изменено.

Это указание может быть противоречащим многим документам. Так, в ГОСТ 16598-71 Руды и концентраты марганцевые: «Количество точечных проб может быть увеличено, но не может быть уменьшено», однако приближительность расчета числа точечных проб приводит к выводу о необходимости снятия этого требования.

С некоторых пор повторяется утверждение, что погрешность отбора проб должна быть как-то связана с погрешностью анализа.

В ГОСТ 14180-80 предложено допустимую погрешность отбора пробы принимать *не менее* допустимого расхождения между результатами химического анализа на предприятии.

Это искусственная связь. Отбор проб и анализ – это разные технологические операции, и каждую из них можно выполнять с разной погрешностью, которые и следует назначать, руководствуясь требованиями к общей погрешности результата опробования $P_{рез. доп}$. Так как погрешность опробования возникает при выполнении как отбора проб, так и ее подготовки и анализа, то можно общую допустимую погрешность разделить, например, на 3, считая погрешностью отбора:

$$P_{от доп} = P_{рез. доп} / 3.$$

Конечно, деление на три произвольно. Можно принять и другие соотношения между погрешностями. Окончательно приемлемость выбранных соотношений определяется после полного расчета точки опробования.

2.4.2. Дисперсия точечных проб

При опробовании минерального сырья с целью обеспечения нулевой систематической погрешности, т. е. выполнения правильного опробования, необходимо соблюдение двух принципов (каждый с двумя дополнениями).

Соблюдение первого принципа – непредпочтительности отбора кусков в точечную пробу – приводит к выбору инструментов для отбора проб (пробоотбирателей) с определенными размерами ширины совка или щели пробоотбирателя, а также с определенными требованиями к емкости пробоприемника и другим параметрам. Все это заранее предопределяет массу отбираемой точечной пробы q_t , и масса точечной пробы становится первичной, не зависящей от других требований к опробованию величиной.

Дисперсия точечных проб, а значит и их число, в общем случае зависит от массы точечной пробы (рис. 2.5). Эта зависимость начинается с кусковой дисперсии, при которой $q_t = q_k$, если в точечную пробу отбирается один кусок массой q_k . При отборе в точечную пробу большого числа кусков (что обычно и делается, $q_t \gg q_k$) этот график сильно выполаживается, что позволяет в дальнейшем считать дисперсию точечных проб не зависящей от массы точечной пробы и находить ее как некоторую постоянную для рассматриваемых M или T величину.

На рис. 2.5 приведены зависимости для трех возможных случаев неоднородности. Видно, что чем хуже перемешан массив, тем больше величина S_T^2 и тем больше будет необходимое число точечных проб.

Дисперсия точечных проб не является постоянной величиной, а зависит от величины массива, т. е. его массы или контрольного периода.

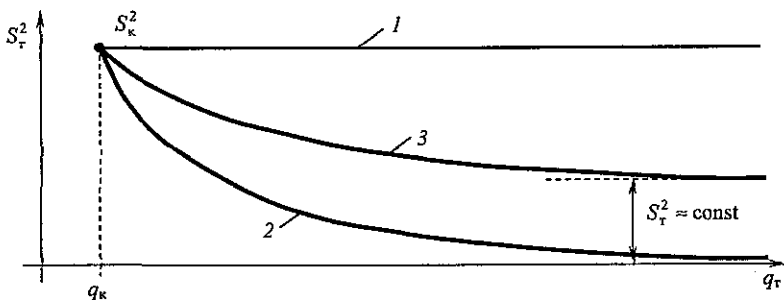


Рис. 2.5. Зависимость дисперсии точечных проб от массы точечной пробы:
 1 – крайне неоднородный массив; 2 – тщательно перемешанный массив;
 3 – реальный массив

Это становится ясным при рассмотрении именно контрольного периода (рис. 2.6).

Напомним, что среднее квадратичное отклонение можно найти через размах $\Delta\alpha$. Упрощенный рабочий вариант определения дисперсии точечных проб через размах:

$$S_r = \frac{\overline{\Delta\alpha}}{4} = \frac{\sum_i^N (\alpha_{i\max} - \alpha_{i\min})}{4N}$$

Здесь N – число усредняемых размахов. Всегда выполняется соотношение:

$$\Delta\alpha_{\text{сутки}} > \Delta\alpha_{\text{смены}} > \Delta\alpha_{\text{час}}$$

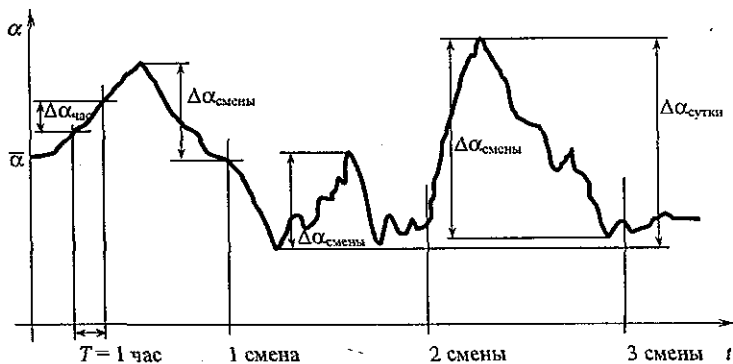


Рис. 2.6. Изменение массовой доли во времени и размаха $\Delta\alpha$ точечных проб от контрольного периода

Аналогично можно написать:

$$\Delta\alpha_{\text{месяц}} > \Delta\alpha_{\text{сутки}}$$

и т. д.

В итоге следует ожидать для любого опробуемого массива зависимость (рис. 2.7), которую можно приблизительно описать функциями:

$$S_T = k_M \sqrt{M} \quad \text{или} \quad k_T \sqrt{T}.$$

Коэффициенты в формулах можно найти по значениям S_T для известных M и T .

Например, найдя S_T для месяца, получим:

$$k_T = \frac{S_{T_{\text{мес}}}}{\sqrt{T_{\text{мес}}}}.$$

Заметим, что вид функции S_T от M или T может быть выбран другим, и зависимость в виде \sqrt{M} или \sqrt{T} является лишь одной из возможных.

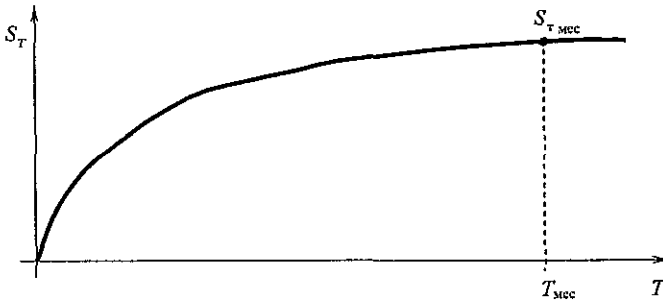


Рис. 2.7. Общий вид зависимости дисперсии точечных проб от величины опробуемого массива (M или T)

Полученные экспериментально зависимости дисперсии точечных проб от контрольного периода позволяют сделать общий вывод, состоящий в том, что погрешность отбора проб остается постоянной для любого контрольного периода или опробуемой массы, т. е.

$$S_{\text{от.смену}}^2 = S_{\text{от.сутки}}^2 = S_{\text{от.месяц}}^2.$$

Это соотношение показывает, что дисперсия массовой доли может оставаться неизменной, несмотря на увеличение числа точечных проб.

2.4.3. Известные варианты расчета числа точечных проб

Известен ряд вариантов расчета числа точечных проб, прямо или косвенно вытекающих из формулы для N_T .

Получила распространение формула, изложенная в ГОСТ 14180-80 для руд цветных металлов для неподвижных массивов

$$N_T = 0,075 \cdot V \cdot \sqrt{M}.$$

Здесь число точечных проб пропорционально коэффициенту вариации массовой доли V , а все остальное, в том числе допустимая погрешность, скрыто в коэффициенте 0,075. В этой формуле размерность V – проценты, а M – тонны.

По ГОСТ 14180-80, если коэффициент вариации массовой доли компонента для партий руды неизвестен, то его принимают: $V = 35\%$ для руды, $V = 5\%$ для концентрата по основному компоненту и $V = 15\%$ по примесным компонентам. Это предельные значения в неоднородных партиях для цветной металлургии.

ГОСТ 15054-80 и ГОСТ 16598-80 задают погрешность отбора пробы на железо и марганец как функцию массы (табл. 2.1).

Число точечных проб, таким образом, определяется как функция массы:

$$N_T = \frac{S_T^2}{S_{от.доп}^2}.$$

Таблица 2.1

Рекомендуемые погрешности отбора проб, %

Масса партии, тыс. т	ГОСТ 15054-80	ГОСТ 16598-80
Менее 0,5	0,90	0,70
0,5 – 1	0,78	0,55
1 – 2	0,70	0,46
2 – 5	0,59	0,42
5 – 15	0,49	0,39
15 – 30	0,45	0,37
30 – 45	0,42	0,35
45 – 70	0,40	–
70 – 100	0,37	–

Особенность железных и марганцевых руд позволяет регламентировать средние квадратические отклонения массовой доли железа (марганца), %: малая вариация $S_T = 1,25$ (0,75), средняя – 1,75 (1,75), большая – 2,5 (2,25).

Согласно ГОСТ 10742-71, для обогащенного каменного угля и антрацита число точечных проб для партии массой до 1000 т всегда равно 16, а для массы свыше 1000 т определяется по формуле

$$N_T = 16 \sqrt{M/1000},$$

где M – масса партии, т.

Для необогащенного каменного угля и антрацита для партии массой до 1000 т N_T всегда равно 32, а для больших масс

$$N_T = 32\sqrt{M/1000}.$$

При этом ГОСТ 10742-71 регламентирует и массу точечной пробы q_T , кг:

$$q_T \geq 0,06d_{\max},$$

где d_{\max} — принимается в миллиметрах.

Там же указаны и базовые погрешности опробования: относительная, равная $\pm 10\%$ для зольности до 20% , и абсолютная $\pm 2\%$, для зольности более 20% .

В стандартах обобщены возможные случаи закономерного и случайного изменения свойств опробуемого массива, и в качестве косвенного показателя этих изменений принята *опробуемая масса*.

Если изменение свойств опробуемого массива закономерно, то распределение числа точечных проб производится с учетом закономерности.

Так, если одна часть массива по массе в два раза больше другой, то и число точечных проб от этой массы должно быть отобрано в два раза больше, чем от меньшей массы.

Если же опробуемый массив представлен малыми порциями, например мешками, то при их большом числе определяется число мешков, от которого отбирается одна проба. При этом с целью учета неоднородности материала в мешке, каждая проба от мешка может быть отобрана как объединенная путем отбора нескольких точечных проб в мешке.

2.5. Фундаментальная закономерность опробования

Если число точечных проб соответствует допустимой погрешности, то начальная масса $q_{\text{нач}}$ объединенной пробы будет равна минимальной массе $q_{\text{н.м.}}$ для неоднородного массива:

$$q_{\text{нач}} = q_{\text{н.м.}} = q_T \cdot N_T.$$

Это значит, что минимальная масса при отборе проб от неоднородного массива является функцией массы точечной пробы (рис. 2.8).

Теоретическая функция начинается с точки *A*, соответствующей минимальной массе объединенной пробы при покусковом отборе, т. е. отборе в точечную пробу одного куска. С последующим увеличением массы точечной пробы растет и минимальная масса объединенной пробы [7].

Но так как с увеличением q_T снижается дисперсия точечных проб, то одновременно уменьшается число точечных проб N_T .

Эти изменения $q_{\text{н.м.}}$ и N_T весьма существенны (рис. 2.8).

Смысл этих зависимостей состоит в том, что с одинаковой погрешностью от неоднородного массива можно отобрать небольшую по массе объединенную пробу (точка *A*), но при этом придется разбивать массив на очень большое число элементов и отбирать очень большое число точечных проб. Но можно отобрать большую по массе объединенную пробу, приняв небольшое число точечных проб (точка *B*).

Подчеркнем, что объединенные пробы, соответствующие точкам *A* и *B*, имеют одинаковую случайную погрешность.

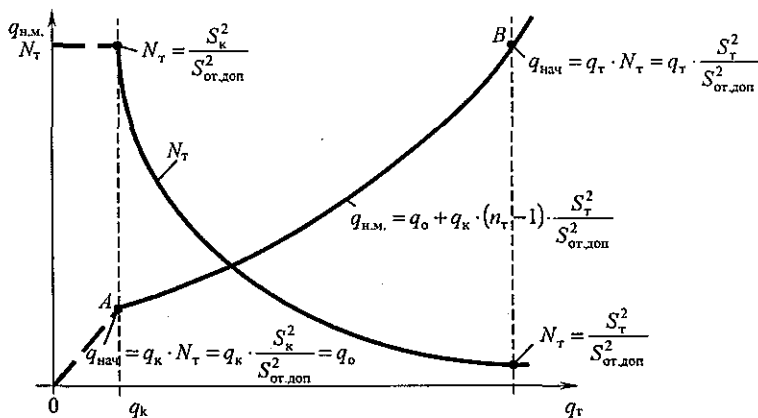


Рис. 2.8. Зависимости минимальной массы объединенной пробы и числа точечных проб от массы точечной пробы. Всегда $S_{\tau} \ll S_k$

Так как масса точечной пробы q_{τ} предопределяется первым принципом опробования, то практически отбирают объединенные пробы, соответствующие точке B . Это практично, так как отбирать небольшое число точечных проб легче.

Однако зависимость минимальной массы объединенной пробы от числа точечных проб может быть продолжена влево от точки A . Это соответствует случаю, когда в точечную пробу отбирается часть-куска, вплоть до массы, приближающейся к нулю. Тогда $q_{н.м.}$ приходит в точку ноль. Число точечных проб при этом должно быть очень большим.

Эта часть зависимости OA на практике используется довольно часто.

1. Известный метод «молотка и совка» и состоит в том, что в точечную пробу отбирают отбитый кусочек.

2. В пробу отбирают пыль, образующуюся при дроблении. Каждая пылинка — это маленькая часть, отбитая от куска.

3. Известен пробоотбиратель, снабженный зубками для откалывания в пробу небольших кусочков от исходных больших, в частности баровый пробоотбиратель для отбора малых точечных проб от потоков угля, содержащих куски большого размера.

Таким образом, объединенная проба с одинаковой случайной погрешностью может быть отобрана любой массы — практически от нуля до весьма большой величины, но при этом сильно меняется число точечных проб.

Закономерность опробования, представленная на рис. 2.8, является первой фундаментальной закономерностью опробования. Это противоположно направленные нелинейные зависимости минимальной массы объединенной пробы для неоднородного массива и числа точечных проб от массы точечной пробы.

Фундаментальная закономерность опробования для неоднородного массива приводит к выводу, что формирование объединенной пробы может быть обеспечено точечными пробами любой массы – от весьма малой (отдельные пылинки) до весьма большой (ковш погрузчика или экскаватора). Поэтому масса точечной пробы выбирается исходя из необходимости выполнения каких-либо дополнительных требований к отбору точечной пробы. Такими дополнительными требованиями является выполнение принципов опробования. Так, необходимо, чтобы ширина совка или ковша b должна быть больше $3d_{\max}$.

ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПРОБУЕМЫХ МАССИВОВ

3.1. Распределение массовой доли в опробуемом массиве

Отобранные в разных точках опробуемого массива пробы дадут после анализа различные значения массовой доли (рис. 3.1, а):

$$\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3.$$

Совокупность многих таких результатов описывается распределением массовой доли в точечных пробах $\omega(\alpha)$ (рис. 3.1, б). Для этого распределения может быть найдено среднее значение $\bar{\alpha}$ массовой доли, которое и считается массовой долей компонента для опробуемого массива.

Распределение массовой доли компонента является первичной и единственной полной характеристикой опробуемого массива.

Распределения массовой доли в опробуемых массивах получают постоянно с различными целями, характеризуя опробуемые массивы [13-16]. При этом получают весьма различные распределения.

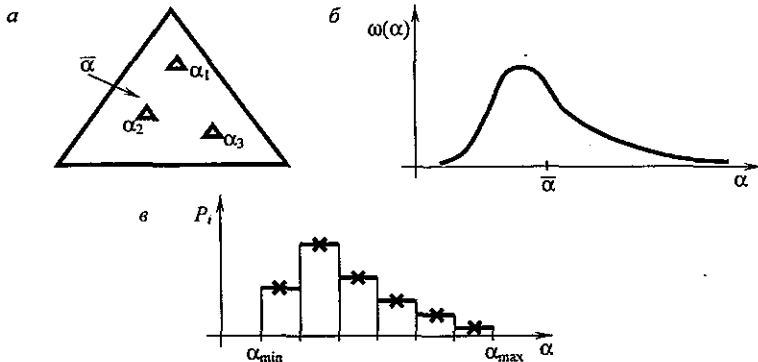


Рис. 3.1. К объяснению необходимости описания опробуемого массива распределением массовой доли:

а – точечные пробы в опробуемом массиве; б – распределение массовой доли в точечных пробах; в – гистограмма

Практически поступают так. Находят максимальное α_{\max} и минимальное α_{\min} значения среди полученных значений массовой доли в точечных пробах. Разбивают полученный диапазон $\alpha_{\max} - \alpha_{\min}$ на k интервалов, обычно 5-10, и находят доли результатов P_i , попадающих в i -й интервал:

$$P_i = \frac{N_i}{N},$$

где N – общее число точечных проб;

N_i — число проб, результаты определения массовой доли в которых попадают в i -й интервал.

После этого распределение представляют в виде гистограммы (рис. 3.1, в), отмечая в середине интервала значения P_i и проводя горизонтальные отрезки.

Для гистограммы обязательно выполняется условие:

$$\sum_i P_i = 1.$$

Для построения распределения выполняют преобразование:

$$\omega(\alpha_i) = \frac{P_i}{\Delta\alpha_i}.$$

И для распределения обязательно выполняется условие:

$$\int_{\alpha_{\min}}^{\alpha_{\max}} \omega(\alpha) d\alpha = 1.$$

Заметим, что P_i измеряется в долях единицы. Размерность же $\omega(\alpha_i)$ обратна размерности величины, откладываемой по оси абсцисс.

Среднее значение массовой доли в опробуемом массиве с помощью гистограммы определяется по формуле

$$\bar{\alpha} = \sum_i \alpha_i \cdot P_i.$$

Здесь α_i — значение массовой доли для середины i -го интервала.

С помощью распределения среднее значение массовой доли находится по формуле:

$$\bar{\alpha} = \int_{\alpha_{\min}}^{\alpha_{\max}} \alpha \cdot \omega(\alpha) d\alpha.$$

В итоге подчеркнем, что опробуемый массив полностью описывается распределением массовой доли в точечных пробах, в расчетах же и документах указывается одно число — среднее значение, которое является удобной, необходимой, но неполной характеристикой опробуемого массива.

Хотя распределения и являются полной характеристикой опробуемого массива, но они сложны и неудобны при использовании в расчетах. Поэтому используют точечные (числовые) их характеристики: среднюю массовую долю и дисперсию.

Средняя массовая доля в точечных пробах равной массы $\bar{\alpha}$:

$$\bar{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^{N_T} \alpha_i}{N_T},$$

где α_i — массовая доля в i -й точечной пробе;

N_T — число точечных проб.

Если массы q_i точечных проб не равны, то рассчитывается средневзвешенная массовая доля:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{\sum_{i=1}^{N_T} \alpha_i \cdot q_i}{\sum_{i=1}^{N_T} q_i}.$$

Величину отклонений массовой доли от среднего характеризует дисперсия

$$S_{\alpha}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{N_T} (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{N_T - 1}.$$

Можно найти дисперсию и с использованием взвешенной массовой доли, но, если массы точечных проб отличаются друг от друга не более чем на 20 %, заметной разницы в результате не будет.

Дисперсию среднего результата $\bar{\alpha}$ определяют по формуле

$$S_{\bar{\alpha}}^2 = \frac{S_{\alpha}^2}{N_T}.$$

Для оценки качества суммарных продуктов в партиях, для определенного контрольного периода, вычисления массы ценных компонентов и т. п. на фабриках всегда рассчитывают средневзвешенную массовую долю $\alpha_{\text{взв}}$, причем взвешивание проводят по сухой массе продуктов:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{\sum_i^N M_i \cdot (1 - W_i) \cdot \alpha_i}{\sum_i^N M_i \cdot (1 - W_i)}.$$

Здесь N – число усредняемых масс.

Используют также коэффициент вариации $V = \frac{S_{\alpha}}{\bar{\alpha}}$ в долях единицы или

$$V = \frac{S_{\alpha}}{\bar{\alpha}} \cdot 100 \% \text{ в процентах.}$$

Среднее значение массовой доли, дисперсию и коэффициент вариации нужно знать для использования в расчетах опробования.

Пример 3.1. Найти взвешенную массовую долю $\alpha_{\text{взв}}$ платины в четырех партиях рассыпной руды.

Дано: массовая доля платины в каждой партии α ;
масса партии M ;
влажность партии W .

Номер партии	1	2	3	4
α , г/т	0,7	4,1	1,8	1,7
M , т	600	500	1000	700
W , %	10	18	20	14

Решение:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{\sum_{i=1}^4 M_i \cdot (1 - W_i) \cdot \alpha_i}{\sum_{i=1}^4 M_i \cdot (1 - W_i)} =$$
$$= \frac{600 \cdot (1 - 0,1) \cdot 0,7 + 500 \cdot (1 - 0,18) \cdot 4,1 + 1000 \cdot (1 - 0,2) \cdot 1,8 + 700 \cdot (1 - 0,14) \cdot 1,7}{600(1 - 0,1) + 500(1 - 0,18) + 1000(1 - 0,2) + 700(1 - 0,14)} =$$
$$= \frac{378 + 1681 + 1440 + 1023,4}{540 + 410 + 800 + 602} = \frac{4522,4}{2352} = 1,9 \text{ г/г.}$$

Пример 3.2. Найти взвешенную массовую долю меди за сутки.

Дано: сменные данные:

Смены	1	2	3
α , %	2,1	2,8	3,5
M , т	9000	5000	7000
W , %	8	6	4

Решение:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{\sum_{i=1}^3 M_i \cdot (1 - W_i) \cdot \alpha_i}{\sum_{i=1}^3 M_i \cdot (1 - W_i)} =$$
$$= \frac{9000 \cdot (1 - 0,08) \cdot 2,1 + 5000 \cdot (1 - 0,06) \cdot 2,8 + 7000 \cdot (1 - 0,04) \cdot 3,5}{9000 \cdot (1 - 0,08) + 5000 \cdot (1 - 0,06) + 7000 \cdot (1 - 0,04)} =$$
$$= 2,74 \text{ \%}.$$

Пример 3.3. Найти $\bar{\vartheta}$, S_{ϑ} и V_{ϑ} .

Дано: За 10 смен получены массовые доли железа в хвостах:

$$\vartheta_1 = 4,7 \text{ \%}; \vartheta_2 = 4,9 \text{ \%}; \vartheta_3 = 2,1 \text{ \%}; \vartheta_4 = 5,6 \text{ \%}; \vartheta_5 = 3,9 \text{ \%};$$

$$\vartheta_6 = 3,4 \text{ \%}; \vartheta_7 = 5,0 \text{ \%}; \vartheta_8 = 4,0 \text{ \%}; \vartheta_9 = 2,8 \text{ \%}; \vartheta_{10} = 3,6 \text{ \%}.$$

Решение:

$$\bar{\vartheta} = \frac{\sum_{i=1}^N \vartheta_i}{N} = \frac{4,7 + 4,9 + 2,1 + 5,6 + 3,9 + 3,4 + 5,0 + 4,0 + 2,8 + 3,6}{10} = 4,0 \text{ \%};$$

$$\begin{aligned}
 S_{\bar{\vartheta}}^2 &= \frac{\sum_{i=1}^N (\vartheta_i - \bar{\vartheta})^2}{N-1} = \\
 &= \frac{(4,7-4,0)^2 + (4,9-4,0)^2 + (2,1-4,0)^2 + (5,6-4,0)^2 + (3,9-4,0)^2 + \\
 &+ (3,4-4,0)^2 + (5,0-4,0)^2 + (4,0-4,0)^2 + (2,8-4,0)^2 + (3,6-4,0)^2}{10-1} = 1,15 \%^2 \\
 S_{\bar{\vartheta}} &= 1,07 \%; \\
 V_{\bar{\vartheta}} &= \frac{S_{\bar{\vartheta}}}{\bar{\vartheta}} \cdot 100 = \frac{1,07}{4,0} \cdot 100 = 26,75 \%.
 \end{aligned}$$

Напомним, что средневзвешенная массовая доля и средняя массовая доля отличаются друг от друга.

3.2. Особенности средневзвешенных величин, среднеквадратичных отклонений и коэффициентов вариации

Реальные изменения массовой доли меди и молибдена на обогатительной фабрике в течение месяца приведены на рис. 3.2 и 3.3. На графиках приведены сменные и суточные результаты, а также кривая изменения накопленного (средневзвешенного) значения массовой доли.

Средневзвешенные значения массовой доли за месяц: меди $\alpha_{взв} = 0,555 \%$; молибдена $\alpha_{взв} = 0,0183 \%$.

Среднеквадратичные отклонения за месяц по среднесуточным данным составили, %: для меди $S_{Cu \text{ сут}} = 0,03$, для молибдена $S_{Mo \text{ сут}} = 0,00185$, а по среднесменным данным $S_{Cu \text{ см}} = 0,055$, $S_{Mo \text{ см}} = 0,00245$.

Соответствующие коэффициенты вариации составили, %:

$$V_{Cu \text{ сут}} = 5,4, V_{Mo \text{ сут}} = 10$$

и

$$V_{Cu \text{ см}} = 10, V_{Mo \text{ см}} = 13,4.$$

Отметим следующее: среднеквадратичные отклонения и коэффициенты вариации зависят не только от того, какие результаты используются для расчета, но и от того, для какого контрольного периода они найдены.

На рис. 3.4 и 3.5 приведены зависимости дисперсии массовой доли в зависимости от того, для какого контрольного периода они найдены.

На рис. 3.6 показано, как меняется коэффициент вариации в зависимости от того, усредненные за какой период результаты использованы для расчета.

Приведенные функции показывают, что использование таких характеристик, как дисперсия и коэффициент вариации, должно сопровождаться указанием, по каким результатам они получены, т. е. для какого контрольного периода (или величины опробуемого массива), и по насколько усредненным результатам.

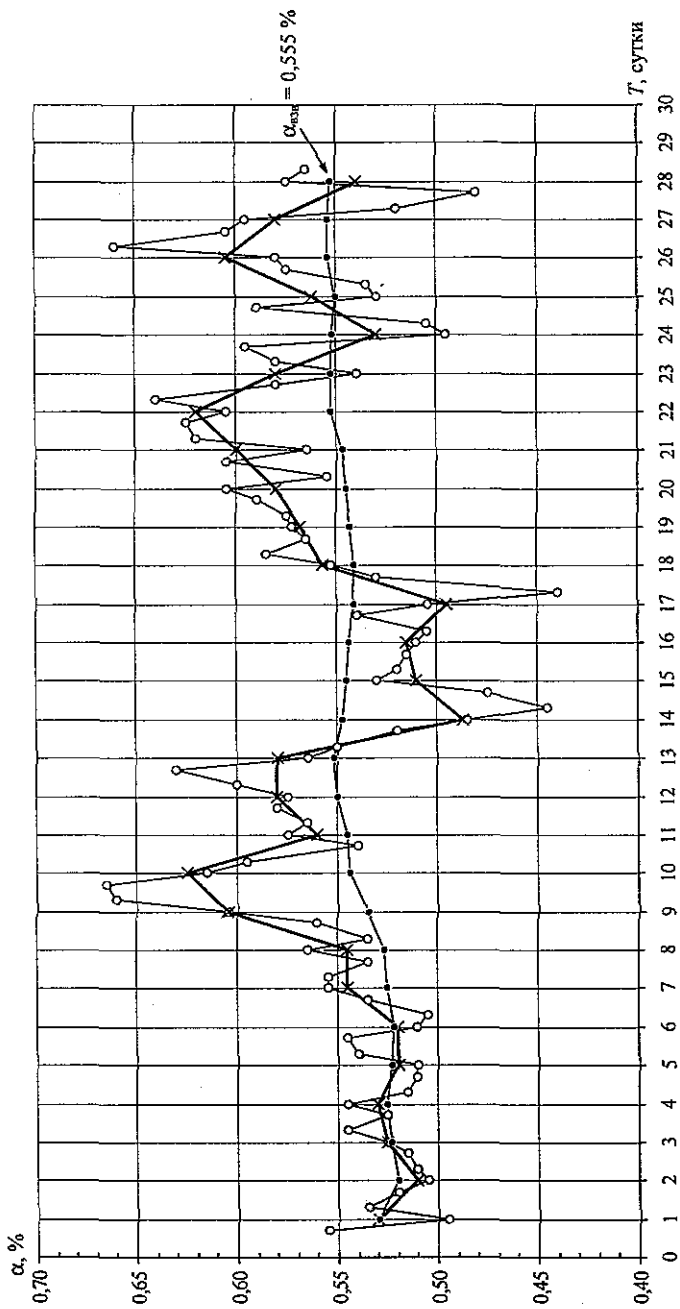


Рис. 3.2. Графики изменения массовой доли меди в течение месяца:

○ - сменные значения массовой доли;

X - суточные значения массовой доли;

● - накопленные значения массовой доли с начала месяца

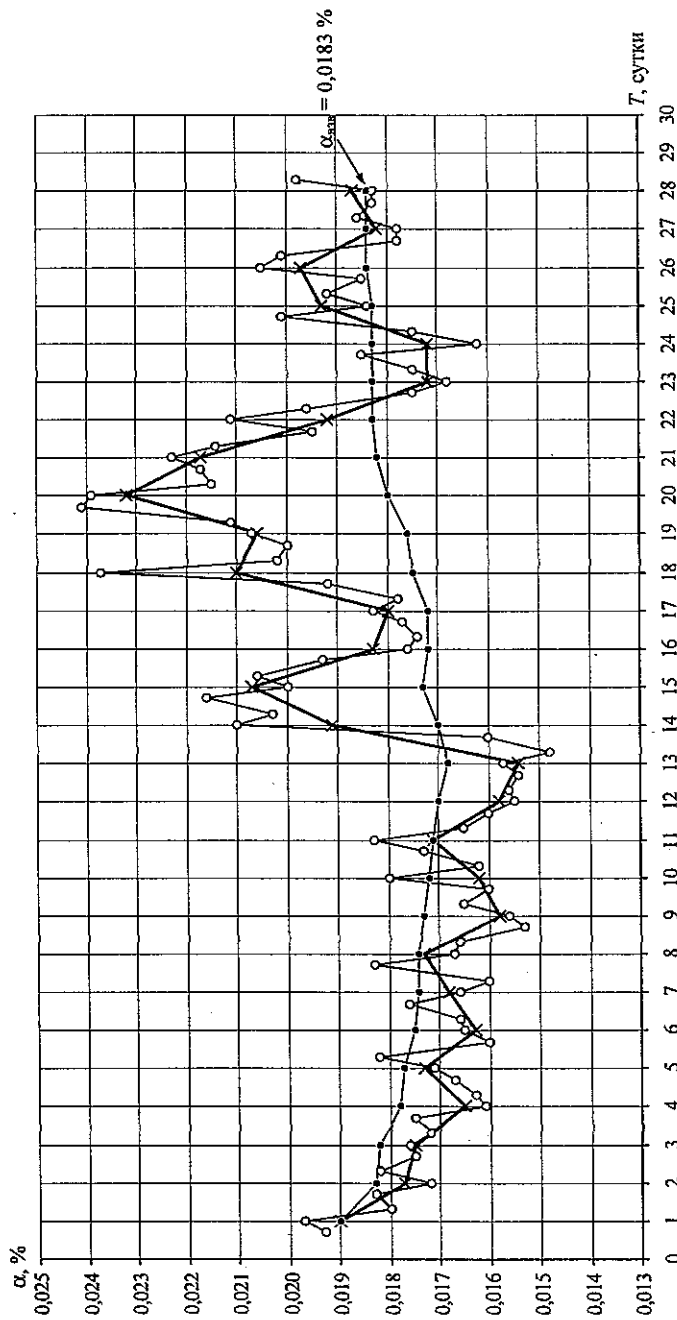


Рис. 3.3. Графики изменения массовой доли молибдена в течение месяца:

- - сменные значения массовой доли;
- X - суточные значения массовой доли;
- - накопленные значения массовой доли с начала месяца

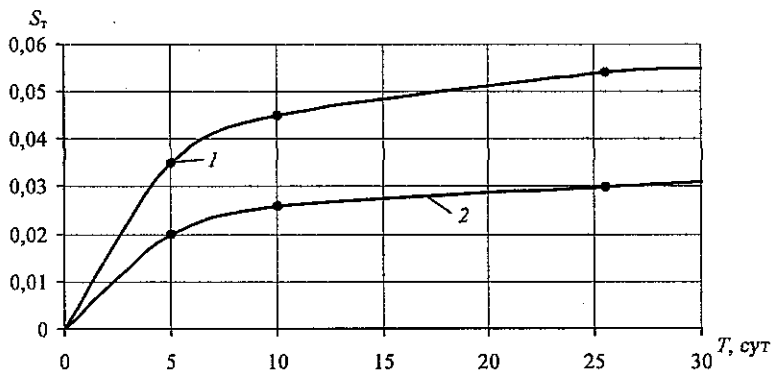


Рис. 3.4. Зависимость дисперсии массовой доли меди в точечных пробах от контрольного периода по сменным (1) и суточным (2) результатам

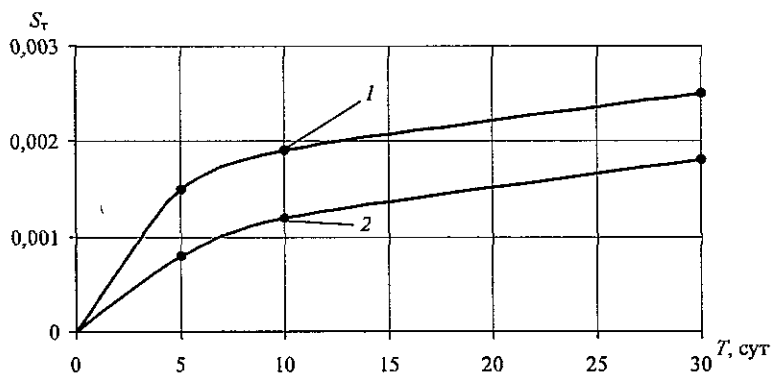


Рис. 3.5. Зависимость дисперсии массовой доли молибдена в точечных пробах от контрольного периода по сменным (1) и суточным (2) результатам

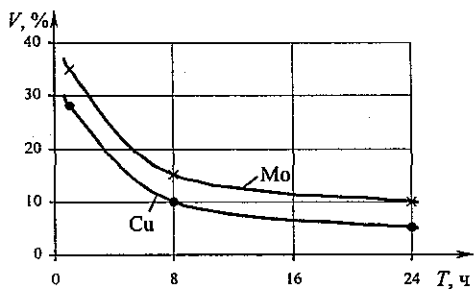


Рис. 3.6. Изменение коэффициента вариации с изменением периода накопления проб

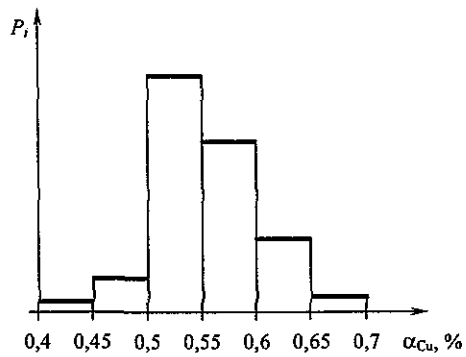


Рис. 3.7. Распределение массовой доли меди в руде

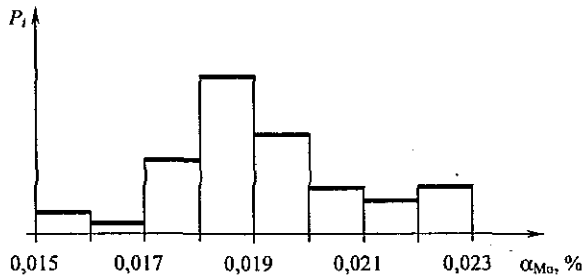


Рис. 3.8. Распределение массовой доли молибдена в руде

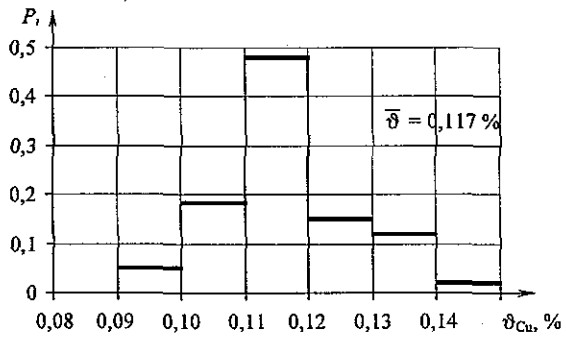


Рис. 3.9. Распределение массовой доли меди в хвостах

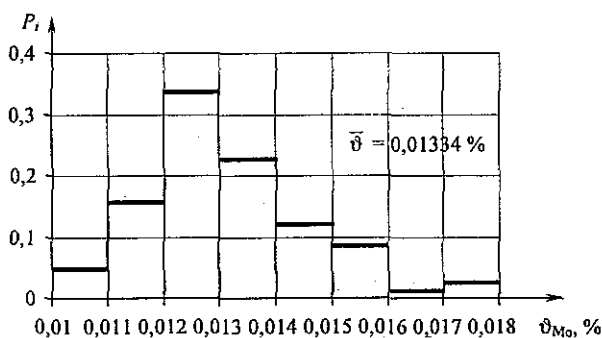


Рис. 3.10. Распределение массовой доли молибдена в хвостах

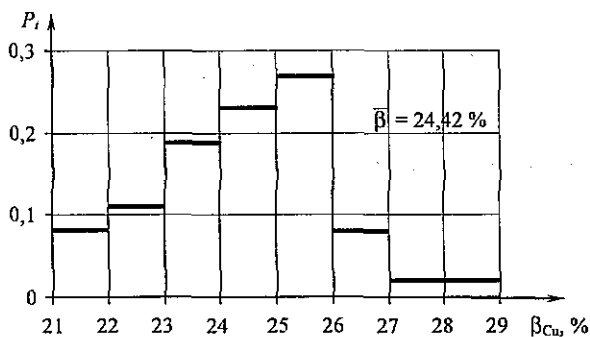


Рис. 3.11. Распределение массовой доли меди в концентрате

Реальные распределения меди и молибдена в руде по сменным пробам приведены на рис. 3.7 и 3.8. Хорошо заметна асимметрия как по меди, так и по молибдену. Аналогичные распределения меди и молибдена в хвостах приведены на рис. 3.9 и 3.10. Асимметрия заметна еще больше.

Для сравнения приведено левоасимметричное распределение для массовой доли меди в концентрате (рис. 3.11).

3.3. Экспериментально получаемые распределения массовой доли в точечных пробах

Распределение массовой доли в точечных пробах как единственную полную характеристику опробуемого массива получают достаточно часто [14-17] и обычно стремятся обосновать сходство с нормальным распределением.

Подчеркнем, что распределения массовой доли в точечных пробах всегда асимметричны, т. е. не нормальны, и доказывать их нормальность не только

бесполезно, но может быть и вредно, так как при этом могут быть утеряны тонкие эффекты, связанные с асимметрией распределений.

Кроме этого, следует выделить и то обстоятельство, что распределение, полученное для конкретного опробуемого массива, не является неизменным. Оно меняется с изменением массы точечной пробы. Другими словами, если один и тот же продукт опробовать точечными пробами разной массы, то будут получены различные распределения, и, как правило, все асимметричные (рис. 3.12).

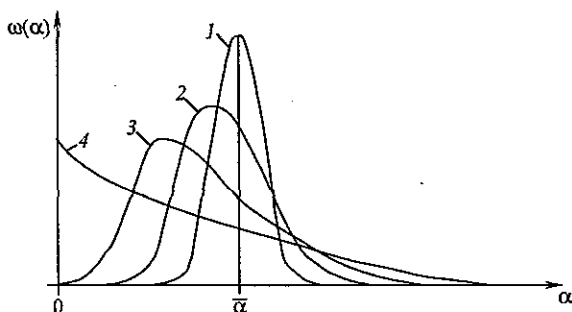


Рис. 3.12. Распределения, которые могут быть получены для одного и того же опробуемого массива при опробовании точечными пробами разной массы:

1 – очень большой; 2 – средней; 3 – малой; 4 – супермалой

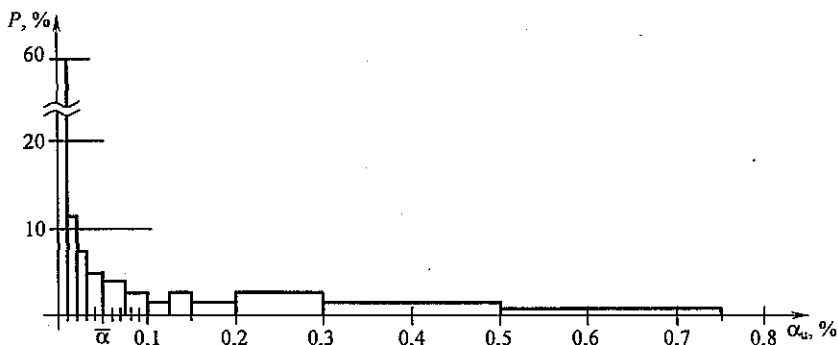


Рис. 3.13. Распределение массовой доли в точечных пробах урановой руды

Приведем характерные примеры фактически полученных распределений.

На рис. 3.13 приведено распределение массовой доли урана в кусках урановой руды в классе $-60+25$ мм [18]. Так как точечные пробы супермалые (отдельные куски), то и распределение предельно асимметрично.

Гистограмма распределения железа в хвостах магнитной сепарации приведена в работе [19] (рис. 3.14).

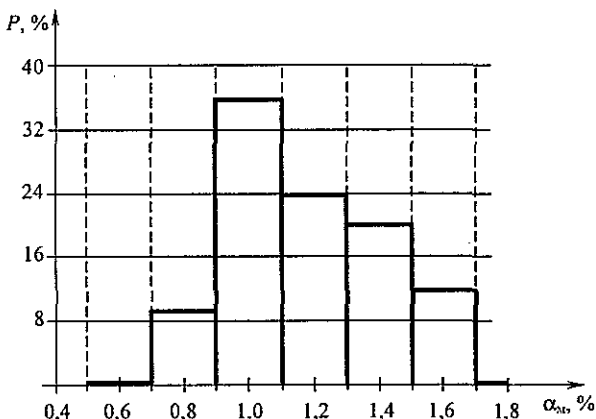


Рис. 3.14. Распределение массовой доли железа в хвостах магнитной сепарации

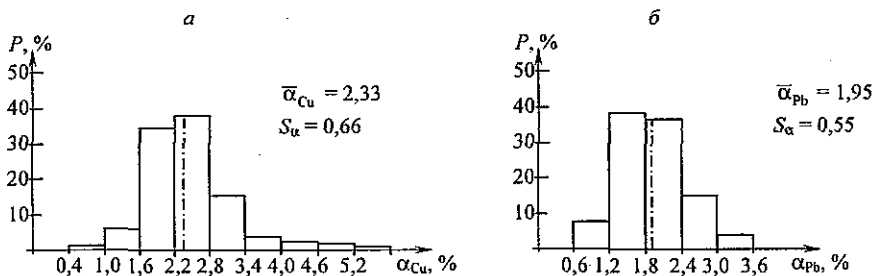


Рис. 3.15. Распределение массовой доли меди (а) и свинца (б) в руде

Видно, что распределение также правоасимметрично, но, так как точечные пробы достаточно велики, асимметрия менее заметна.

В работе [20] приведены гистограммы распределения массовой доли меди и свинца в руде и концентратах (рис. 3.15 и 3.16).

Асимметрия массовой доли в руде заметна, также заметна она и в одноименных концентратах. В одноименных концентратах асимметрия практически не заметна, хотя для свинца в свинцовом концентрате заметна вытянутая влево ветвь.

Характерна левосторонняя асимметрия для извлечений как меди в медный, так и свинца в свинцовый концентраты.

На основе выборок, каждая из которых содержала около 100 результатов, получены распределения массовой доли благородных металлов в руде и продуктах обогащения ряда фабрик [21].

На рис. 3.17 и 3.18 представлены гистограммы распределений.

Распределения имеют характерную правостороннюю асимметрию.

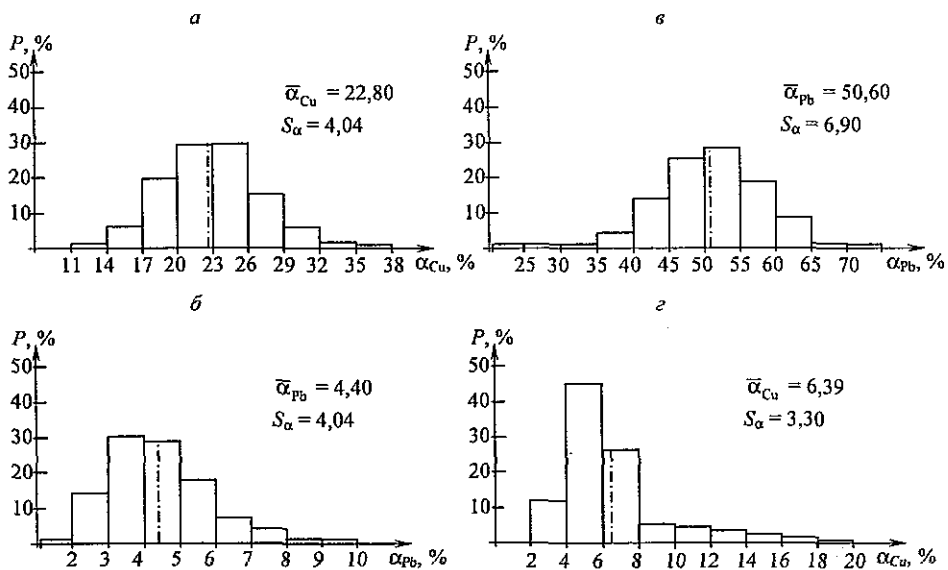


Рис. 3.16. Распределение массовой доли меди (а) и свинца (б) в одноименных концентратах и меди (б) и свинца (г) – в разноименных концентратах

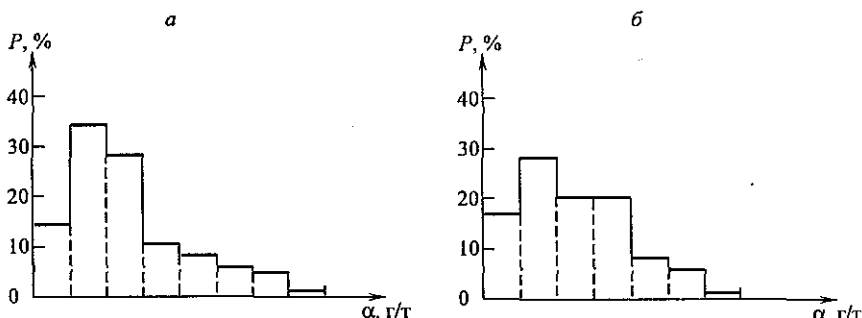


Рис. 3.17. Распределение массовой доли платины в рудном сливе (а) и никелевом концентрате (б). Норильский ГМК

Установление различных коэффициентов для левой и правой границ при определении доверительных интервалов вряд ли имеет большое практическое значение. Действительно в работе [6] было предложено вместо $K = 2$ в формуле $\Delta\alpha = K S_{\alpha}$ применять следующие коэффициенты: $-\Delta\alpha = -K_1 S_{\alpha}$ и $+\Delta\alpha = K_2 S_{\alpha}$, в зависимости от коэффициентов вариации:

$V < 20 \%$	$K_1 = 1,89$	$K_2 = 2,11$
$20 \leq V \leq 33 \%$	$K_1 = 1,73$	$K_2 = 2,27$
$V > 33 \%$	$K_1 = 1,52$	$K_2 = 2,48.$

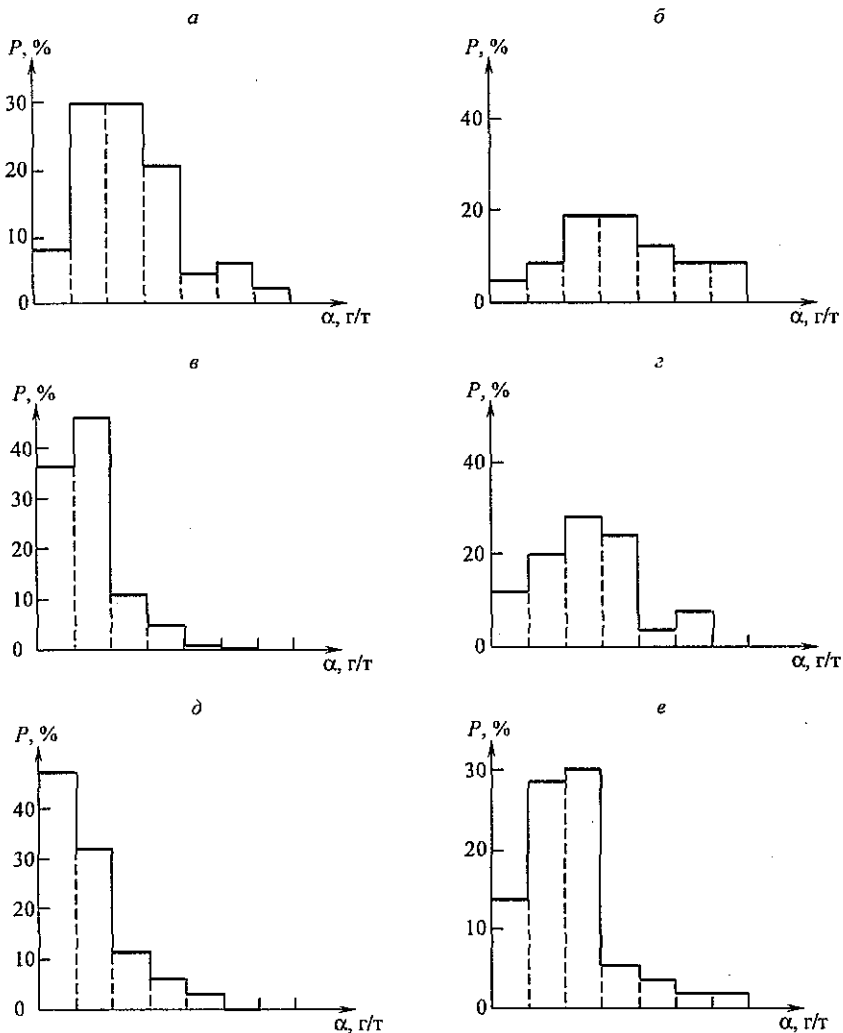


Рис. 3.18. Распределение массовой доли золота в руде (а и б), медных концентратах (в и г) и хвостах (д и е)

Учитывая, что среднеквадратичное отклонение всегда устанавливается с достаточно большой погрешностью, да и диапазоны V велики, отличия коэффициентов K_1 и K_2 на 5-25 % от $K = 2$ можно признать несущественными и всегда применять $K = 2$.

3.4. Теоретические распределения

3.4.1. Распределение массовой доли в точечных пробах при покусковом опробовании продуктов, не содержащих сростков

Назовем покусковым опробованием такой отбор проб, при котором в точечную пробу отбирают один кусок.

Допустим, что в опробуемом массиве все куски одинакового размера и полностью раскрыты.

Полностью раскрытый кусок представлен либо чистым минералом, либо породой. В результате анализа таких проб могут быть получены только два числа: β_m – массовая доля определяемого компонента в чистом минерале и 0 (ноль) – массовая доля определяемого компонента в пустой породе. В итоге при покусковом опробовании будет получена гистограмма, состоящая из двух столбцов (рис. 3.19). На рисунках правые столбцы соответствуют доле минеральных зерен, а левые – породных.

Равные куски минерала и породы имеют разные массы, поэтому представленные распределения являются объемными, а не массовыми.

Представленные на рис. 3.19 гистограммы (распределения) являются универсальными для любой руды, хвостов или концентрата и поэтому имеют для опробования фундаментальное значение.

Их особенностью является асимметричность. Столбцы, как правило, являются разными по высоте. Обычно для руды и хвостов правые столбики намного меньше левых, а для концентратов – наоборот.

Поэтому распределения для руды и хвостов будем считать правоасимметричными, а для концентратов – левоасимметричными.

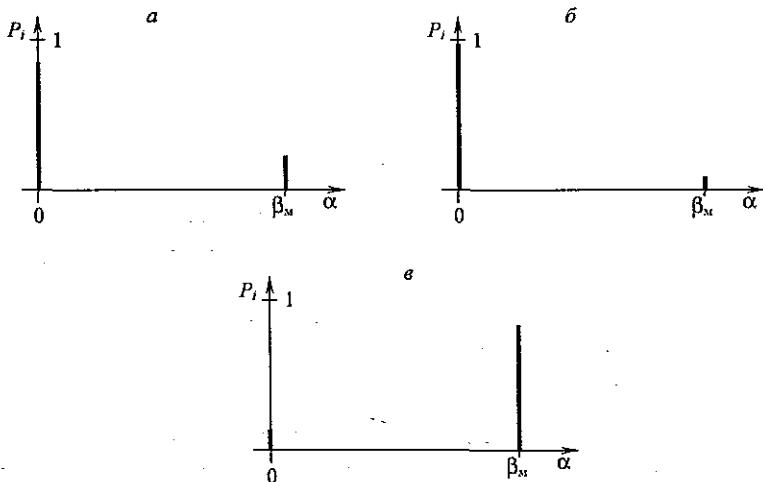


Рис. 3.19. Гистограммы, получаемые при покусковом опробовании: а – для руды; б – для хвостов; в – для концентрата

Достоинством этих гистограмм является то, что их можно построить, зная лишь массовую долю определяемого минерала в опробуемом массиве.

3.4.2. Покусковая дисперсия – фундаментальная характеристика опробуемого массива

Распределение массовой доли при покусковом опробовании, имеющее одинаковый вид для любых опробуемых массивов, является фундаментальной характеристикой опробуемого массива.

Соответственно, фундаментальной характеристикой является и найденная на его основе покусковая дисперсия S_k^2 . Ее формула

$$S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_p} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_m} + \frac{\alpha \cdot \rho_p}{\beta_m \cdot \rho_m} \right)^2.$$

Покусковая дисперсия зависит от четырех величин: плотности минерала и породы (ρ_m и ρ_p) и массовой доли компонента в минерале и руде (β_m и α).

Зависимость покусковой дисперсии S_k^2 от массовой доли α представлена на рис. 3.20.

В диапазоне $\alpha < 0,1\beta_m$ формула покусковой дисперсии имеет простой вид:

$$S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_p} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha) \quad \text{и даже} \quad S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_p} \cdot \alpha \cdot \beta_m.$$

Покусковая дисперсия является фундаментальной характеристикой опробуемого массива.

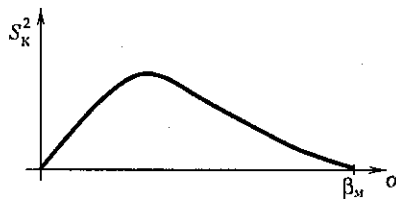


Рис. 3.20. Зависимость покусковой дисперсии от массовой доли α

Пример 3.4. Найти покусковую дисперсию S_k^2 для железной руды при различных значениях массовой доли железа ($\alpha = 0\%$, 10% , 20% , 30% , 40% , 60%) и построить зависимость покусковой дисперсии S_k^2 от массовой доли α .

Дано: плотность магнетита $\rho_m = 5000 \text{ кг/м}^3$;
 плотность породы $\rho_p = 3000 \text{ кг/м}^3$;
 массовая доля железа в минерале (магнетите) $\beta_m = 72,6\%$.

Решение:

$$S_K^2 = \frac{\rho_M}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_M} + \frac{\alpha \cdot \rho_n}{\beta_M \cdot \rho_M} \right)^2.$$

Для $\alpha = 0\%$ $S_K^2 = 0$.

Для $\alpha = 10\%$ $S_K^2 = \frac{5000}{3000} \cdot 10 \cdot (72,6 - 10) \cdot \left(1 - \frac{10}{72,6} + \frac{10 \cdot 3000}{72,6 \cdot 5000} \right)^2 = 933\% ^2$.

Для $\alpha = 20\%$ $S_K^2 = 1395\% ^2$.

Для $\alpha = 30\%$ $S_K^2 = 1484\% ^2$.

Для $\alpha = 40\%$ $S_K^2 = 1336\% ^2$.

Для $\alpha = 60\%$ $S_K^2 = 565\% ^2$.

Для $\alpha = 72,6\%$ $S_K^2 = 0\% ^2$.

По полученным результатам строим зависимость 1 на рис. 3.21.

Покусковая дисперсия по упрощенной формуле

$$S_K^2 = \frac{\rho_M}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha).$$

Для $\alpha = 0$ $S_K^2 = 0$.

Для $\alpha = 10\%$ $S_K^2 = 1043\% ^2$.

Для $\alpha = 20\%$ $S_K^2 = 1753\% ^2$.

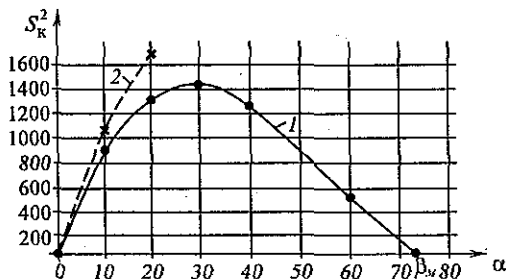


Рис. 3.21. Изменение S_K^2 от α (1) и аппроксимация (2)

По этим данным построена зависимость 2 на рис. 3.21.

Упрощенная формула справедлива в диапазоне $\alpha < 0,1\beta_M$.

Вывод формулы покусковой дисперсии

Числовая доля кусков определяемого минерала

$$P = \frac{n_M}{n} = \frac{n_M}{n_n + n_M}.$$

Дисперсия числовой доли

$$S_p^2 = P \cdot \frac{1-P}{n}$$

Массовая доля компонента в пробе

$$\alpha = \frac{n_M \cdot \beta_M \cdot q_M}{n_{II} \cdot q_{II} + n_M \cdot q_M} = \frac{\beta_M \cdot q_M}{q_{II} \cdot \left(\frac{1}{P} + \frac{q_M}{q_{II}} - 1 \right)}$$

Отсюда

$$\frac{1}{P} = \frac{\beta_M \cdot q_M}{\alpha \cdot q_{II}} - \frac{q_M}{q_{II}} + 1$$

Дисперсия массовой доли

$$S_\alpha^2 = \left(\frac{\partial \alpha}{\partial P} \right)^2 \cdot S_p^2 = \left[\frac{\beta_M \cdot q_M}{q_{II}} \cdot \frac{1}{P^2 \cdot \left(\frac{1}{P} + \frac{q_M}{q_{II}} - 1 \right)^2} \right]^2 \cdot P \cdot \frac{1-P}{n} =$$

$$= \left[\alpha^2 \cdot \frac{1}{P^2} \cdot \frac{q_{II}}{\beta_M \cdot q_M} \right]^2 \cdot P \cdot (1-P) \cdot \frac{1}{n} = \frac{1}{n} \cdot \frac{q_M}{q_{II}} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_M} + \frac{\alpha \cdot q_{II}}{\beta_M \cdot q_M} \right)^2$$

При покусковом опробовании $n = 1$, а массы кусков $q_M = \rho_M d^3$ и $q_{II} = \rho_{II} d^3$. Размеры кусков сократятся, и формула примет окончательный вид:

$$S_k^2 = \frac{\rho_M}{\rho_{II}} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_M} + \frac{\alpha \cdot \rho_{II}}{\beta_M \cdot \rho_M} \right)^2$$

3.4.3. Распределение массовой доли в точечных пробах, состоящих из n кусков

Если в точечную пробу отбирать больше, чем один кусок, то число столбцов гистограммы изменится. Так, если в точечную пробу отбирать по два куска, то возможны три ситуации: оба куска чистого минерала, оба куска пустой породы и один кусок минерала, а другой — породы. Соответственно гистограмма будет состоять из трех столбцов.

В общем случае столбцов может быть много. Массовую долю для каждого столбца можно найти по формуле:

$$\alpha_{m, n_T} = \frac{m \cdot \rho_M \cdot d^3 \cdot \beta_M}{n_T \cdot \rho \cdot d^3} = \frac{m}{n_T} \cdot \frac{\rho_M}{\rho} \cdot \beta_M$$

Здесь n_T — число кусков материала, отбираемое в точечную пробу;

m — число кусков минерала, попавшее в точечную пробу;

ρ_M — плотность минерала;

ρ — плотность пробы;

β_M — массовая доля определяемого компонента в минерале.

При этом

$$\rho = \frac{m \cdot \rho_m \cdot d^3 + (n_T - m) \cdot \rho_n \cdot d^3}{n_T \cdot d^3} = \frac{m}{n_T} \cdot \rho_m + \left(1 - \frac{m}{n_T}\right) \cdot \rho_n.$$

Здесь ρ_n — плотность породы.

Высота столбцов определится по формуле:

$$P_{m, n_T} = \frac{n_T!}{m! \cdot (n_T - m)!} \cdot P_M^m \cdot (1 - P_M)^{n_T - m}.$$

Здесь \bar{m} — среднее число кусков минерала в пробе;

n_T — число кусков, составляющих точечную пробу.

P_{m, n_T} — доля проб, состоящих из n_T кусков, в которые попало по m кусочков чистого минерала;

P_M — числовая доля зерен минерала в опробуемом массиве.

Приблизительно

$$P_M = \frac{\bar{m}}{n_T}.$$

Распределение массовой доли в точечных пробах, состоящих из n_T кусков, сохраняет свою асимметричность. Оно может быть рассчитано, но в связи с большим числом столбцов практические расчеты по формуле P_{m, n_T} не выполняются.

Практические расчеты и принципиальные выводы можно сделать для важного частного случая, когда n_T велико, т. е. в точечную пробу отбирают много кусков, а \bar{m} мало, т. е. в точечную пробу попадает небольшое число кусков минерала, следовательно, $n_T \gg \bar{m}$.

Преобразуем выражение для P_{m, n_T} так:

$$P_{m, n_T} = \frac{n_T \cdot (n_T - 1) \cdot (n_T - 2) \dots (n_T - m)!}{m! \cdot (n_T - m)!} \cdot \left(\frac{\bar{m}}{n_T}\right)^m \cdot \left(1 - \frac{\bar{m}}{n_T}\right)^{n_T - m}.$$

Так как $n_T \gg \bar{m}$:

$$P_{m, n_T} = \frac{n_T^m \cdot \bar{m}^m}{m! \cdot n_T^m} \cdot \left(1 - \frac{\bar{m}}{n_T}\right)^{n_T} = \frac{\bar{m}^m}{m!} \cdot e^{-\bar{m}}.$$

Видим, что распределение зависит только от m и может быть обозначено P_m :

$$P_m = \frac{\bar{m}^m}{m!} \cdot e^{-\bar{m}} \text{ — это формула Пуассона.}$$

По этой формуле легко построить распределение минерала в точечных пробах, состоящее из ряда столбцов (рис. 3.22).

Число кусков минерала m может принимать любые целые значения от нуля и выше (0, 1, 2, 3 и т. д.). Среднее значение \bar{m} может быть дробным.

Полученные значения можно объединить кривой, имеющей вид распределения. Так как m безразмерно, то это правомерно.

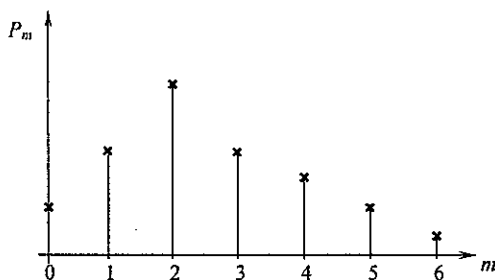


Рис. 3.22. Расчетное распределение по формуле Пуассона

Построенные для малых m распределения крайне асимметричны (рис. 3.23).

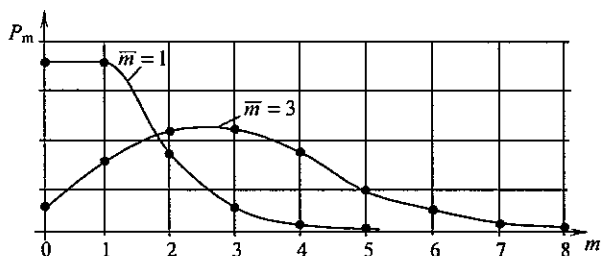


Рис. 3.23. Расчетные распределения массовой доли для $\bar{m} = 1$ и $\bar{m} = 3$

Пример 3.5. Построить гистограмму распределения массовой доли в точечных пробах $P_m = f(m)$, где m — число зерен, содержащих определяемый компонент и находящихся в точечной пробе.

Дано: масса навески $q = 50$ г;

массовая доля золота в опробуемом массиве $\alpha = 0,7$ г/г;

крупность материала навески $d = 0,1$ мм;

плотность золота $\rho_m = 18000$ кг/м³;

золотинки состоят из чистого золота $\beta_m = 100$ %;

коэффициент формы $f = 0,5$;

плотность породы $\rho_n = 3000$ кг/м³.

Решение:

Находим среднее значение числа золотинки в точечных пробах:

$$\bar{m} = \frac{q \cdot \alpha}{f \cdot \rho_m \cdot d^3 \cdot \beta_m} = \frac{50 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot 0,7 \cdot 10^{-6} \text{ д. е.}}{0,5 \cdot 18000 \text{ кг/м}^3 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 \text{ м}^3 \cdot 1 \text{ д. е.}} = 3,89 \text{ штук.}$$

$$P_m = \frac{\bar{m}^m}{m!} \cdot e^{-\bar{m}} = \frac{3,89^m}{m!} \cdot e^{-3,89} = 0,0205 \cdot \frac{3,89^m}{m!}$$

Меняя m , получим:

m	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
P_m	0,02	0,08	0,155	0,20	0,195	0,152	0,098	0,055	0,027	0,01	0,004

Построим распределение массовой доли (рис. 3.24).

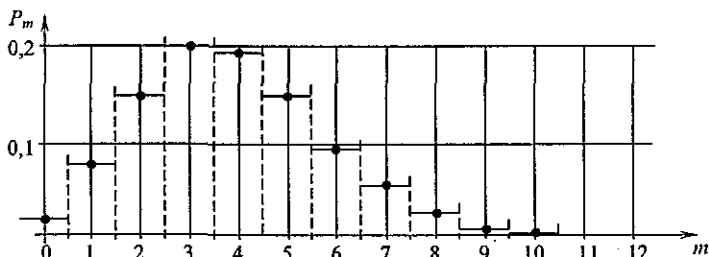


Рис. 3.24. Распределение массовой доли для $\bar{m} = 3,89$

Для пересчета оси m в ось массовой доли α следует массу золота одной золотины разделить на массу пробы:

$$\alpha = \frac{f \cdot \rho_M \cdot d^3 \cdot \beta_M}{q} = \frac{0,5 \cdot 18000 \text{ кг/м}^3 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 \text{ м}^3 \cdot 10^6 \text{ г/т}}{50 \cdot 10^{-3} \text{ кг}} = 0,18 \text{ г/т}$$

Это значит, что одна единица m соответствует массовой доле 0,18 г/т.

Тогда ось α будет соответствовать 0,18 m г/т.

Если бы крупность материала была бы 0,2 мм, то при расчете по тем же формулам было бы получено: $\bar{m} = 0,49$ и $\alpha = 1,44m$ г/т.

m	0	1	2	3	4
P_m	0,61	0,30	0,074	0,012	0,001

Распределение, соответствующее этому случаю, приведено на рис. 3.25.

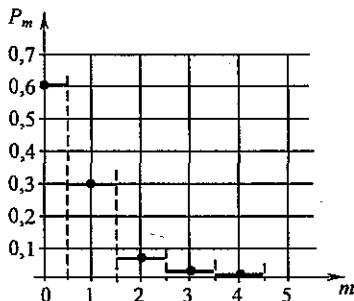


Рис. 3.25. Распределение массовой доли для $\bar{m} = 0,49$

*Экспериментальное определение распределения массовой доли
в точечных пробах для раскрытого продукта*

С целью экспериментальной проверки того факта, что в точечных пробах, отобранных от тщательно перемешанного массива, массовая доля будет различной, взят искусственно созданный массив кварцевой крупки крупностью – 3+1,4 мм, в который были помещены цветные маркеры той же крупности, которые могли быть легко пересчитаны.

Таблица 3.1

Распределения, полученные экспериментально (Э) и теоретически (Т)

Условия		Число маркеров m в точечных пробах						
		0	1	2	3	4	5	
среднее число маркеров $\bar{m} = 0,4$	масса точечной пробы, г 80	Э	0,63	0,31	0,058	0	0	0
		Т	0,67	0,27	0,054	0,007	0	0
$\bar{m} = 0,63$	100	Э	0,53	0,33	0,10	0,03	0	0
		Т	0,53	0,33	0,11	0,02	0,003	0
$\bar{m} = 0,8-1,0$	120	Э	0,41	0,39	0,14	0,046	0,008	0
		Т	0,39	0,37	0,17	0,053	0,012	0,002
$\bar{m} = 1,5$	140	Э	0,22	0,33	0,27	0,14	0,031	0,016
		Т	0,22	0,34	0,25	0,13	0,047	0,014

Квартованием и с помощью желобчатого сократителя было отобрано по 150 точечных проб массой от 80 до 140 г, в которых в среднем могло оказаться небольшое число маркеров. В каждой из точечных проб было подсчитано число маркеров и найдены экспериментальные распределения (Э).

Для каждого распределения найдено среднее число маркеров \bar{m} , которое должно было бы оказаться в каждой точечной пробе, и по формуле Пуассона найдены теоретические значения распределений (Т). Совпадение почти идеальное (табл. 3.1).

Эти распределения имеют фундаментальное значение для понимания результатов опробования. В частности, еще раз следует подчеркнуть, что точечные пробы (в том числе навески для анализа) принципиально различны, т. е. одна от другой по массовой доле отличаются, в некоторых случаях очень сильно. Так, в приведенных примерах распределений видно, что среди совершенно одинаковых по технологии отбора точечных проб могут быть пробы, не имеющие ни одного маркера, и могут быть пробы, имеющие по 2-3 и более маркера.

Второй экспериментально подтвержденный вывод, что распределения массовой доли в точечных пробах принципиально асимметричны и проверять их на нормальность не имеет никакого смысла.

Экспериментальное определение распределения массовой доли в точечных пробах (навесках) выполнено на смеси кварца крупностью –0,1 мм и железных опилок крупностью –0,2+0,1 мм [22]. Средняя массовая доля опилок составила 0,02 % (0,2 г опилок на 1000 г кварца). Сокращение перемешанной

пробы квадратованием (80 микропорций) и способом линейки длиной 200 см (240 микропорций) показало, что в 10 параллельных навесках отклонения массовой доли опилок составляют 20-70 %.

Для реального продукта, измельченного до крупности $-0,1$ мм (при остатке класса $+0,1$ мм от 0,01 до 0,03 %) были отобраны аналитические навески массой 5, 10 и 25 г. Показано, что увеличение числа микропорций с 70 до 370 уменьшает разброс массовой доли платины в 2 раза.

3.4.4. Покусковая дисперсия для сростков

Покусковая дисперсия является фундаментальной характеристикой опробуемого массива. Однако полученная в п. 3.3 формула описывает только раскрытые продукты, т. е. не имеющие сростков.

Естественно, получение формулы требует допущений. Допустим, что все сростки (а крупность всех кусков одинакова) одинаковы и содержат одинаковое число кубических зерен размером d_3 . Заменим характеристику куска минерала β_m характеристикой сростка β_{cp} . Так как сростки – это обычно бедные продукты, то запишем упрощенную формулу:

$$S_{k\text{ cp}}^2 = \frac{\rho_{cp}}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot \beta_{cp}.$$

Найдем β_{cp} :

$$\beta_{cp} = \frac{n_3 \cdot \rho_m \cdot d_3^3 \cdot \beta_m}{\rho_{cp} \cdot d^3}.$$

Видим, что в выражении β_{cp} есть неопределенная величина – число зерен минерала в сростке n_3 .

Можно предложить три простые модели сростков (рис. 3.26): редкую равномерную, жильную и слоистую вкрапленность.

За основу взято кубическое зерно минерала объемом d_3^3 . Тогда для редкой равномерной вкрапленности $n_3 = 1$; для жильной – $n_3 = d / d_3$; для слоистой – $n_3 = d^2 / d_3^2$.

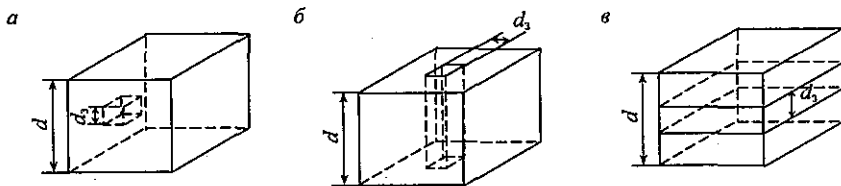


Рис. 3.26. Три простые модели сростков:
а – редкая равномерная вкрапленность; *б* – жильная вкрапленность;
в – слоистая вкрапленность

Общая формула для n_3 :

$$n_3 = \left(\frac{d}{d_3} \right)^b,$$

т. е. для редкой равномерной вкрапленности $b = 0$; для жильной — $b = 1$ и для слоистой — $b = 2$. Предельным случаем является массивная руда (она же вскрытая), для которой $b = 3$, но и $d_3 = d$.

Необходимо также введение понятия неравномерной вкрапленности, для которой ориентировочно можно принять $b = 1,5$.

С учетом полученного выражения для n_3 :

$$\beta_{\text{ср}} = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{ср}}} \cdot \beta_{\text{м}} \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^3 \cdot \left(\frac{d}{d_3} \right)^b = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{ср}}} \cdot \beta_{\text{м}} \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b}.$$

Покусковая дисперсия для сростков:

$$S_{\text{к ср}}^2 = \frac{\rho_{\text{ср}}}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha \cdot \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{ср}}} \cdot \beta_{\text{м}} \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b} = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha \cdot \beta_{\text{м}} \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b}$$

или

$$S_{\text{к ср}}^2 = S_{\text{к}}^2 \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b} \quad \text{при } d > d_3.$$

Таким образом, зависимость покусковой дисперсии от размера кусков будет выглядеть так, как на рис. 3.27.

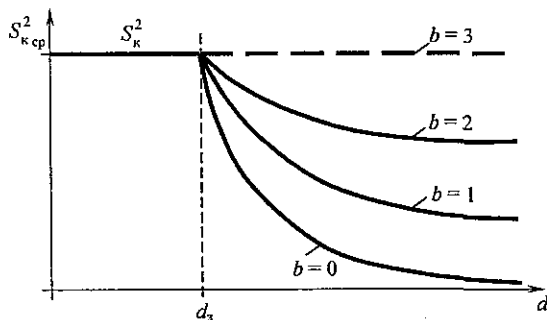


Рис. 3.27. Зависимость покусковой дисперсии от размера кусков руды для различных моделей сростков

Условно считаем, что руда с размером кусков $d < d_3$ раскрыта, а $d > d_3$ представлена сростками.

Влияние величины b на покусковую дисперсию весьма велико.

3.4.5. Экспериментальное определение величин \bar{d}_3 и b

Закономерность, представленную на рис. 3.27, можно использовать для оценки величин \bar{d}_3 и b экспериментально.

Для этого следует выделить три класса крупности руды. В каждом классе отобрать 50-100 кусков и выполнить анализ массовой доли компонента в каждом куске, после чего определить экспериментальную покусковую дисперсию для каждого класса крупности по формуле:

$$S_k^2 = \frac{\sum (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{n-1}.$$

Здесь α_i — массовая доля компонента в i -м куске какого-либо класса крупности;
 $\bar{\alpha}$ — средняя массовая доля в этом же классе;
 n — число кусков этого же класса.

Рассчитать покусковую дисперсию для вскрытой руды по формуле:

$$S_k^2(0) = \frac{\rho_m}{\rho_n} \cdot \bar{\alpha} \cdot (\beta_m - \bar{\alpha}).$$

Нанесем, как указано на рис. 3.28, полученные значения S_k^2 для классов со средними размерами кусков \bar{d}_1 , \bar{d}_2 и \bar{d}_3 и проведем через них плавную кривую. Через точку $S_k^2(0)$ проведем горизонтальную линию до пересечения с кривой. Точка их пересечения соответствует среднему размеру зерен \bar{d}_3 или тому значению крупности кусков, до которого руда может считаться раскрытой.

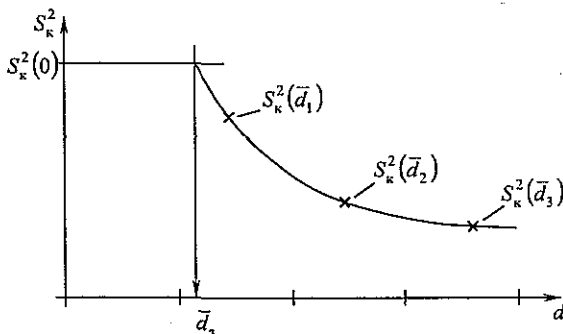


Рис. 3.28. К экспериментальному определению \bar{d}_3 и b

Для определения b можно воспользоваться формулой:

$$b = 3 - \frac{\lg S_k^2(0) - \lg S_k^2(\bar{d}_2)}{\lg \bar{d}_2 - \lg \bar{d}_3}.$$

Очевидно, что экспериментально найденные \bar{d}_3 и b позволяют принять их к расчету как средние для рассматриваемой руды.

В настоящее время анализ доли минерала в сростках и расчет среднего значения и дисперсий можно выполнить с помощью установок для анализа видеоизображений материала пробы типа Минерал-С7 (г. Екатеринбург), Видео-Мастер (г. Москва) и др., используемых для количественного минералогического анализа [23, 24]. При этом для каждого класса крупности может быть найдена покусковая дисперсия и найдены \bar{d}_3 и b .

3.5. Роль распределений в опробовании

Рассмотренные распределения и постоянно получаемые вновь приводят к формулировке таких закономерностей, связанных с описанием опробуемых массивов точечными пробами:

- Распределения массовой доли в точечных пробах, отбираемых от опробуемых массивов, всегда асимметричны.

- Асимметрия тем больше, чем меньше масса точечной пробы и чем беднее (богаче) опробуемый материал.

- Бедные продукты (руда, хвосты) характеризуются правосторонней асимметрией, богатые (концентраты) – левосторонней.

- Распределение массовой доли в точечных пробах для конкретного опробуемого массива меняется с изменением массы точечной пробы и для одного и того же массива могут быть получены распределения, сильно отличающиеся друг от друга.

- Единственной стабильной формой является покусковое распределение для раскрытого материала, в связи с чем оно является основной фундаментальной характеристикой любого опробуемого массива.

- Фундаментальной числовой характеристикой массива является покусковая дисперсия. Покусковая дисперсия может быть найдена аналитически. Для этого нужно знать лишь плотности минерала и породы (ρ_m и ρ_p), а также массовую долю компонента в руде α и массовую долю компонента в минерале β_m .

- Асимметричные распределения массовой доли в точечных пробах могут быть построены аналитически по формуле биномиального распределения $P_{m,n}$, а для бедных продуктов – по формуле Пуассона P_m .

Это позволяет прогнозировать возможные отклонения результатов анализа от ожидаемых (средних), предсказать долю аномально высоких (ураганных проб), а также другие возможные эффекты опробования.

ЭФФЕКТЫ ОПРОБОВАНИЯ, СВЯЗАННЫЕ С АСИММЕТРИЕЙ РАСПРЕДЕЛЕНИЙ

4.1. Необъяснимые результаты

В практике опробования встречаются необъяснимые ситуации.

Так, еще в 1959 г. Шоршер И. Н. сообщает [25]: «На Каджаранской фабрике наблюдается факт систематических излишков молибдена при составлении ежемесячного баланса металлов. Аналогичное явление имеет место и на других молибденовых фабриках». И это не погрешности взвешивания, так как в этом случае «... при составлении баланса должен был бы обнаруживаться избыток и второго металла (меди), чего в действительности никогда не бывает».

При отработке россыпей, содержащих алмазы, наблюдается устойчивое соотношение: количество добытых алмазов постоянно оказывается больше, чем определено опробованием [26]. Так, при разведке россыпи шурфами сечением 2 м^2 данные намыва количества алмазов оказывались всегда больше в среднем в 1,5 раза (иногда в 2-3 раза), чем рассчитанные по результатам опробования (рис. 4.1).

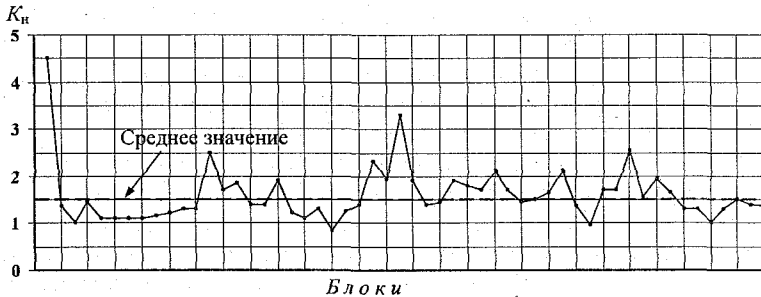


Рис. 4.1. Значения коэффициента намыва K_n по массовой доле алмазов, определенной опробованием

В итоге для россыпных алмазов была установлена зависимость поправочного коэффициента K_n для данных детальной, а затем и опережающей эксплуатационной разведки (рис. 4.2), т. е. экспериментально установлено наличие специфической погрешности опробования и даже ее количественная оценка.

По рис. 4.2 получается, что извлечение алмазов в среднем в три раза (для $\alpha = 0,6$) больше, чем предсказанное опробованием количество алмазов. При этом автор Чемезов В. В. [27] указывает, что этот факт не исключает появления ошибочного решения, подтверждая вероятный характер погрешности.

В этой же работе указан коэффициент занижения массовой доли при опробовании шурфами алмазных россыпей Урала — 1,76.

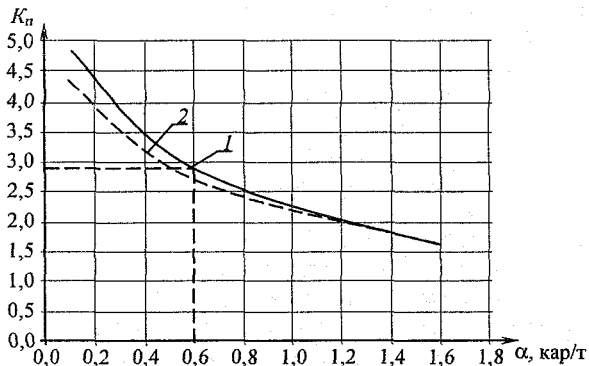


Рис. 4.2. Зависимости поправочного коэффициента K_p от массовой доли алмазов, установленных:

1 – по результатам детальной разведки;

2 – по результатам опережающей эксплуатационной разведки

На многочисленные факты занижения средней массовой доли при опробовании указывает А. А. Куликов [10].

Но характерным показателем необъяснимого эффекта является постоянная положительная невязка товарного баланса в течение длительного периода на фабриках с высокой культурой опробования, когда какие-либо грубые ошибки недопустимы (табл. 4.1).

Таблица 4.1

Невязки по вольфраму и молибдену в течение года

Месяц	Невязка, %	
	вольфрам	молибден
Январь	+4,39	+1,59
Февраль	+1,14	+4,52
Март	+1,04	+1,66
Апрель	+2,98	+1,54
Май	+3,40	+4,93
Июнь	+2,82	+0,30
Июль	+1,40	+7,10
Август	+1,60	-7,60
Сентябрь	+2,84	+1,76
Октябрь	+4,54	-2,50
Ноябрь	+1,67	-4,76
Декабрь	+5,49	+0,07

Такая картина противоречит здравому смыслу, так как не может фабрика в течение года выпускать больше вольфрама, чем это зафиксировано «правильным» опробованием в поступившей руде. Несколько лучше смотрится невязка для молибдена, для которого в августе, октябре и ноябре получены существен-

ные отрицательные невязки, но ряд положительных невязок с января по июль также выглядит странно.

Но это только явно просматриваемая картина. В большинстве случаев эффекты опробования, связанные с асимметрией распределений либо незаметны на фоне больших случайных погрешностей, либо неправильно трактуются.

4.2. Вероятная систематическая погрешность

4.2.1. Причина возникновения

Число точечных проб всегда ограничено и часто невелико.

Зададим вопрос: если отобрана одна единственная точечная проба, каков будет результат? Естественно, что в известном диапазоне возможных значений от α_{\max} до α_{\min} может быть получен любой результат. Однако вероятность получения каждого возможного результата разная. Наибольшая вероятность соответствует моде распределения (рис. 4.3). Но при асимметричных распределениях мода и среднее значение не совпадают.

Следовательно, с некоторой вероятностью возможно отклонение полученного опробованием результата от среднего значения, а так как знак этого отклонения постоянен, назовем такую погрешность вероятной систематической.

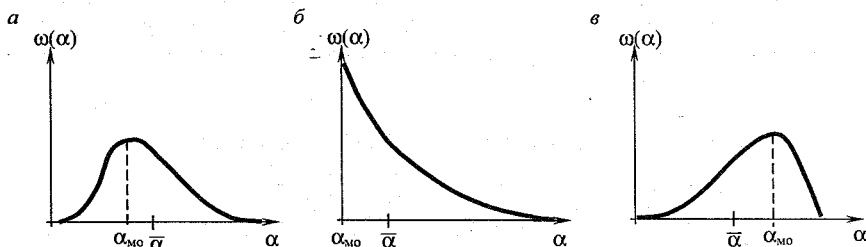


Рис. 4.3. Различные варианты соотношения моды и среднего значения массовой доли

Из рис. 4.3, *a* и *б* следует, что при правосторонней асимметрии мода меньше среднего значения, следовательно, вероятная систематическая погрешность будет отрицательной:

$$\Delta\alpha_{\text{всп}} = \alpha_{\text{мо}} - \bar{\alpha} < 0.$$

Если распределение таково, как на рис. 4.3, *б*, когда $\alpha_{\text{мо}} = 0$, то:

$$\Delta\alpha_{\text{всп}} = -\bar{\alpha}.$$

Таким образом, бедные продукты (руда и хвосты) при опробовании по массовой доле занижаются.

Такая ситуация обычна для алмазов, золотых самородков, длинноволнистого асбеста и т. п.

Аналогично, богатые продукты, т. е. концентраты, при опробовании по массовой доле завышаются (рис. 4.3, *в*).

Пример 4.1. Для полученных в примере 3.2 распределений найти вероятную систематическую погрешность.

Решение:

Для $d = 0,1$ мм мода распределения (по рис. 3.7) равна 3, т. е.

$$\alpha_{\text{мо}} = 0,18 \cdot 3 = 0,54 \text{ г/т.}$$

Вероятная систематическая погрешность:

$$\Delta\alpha_{\text{всп}} = \alpha_{\text{мо}} - \bar{\alpha} = 0,54 - 0,7 = -0,16 \text{ г/т.}$$

Ее относительная величина:

$$P_{\text{всп}} = \frac{\Delta\alpha_{\text{всп}}}{\bar{\alpha}} \cdot 100 = \frac{-0,16 \text{ г/т}}{0,7 \text{ г/т}} \cdot 100 \% = -22,9 \%$$

Для $d = 0,2$ мм мода $m = 0$ и $\alpha_{\text{мо}} = 0$

$$\Delta\alpha_{\text{всп}} = \alpha_{\text{мо}} - \bar{\alpha} = 0 - 0,7 = -0,7 \text{ г/т}$$

$$\text{и } P_{\text{всп}} = -100 \%$$

Для снижения вероятной систематической погрешности можно увеличить массу навески q или уменьшить крупность d . Однако, если нельзя разрушать зерна полезного минерала (алмазы) или они разрушаются намного хуже, чем зерна породы (золото), то можно лишь увеличивать массу навески q .

В работе [29] появление специфической погрешности названо эффектом сортировки. Здесь же приводятся сравнительные данные основного и заверочного (более представительного) опробования, показывающие, что основное опробование дает заниженные результаты, т. е. наблюдается вероятная систематическая погрешность. Предлагается исправлять основное опробование введением поправочных коэффициентов K , зависящих от средней массовой доли определяемого компонента (рис. 4.4).

Другими словами, предлагается не верить результатам опробования, а увеличивать массовую долю для бедных руд в 2-5 раз, а для богатых — уменьшать в то же число раз. Этот пример характерен тем, что показывает действительно существенное значение вероятной систематической погрешности для этих условий опробования руд. Для условий разведки месторождений это может быть практичным решением, хотя в этой же работе показано, что для разных условий эта зависимость получается разной.

Аналогичная картина получена при опробовании россыпей олова.

По существу в работе [29] доказывается необходимость расчета массы и числа точечных проб с целью снижения вероятной систематической погрешности до приемлемого уровня.

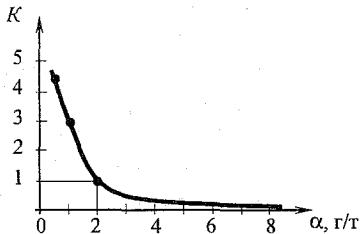


Рис. 4.4. Значение поправочного коэффициента в зависимости от средней массовой доли

4.2.2. Вычисление вероятной систематической погрешности

Общая формула вероятной систематической погрешности позволяет оценить специфическую погрешность, которая возникает при отборе конечного числа точечных проб N_T :

$$\Delta\alpha = -\frac{S_\alpha^2}{\bar{\alpha} \cdot N_T}.$$

Здесь S_α^2 – экспериментально найденная дисперсия массовой доли;

$\bar{\alpha}$ – ее среднее значение;

N_T – число точечных проб.

Вероятная систематическая погрешность возникает и при подготовке и анализе проб, при выполнении этих операций предусматривается перемешивание и сокращение или отбор навески в виде порции. Для объяснения появления вероятной систематической погрешности при этих операциях следует рассматривать распределения массовой доли в точечных пробах (порциях, навесках). Бедные продукты – это руда, хвосты. Удобно использовать распределение Пуассона, позволяющее построить его, зная только среднее значение числа зерен определяемого компонента в пробе, обозначенное \bar{m} :

$$P_m = \frac{\bar{m}^m}{m!} \cdot e^{-\bar{m}},$$

где m – возможное число зерен определяемого компонента в порции или навеске;

P_m – вероятность появления навесок с числом зерен m .

$$\bar{m} = \frac{q_M}{q_3} = \frac{q \cdot \bar{\alpha}_M}{q_3} = \frac{q \cdot \bar{\alpha}_M}{f \cdot \rho_M \cdot \bar{d}_3^3} = \frac{q \cdot \alpha}{\beta_M \cdot f \cdot \rho_M \cdot \bar{d}_3^3}.$$

Здесь q_M – масса минерала в пробе;

q_3 – масса зерна минерала;

q – масса пробы;

$\bar{\alpha}_M$ – средняя массовая доля минерала в опробуемом массиве;

α – массовая доля определяемого компонента;

ρ_M – плотность минерала;

f – коэффициент формы;

β_M – массовая доля определяемого компонента в минерале;

\bar{d}_3 – средний размер зерна минерала в пробе.

Пример 4.2. Найти \bar{m} .

Дано: масса навески $q = 100$ г;

массовая доля золота в пробе $\alpha = 0,5$ г/г;

плотность золота $\rho_M = 18000$ кг/м³;

средний размер зерна $\bar{d}_3 = 0,04$ мм;

массовая доля золота в золоте $\beta_M = 100\% = 10^6$ г/г;

коэффициент формы $f = 0,5$.

Решение:

$$\bar{m} = \frac{100 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot 0,5 \text{ г/т}}{10^6 \text{ г/т} \cdot 0,5 \cdot 18000 \text{ кг/м}^3 \cdot (0,04 \cdot 10^{-3})^3 \text{ м}^3} = 90 \text{ золотинок.}$$

Распределение Пуассона характерно тем, что для него численно равны среднее \bar{m} и дисперсия \bar{m} (заметим, что размерность среднего – штуки, а дисперсии – штуки в квадрате).

Тогда выражение для вероятной систематической погрешности для навески примет вид:

$$\Delta m = -\frac{S_m^2}{1 \cdot \bar{m}} = -\frac{\bar{m} \text{ шт}^2}{\bar{m} \text{ шт}} = -1 \text{ шт.},$$

из которого следует вывод: вероятная систематическая погрешность, выраженная в зернах минерала, всегда равна минус 1.

Другими словами, независимо от числа зерен полезного минерала в навеске существует некоторая вероятность отобрать в пробу на одно зерно меньше, чем среднее число зерен.

Если в пробе в среднем ожидается одно зерно, вероятнее всего, что его в пробе не окажется.

Относительная вероятная систематическая погрешность:

$$P_{\text{всп}} = -\frac{\Delta m}{\bar{m}} \cdot 100 \% = -\frac{1}{\bar{m}} \cdot 100 \%,$$

т. е. если $\bar{m} = 1$, то $P_{\text{всп}} = 100 \%$. Эту связь отражает рис. 4.5.

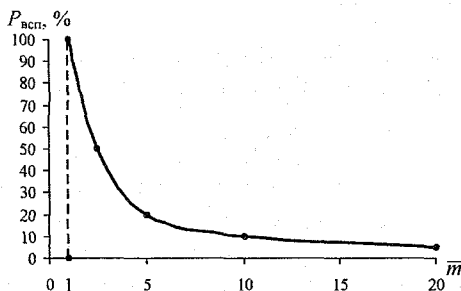


Рис. 4.5. Зависимость относительной вероятной систематической погрешности от среднего числа зерен определяемого компонента в навеске

Пользуясь этой формулой, зная \bar{m} , легко находить $P_{\text{всп.}}$.

В частности, для приведенного выше примера расчета числа золотинок в навеске 100 г при $\bar{m} = 90$ получим, что $P_{\text{всп.}} = -\frac{1}{90} \cdot 100 \approx -1,1 \%$, т. е. вероятное занижение составит 1,1 %.

Вероятность этого события $P_{m < \bar{m}}$.

Компенсирующие это занижение события наступают с вероятностью $P_{m > \bar{m}}$.

Дальнейшее зависит от использования результата опробования.

Так как $P_{m < \bar{m}} > P_{m > \bar{m}}$, то получить заниженный единичный результат вероятнее, чем завышенный. Представленное значение вероятной систематической погрешности – это скорее некоторый ориентир, чем возможное реальное значение.

Из формулы относительной вероятной систематической погрешности следует, что заметное влияние на результаты анализа она окажет, если в пробе будет небольшое число кусков минерала, содержащего определяемый компонент. Если принять $P_{\text{всп}} = 1\%$, то среднее число кусков минерала должно быть $\bar{m} = 100$.

В табл. 4.2 представлены массовые доли, для которых при указанных крупностях и массах навески вероятная систематическая погрешность будет равна одному относительному проценту, т. е. занижение массовой доли будет заметным.

Таблица 4.2

Массовые доли в г/т, меньше которых вероятная систематическая погрешность будет более 1 %

Крупность d_{max} , мм	Масса навески, г			
	1	10	100	1000
0,1	100	10	1	0,1
0,08	50	5	0,5	0,05

Исходя из смысла вероятной систематической погрешности, уменьшить ее можно только отбором большого числа кусков в точечную пробу, т. е. отбора точечной пробы большей массы.

4.2.3. Связь вероятной систематической погрешности со случайной

Вероятная систематическая погрешность для одной пробы:

$$\Delta\alpha_{\text{всп}} = \frac{S_{\alpha}^2}{\bar{\alpha}}$$

Относительная вероятная систематическая погрешность:

$$P_{\text{всп}} = \frac{\Delta\alpha_{\text{всп}}}{\bar{\alpha}} = \frac{S_{\alpha}^2}{\bar{\alpha}^2} = \frac{P_{\text{сл}}^2}{t^2} = \frac{P_{\text{сл}}^2}{4}$$

В этом выражении $P_{\text{всп}}$ и $P_{\text{сл}}$ следует подставлять в долях единицы.

Видим, что обе погрешности, вызванные наличием распределения массовой доли в точечных пробах, взаимосвязаны.

Случайная погрешность, записываемая как доверительные интервалы распределения результатов измерений, имеет переменный знак. Для симметричных распределений отклонения в разные стороны от среднего равновероятны.

Доверительные интервалы для случайной погрешности:

$$\Delta\alpha_{\text{сл}} = \pm t \cdot S_{\alpha}$$

Для числа зерен полезного компонента m , распределение которого описывается законом Пуассона, $S_m^2 = \bar{m}$. Тогда

$$\Delta m_{\text{сл}} = \pm t \sqrt{\bar{m}}.$$

По-другому обстоит дело в случае асимметричных распределений результатов измерений. В опробовании эта асимметрия вызвана физической сущностью процесса измерения, включающего в себя процедуры отбора пробы и сокращения, т. е. уменьшения массы пробы.

Эта асимметрия приводит к появлению вероятной систематической погрешности, которая в числах зерен всегда равна -1 :

$$\Delta m_{\text{всп}} = -1.$$

Распределение Пуассона показывает, что при опробовании доверительные интервалы случайной погрешности таковы, что левая граница может уходить в область отрицательных значений.

Так как это явление не может иметь смысла, свяжем случайную погрешность с вероятной систематической таким образом, что отрицательная граница доверительного интервала формируется из двух составляющих – случайной и вероятной систематической:

$$-\Delta m_{\text{сл}} = -t \sqrt{\bar{m}} + 1;$$

$$\Delta m_{\text{всп}} = -1,$$

а положительная граница имеет обычный вид:

$$+\Delta m_{\text{сл}} = +t \sqrt{\bar{m}}.$$

Здесь \bar{m} – среднее число зерен материала, содержащих определяемый компонент.

При этом каждая из погрешностей не выходит за пределы положительных значений аргумента.

Вероятности достижения отрицательной и положительной границ не равны.

4.3. Методическая погрешность

4.3.1. Причина возникновения

Асимметрия распределений массовой доли в точечных пробах приводит еще к одному неожиданному эффекту, связанному с методикой использования результатов анализа.

Дело в том, что с целью исключения возможных ошибок во всех методиках предусматривается выполнение анализа на двух и более навесках. Затем предлагается найти разность:

$$\Delta \alpha = \alpha_1 - \alpha_2$$

и сравнить ее с заранее найденным пределом воспроизводимости (повторяемости) R и r (обозначения по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002).

Предел воспроизводимости R (повторяемости r) находят с 95 % доверительной вероятностью с учетом того, что каждый из результатов характеризуется погрешностью воспроизводимости (повторяемости):

$$R = 1,96 \cdot \sqrt{2} \cdot S_b = 2,8 \cdot S_b;$$

$$r = 1,96 \cdot \sqrt{2} \cdot S_{\text{п}} = 2,8 \cdot S_{\text{п}}.$$

Если полученная разность $\Delta\alpha$ превышает этот предел, необходимо выполнить анализы на новых навесках, сравнить разность новых результатов и т. д.

В российских стандартах повсеместно записано следующее указание. Если расхождение между результатами параллельных определений превышает допустимое значение расхождения, проводят повторное определение. Если расхождение между результатами, полученными по двум навескам при первоначальных и двум навескам при повторных определениях, превышает допустимое, то из четырех результатов отбрасывают максимальную и минимальную величины и за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух оставшихся значений величин.

Понять авторов как международного, так и российского стандартов можно. Они исходят из предположения, что различие $\Delta\alpha$ вызвано случайными погрешностями, распределенными нормально, не допуская, что возможно не нормальное, а асимметричное распределение самой определяемой массовой доли в анализируемых навесках.

Один из возможных стандартных алгоритмов выполнения и выдачи результатов анализа α представлен на рис. 4.6.

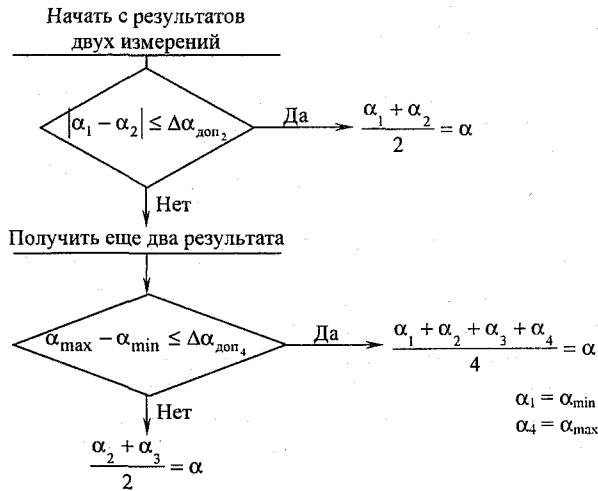


Рис. 4.6. Схема получения результата анализа;
 α_2 и α_3 – второй и третий наименьшие результаты

На рис. 4.6 в ромбиках указано условие выдачи результата: различие в анализах проб должно быть меньше $\Delta\alpha_{\text{доп}}$. При этом если имеются лишь два результата анализа, то

$$\Delta\alpha_{\text{доп}_2} = 2,8S_\alpha,$$

а если результатов больше, то

$$\Delta\alpha_{\text{доп}_n} = f(n)S_\alpha,$$

где $f(n)$ – коэффициент,

$$\begin{array}{ll} \text{для } n = 2 & - f(2) = 2,8; \\ \text{для } n = 4 & - f(4) = 3,6; \\ \text{для } n = 6 & - f(6) = 4; \end{array} \quad \begin{array}{ll} \text{для } n = 3 & - f(3) = 3,3; \\ \text{для } n = 5 & - f(5) = 3,9; \\ \text{для } n = 40 & - f(40) = 5,5. \end{array}$$

Здесь под S_α понимают погрешность воспроизводимости или повторяемости.

Принципиально важным для нас моментом в стандартном алгоритме является возможное *отбрасывание* результатов анализа с последующим расчетом медианы.

Если бы распределения были действительно нормальными, то отбрасываемые результаты, среди которых могут быть и истинные, имели бы разные знаки, и найденное по стандартному алгоритму среднее значение в среднем было бы правильным.

Однако если распределение асимметрично, будут отбрасываться преимущественно истинные результаты, превышающие правую границу предела воспроизводимости для правоасимметричных распределений, для левоасимметричных распределений – превышающие по абсолютной величине левую границу.

В итоге получаемый ответ в среднем оказывается заниженным для правоасимметричных распределений (бедные продукты) и завышенным для левоасимметричных (богатые продукты), т. е. появляется новая погрешность, названная нами методической:

$$\Delta\alpha_{\text{мет}} = \alpha_{\text{рез}} - \bar{\alpha};$$

$$P_{\text{мет}} = \frac{\Delta\alpha_{\text{мет}}}{\bar{\alpha}}.$$

Причиной возникновения методической погрешности, как и вероятной систематической, является асимметрия распределения массовой доли в точечных пробах.

Однако величина методической погрешности непосредственно связана с методикой обработки результатов анализа: алгоритмом расчета и величиной предела воспроизводимости.

Алгоритм расчета может быть такой, как это рекомендуется в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (см. рис. 4.6). Алгоритм может быть и другой, но, как правило, все методики анализа предусматривают отброс «неправильных» результатов.

Предел воспроизводимости – доверительный интервал для расхождения результатов анализов устанавливается на основе испытаний методики анализа. Но испытания методики дают только среднеквадратичную погрешность. Предел же воспроизводимости устанавливается для определенной доверительной вероятности и может быть волевым решением увеличен или уменьшен. Снижение предела воспроизводимости на первый взгляд повышает требовательность к получаемым результатам. Однако это повышает долю бракованных (отбрасываемых) результатов анализа и тем самым повышает методическую погрешность.

В работе [30] при опробовании серебряных руд в транспортных емкостях (автосамосвалах) найдены по 830 и 1000 измерениям такие характеристики рас-

пределений, как среднеарифметическое и выборочная медиана, явно иллюстрирующие факт их расхождения. Для 830 измерений $\bar{\alpha} = 0,348 \%$, $\alpha_{Me} = 0,320 \%$. Для 1000 измерений другой руды $\bar{\alpha} = 0,295 \%$, $\alpha_{Me} = 0,260 \%$. Так как руда бедная, то медиана меньше среднеарифметического на -8% и на -12% .

Для выборок 10, 20, 30 и 50 элементов это занижение составляет еще большие значения: $-29,3 \%$; $-48,9 \%$; -34% ; $-39,8 \%$.

Это яркая иллюстрация неправомерности выдачи результатов анализа с использованием медианы.

Как исключить или снизить методическую погрешность?

Самое общее решение – исключить браковку результатов анализов и всегда рассчитывать среднее значение по всем полученным анализам, увеличивая в случае превышения предела воспроизводимости число анализов, т. е. отказаться в алгоритмах от расчета медианы.

Нужно понимать, что постоянное превышение предела воспроизводимости требует изменения параметров опробования, в частности уменьшения крупности навески, увеличения ее массы и т. п.

Так, ГОСТ 14180-80 в редакции 1990 года предусматривает снижение крупности навески с 0,1 до 0,080 мм.

В итоге для правильно рассчитанного опробования нескольких шагов реализации алгоритма по рис. 4.6 должно быть достаточно, чтобы не прибегать к расчету медианы.

4.3.2. Приближенная практическая оценка методической погрешности

Браковка результатов анализа приводит к искажению результатов опробования, так как при асимметричных распределениях массовой доли в навесках, направляемых на анализ, происходит отбрасывание анализов преимущественно для одной из допустимых границ браковки.

Рассмотрим общую формулу методической погрешности в условиях асимметричных распределений. На рис. 4.7 представлено асимметричное распределение массовой доли с указанием возможных минимальных α_{min} и максимальных α_{max} значений массовой доли и Δ – величина допустимых отклонений, а также заштрихованные площади бракуемых значений. Это доля бракованных значений по максимальному значению P_+ и по минимальному значению P_- . Так как результаты, попадающие в заштрихованные области, в дальнейших расчетах не участвуют, то расчетное значение массовой доли $\alpha_{расч}$ не будет равно истинному среднему, а будет:

$$\alpha_{расч} = \int_{-\infty}^{\infty} \alpha \omega(\alpha) d\alpha + \int_{-\infty}^{\bar{\alpha}-\Delta} \alpha \omega(\alpha) d\alpha - \int_{\bar{\alpha}+\Delta}^{\infty} \alpha \omega(\alpha) d\alpha.$$

Найдем возможные искажения.

Истинное значение массовой доли, оцениваемое по всем полученным анализам:

$$\alpha_{\text{ист}} = \frac{\sum_i^{N-n_+-n_-} \alpha_i + \sum_i^{n_+} \alpha_i + \sum_i^{n_-} \alpha_i}{N}$$

Здесь из общего числа результатов N выделены суммы из n_+ результатов, отбракованных по верхней границе, и из n_- результатов, отбракованных по нижней границе.

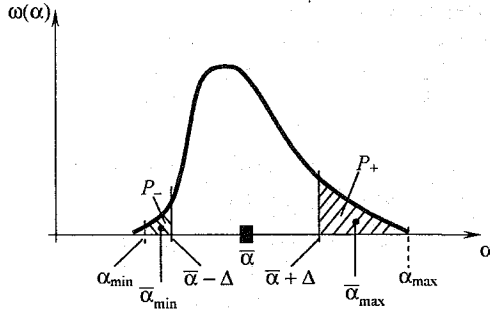


Рис. 4.7. Асимметричное распределение массовой доли компонента и отбрасываемые при браковке результаты анализа

Измеренное же после отбраковки n_+ и n_- результатов значение массовой доли, представляемое в дальнейшем как среднее:

$$\bar{\alpha} = \frac{\sum_i^{N-n_+-n_-} \alpha_i}{N-n_+-n_-}$$

Истинная массовая доля может быть преобразована так:

$$\begin{aligned} \alpha_{\text{ист}} &= \frac{\left(\sum_i^{N-n_+-n_-} \alpha_i \right) \cdot (N-n_+-n_-)}{(N-n_+-n_-) \cdot N} + \frac{n_+ \cdot \bar{\alpha}_{\text{max}}}{N} + \frac{n_- \cdot \bar{\alpha}_{\text{min}}}{N} = \\ &= \bar{\alpha} \cdot \left(1 - \frac{n_+}{N} - \frac{n_-}{N} \right) + \frac{n_+}{N} \cdot \bar{\alpha}_{\text{max}} + \frac{n_-}{N} \cdot \bar{\alpha}_{\text{min}} = \\ &= \bar{\alpha} - P_+ \cdot \bar{\alpha} - P_- \cdot \bar{\alpha} + P_+ \cdot \bar{\alpha}_{\text{max}} + P_- \cdot \bar{\alpha}_{\text{min}} = \\ &= \bar{\alpha} + P_+ \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} - \bar{\alpha}) + P_- \cdot (\bar{\alpha}_{\text{min}} - \bar{\alpha}) . \end{aligned}$$

Здесь P_+ и P_- — доли бракуемых по верхней и нижней границам результатов; $\bar{\alpha}_{\text{max}}$ и $\bar{\alpha}_{\text{min}}$ — средние значения бракуемых по верхней и нижней границам результатов.

Методическая погрешность в итоге, определяемая как расхождение между средним (опорным) и истинным результатами:

$$\Delta \alpha_{\text{мет}} = \bar{\alpha} - \alpha_{\text{ист}} = -P_+ \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} - \bar{\alpha}) - P_- \cdot (\bar{\alpha}_{\text{min}} - \bar{\alpha}) .$$

Если идет одновременная браковка двух результатов, как это предлагается делать при расчете по медиане по ГОСТ Р 5725-6-2002, то $P_+ = P_- = P_{бр}$, и

$$\Delta\alpha_{мет} = -P_{бр} \cdot (\bar{\alpha}_{max} + \bar{\alpha}_{min} - 2\bar{\alpha}).$$

Относительная методическая погрешность

$$P_{мет} = \frac{\Delta\alpha_{мет}}{\bar{\alpha}} \cdot 100 = -P_{бр} \cdot \left(\frac{\bar{\alpha}_{max} + \bar{\alpha}_{min}}{\bar{\alpha}} - 2 \right) \cdot 100, \%$$

Пример 4.3. При анализе золотых руд по стандартному методу, т. е. при расчете с использованием медианы, оказались бракуемыми 18 % анализов, причем $\bar{\alpha} = 2$ г/т; $\bar{\alpha}_{max} = 3,2$ г/т; $\bar{\alpha}_{min} = 1,3$ г/т. Найдем $\Delta\alpha_{мет}$.

Решение:

$$\Delta\alpha_{мет} = -0,18 \cdot (3,2 + 1,3 - 2 \cdot 2) = -0,09 \text{ г/т.}$$

Относительная методическая погрешность

$$P_{мет} = \frac{\Delta\alpha_{мет}}{\bar{\alpha}} \cdot 100 = \frac{-0,09}{2} \cdot 100 = -4,5 \%$$

Пример 4.4. В тех же условиях браковались только результаты, превышающие допуск.

Решение:

$$\Delta\alpha_{мет} = -P_+ \cdot (\bar{\alpha}_{max} - \bar{\alpha}) = -0,18 \cdot (3,2 - 2) = -0,216 \text{ г/т;}$$

$$P_{мет} = \frac{-0,216}{2} \cdot 100 = -10,8 \%$$

4.4. Ураганные пробы или исключительные показатели

В чистом виде методическая погрешность возникает при возможности определения разности двух результатов анализа материала одной и той же пробы.

Но при опробовании возникает особая ситуация, когда один из результатов опробования оказывается настолько отличным от других, что возникает сомнение в его правильности.

Такие пробы называют ураганными. Другое название – исключительные показатели. Возникают два вопроса – как определить, что появилась ураганная проба, и что делать с этим, исключительным, показателем.

Ураганной иногда называют пробу, массовая доля компонента в которой превышает среднее значение других проб на три среднеквадратичных отклонения, найденного без учета ураганной пробы:

$$\alpha_{ураг.} > \bar{\alpha} + 3S_{\alpha},$$

но это формальный вариант. Ураганной можно назвать и любую другую пробу с заметно отличающимся от других проб результатом.

Так, к ураганным пробам на Талнахской обогатительной фабрике относят пробы, массовая доля определяемого компонента в которых в 3-5 раз и более превышает среднее.

Попытки проверить результат ураганной пробы отбором в этих же условиях и анализом другой пробы не могут дать правильный ответ, так как каждая проба индивидуальна, а ураганный результат потому и ураганный, что он не повторяется при анализе другой пробы.

Влияние проб с высоким значением массовой доли может быть очень большим. Так, в работе [31] показано, что среди 12120 проб только 1,9 % проб имели массовую долю более 200 г/т, но без них средняя массовая доля золота в пробах составила 5,6 г/т, а с ними – 21,6 г/т; а в другой группе из 14240 проб доля проб с массовой долей золота более 200 г/т составила всего 0,87 %, но без них средняя массовая доля составила 4,2 г/т, а с ними – 11,1 г/т.

В работе [12] рассмотрен вопрос о том, как распознать ураганный результат и что с ним делать. Решение предложено такое: ураганный результат должен быть очевидным, а применение статистических критериев типа знаменитых трех среднеквадратичных отклонений – вспомогательным. Вопрос же о том, что делать с ураганным результатом, остается открытым. Для ответа на него лучше всего привлекать содержательный анализ ситуации и результатов.

Известны многочисленные предложения не отбрасывать ураганные результаты, а включить их в расчеты.

Чаще предлагается простой вариант уменьшения величины ураганного результата в некоторое число раз – до двух-трех – и использования этого скорректированного результата наряду с остальными.

Наиболее изощренный вариант «коррекции» получаемых результатов изложен в работе Ю. А. Кудрявцева [32]. «Истинное» значение рассчитывается в зависимости от числа проб и величины самого ураганного результата по весьма сложной формуле.

Все это позволяет как-то использовать ураганные результаты, но основания для такого использования сомнительны.

Что же делать с ураганным результатом? Прежде всего, необходимо убедиться в том, что этот результат правильный, т. е. не вызван какой-либо ошибкой в опробовании. Если это исключено, то ураганный результат следует признать правильным. Это значит, что при асимметричном распределении массовой доли в точечных пробах появилась проба, соответствующая далеко уходящей вправо ветви. Это – редкий результат, и использовать его для расчета среднего значения по небольшому количеству остальных проб нельзя.

Отбрасывать этот результат также нельзя, так как он *правильный*.

Правильное решение: записать правильный ураганный результат отдельно, не используя в расчетах до тех пор, пока не будет получено достаточно большое количество результатов опробования.

Так, на обогатительной фабрике не следует использовать результат ураганной пробы для расчета средних значений массовой доли за смену или за сутки, но логично включить его в расчеты за месяц.

ОТБОР ПРОБ ОТ НЕПОДВИЖНЫХ И ПЕРЕГРУЖАЕМЫХ МАСС

5.1. Отбор точечных проб в природном массиве

Неподвижной опробуемой массой является масса, материал которой при отборе пробы не перемещается относительно пробоотборного инструмента. Так, опробуемый массив, находящийся в вагоне, неподвижен.

Опробовать неподвижные массы приходится во многих случаях. Основные варианты:

- отбор проб (опробование) в природном массиве;
- отбор проб (опробование) от добытых неподвижных масс.

Опробование руд в природном массиве проводится как на разведываемых, так и на эксплуатируемых месторождениях.

Можно выделить два варианта отбора проб:

- отбор проб с поверхности забоя (обнаженного природного массива);
- отбор проб в объеме рудного тела.

5.1.1. Отбор проб с поверхности забоя

Отбор проб с поверхности забоя может осуществляться *точечным, бороздовым, задирковым и валовым* способами. Выбор способа предопределяется природными свойствами опробуемого массива.

Отбор проб от равномерно оруденелых забоев с высокой массовой долей определяемого компонента можно выполнять *точечным* способом. Для этого забой делят на участки (квадраты), в каждом из которых отбивают точечную пробу обычно малой массы.

Значительно более распространен *бороздовый (пунктирно-бороздовый)* способ отбора проб, состоящий в том, что в пробу отбирают материал из борозды, создаваемой каким-либо инструментом, располагаемой по всей высоте забоя непрерывно (или прерывисто). Этот способ пригоден для большинства забоев, так как из борозды отбирают больше материала, пересекая при этом все неоднородности забоя. Число борозд также может быть достаточно большим.

Технические средства для отбора бороздовых проб – отбойные молотки и пробоотборники режущего действия, в частности бензорез.

Точечный и бороздовый способы опробования могут осуществляться без физического отбора проб путем измерения массовой доли компонентов в объемах проб непосредственно в забоях с помощью датчиков, чаще всего рентгенофлуоресцентных. Такое опробование иногда называют геофизическим или ядерно-геофизическим.

Так, на рудниках АО «Жезказганцветмет» производится ядерно-геофизическое опробование забоев и уступов шахт [34]. Это основной метод опробования руд. На его долю приходится до 80 % всего объема шахтного опробования. Годовая производительность достигает 205-215 км. Каждый забой

опробуется по трем равноотстоящим друг от друга вертикальным сечениям (бороздам) с выдачей информации о массовых долях меди и свинца по метровым секциям. Среднесменная производительность составляет 90 м сечений, а максимальная — до 210 м (10 семиметровых забоев).

Каждый забой или уступ в течение месяца опробуется от 3 до 7 раз, что позволяет:

- судить об изменчивости средней массовой доли меди и свинца по данной выемочной единице;
- корректировать процесс добычи;
- управлять процессом добычи (изменять суточную нагрузку на забой, выводить забой из добычи, вводить в добычу резервный забой);
- управлять процессом откатки руды автосамосвалами из забоев к рудоспускам строго по технологическим сортам, а также породы в отработанные панели.

Часть забоев опробуется пунктирно-бороздовым способом с отбором проб. Это вынужденная мера, вызванная необходимостью опробования руд на цинк, серебро и кадмий и во время ремонта аппаратуры. Представительность этого способа опробования гораздо ниже, так как сложно точно выдержать технологию отбора проб при высоте забоя свыше 5 м. Годовой объем пунктирно-бороздового опробования не превышает 35 км.

Опробование забоев пунктирно-бороздовым способом с последующим анализом объединенных проб выполняется на атомно-абсорбционном анализаторе и занимает от 4 до 7 дней. Ежедневно анализируется до 25 проб. Несмотря на малый объем, опробование забоев и скважин на серебро позволило не только улучшить качество текущего планирования добычи серебра, но и заметно стабилизировать весь процесс добычи.

Внедрение ядерно-геофизического опробования позволило достичь многократного расширения информационной базы данных о содержаниях в рудах:

– серебра за счет перехода от анализов объединенных проб, отобранных из забоев и скважин, к секционным пробам и перехода от опробования объединенных декадных и месячных проб товарной руды по шахтам и карьерам в целом к анализам проб по составам вагонеток у опрокидов шахт (следовательно, по отдельным рудоспускам) и железнодорожным составам на поверхности;

– меди, свинца и цинка за счет анализа всех проб на эти элементы независимо от желания геологических служб шахт и карьеров.

В результате расширения информационной базы данных о содержаниях в товарной руде, в забойных, шпуровых и шламовых пробах серебра, меди, свинца и цинка открылись дополнительные возможности:

– фиксировать все случаи смешивания различных технологических сортов руды в рудоспусках, проводить служебное расследование по каждому случаю с обязательной проверкой всей цепочки от рудоспуска до конкретного забоя, переадресовывать руду из рудоспуска к опрокиду другого технологического сорта руды и из забоя в другой рудоспуск;

– выявлять пятна свинца и цинка в камерах и панелях, где ведется отработка залежей медных руд, в запасах которых эти металлы не числятся, и опе-

ративно организовывать отгрузку товарной руды из таких камер и панелей с учетом наличия свинца и цинка;

– выявлять наличие свинцовых и цинковых рудных тел в пространственных границах блоков, подготавливаемых к взрывным работам на карьере, и принимать меры к их отдельной отработке;

– пресекать злоупотребления со стороны геологов;

– обеспечивать распределение серебра между рудниками, шахтами и карьерами за счет перехода к учету добычи этого металла по составу вагонеток и думпкаров, а не по анализам объединенных декадных и месячных проб, исключив тем самым ошибки, неизбежные в процессе формирования объединенных проб, и пропуски небольших партий товарной руды с ураганными концентрациями серебра.

В результате на практике утвердились следующие схемы текущего планирования добычи руд, контроля за добычей и управления качеством руды [34].

Текущее планирование заключается в планировании добычи меди, свинца, цинка и серебра в товарной руде по бригадам, участкам, шахтам, карьерам и рудникам на календарный месяц. В его основу ложатся данные забойных, шпуровых, шламовых, вагонных проб, а также опробование шламов эксплуатационно-разведочных скважин, которыми разбуриваются блоки, подготавливаемые к отработке на карьерах. Итогом текущего планирования является план-график добычи руд и металлов по рудникам с разбивкой по шахтам, карьерам и участкам, в котором дан список карьеров или блоков, средние массовые доли металлов, суточные нагрузки и месячные объемы добычи по каждому забою или блоку.

Контроль за добычей ведется по результатам опробования. В случае отклонения массовых долей меди, свинца и цинка в меньшую сторону от плановых значений выдаются предписания либо на поднятие почвы забоя, либо на оставление породного козырька в кровле забоя, либо на остановку добычи. В случае изменения сорта руды в забое по сравнению с запланированным принимаются меры по корректировке процесса откатки руды к рудоспускам.

Управление качеством руд ведется по данным забойных и вагонных опробований. Главная задача управления качеством руд – выйти к концу месяца на плановые показатели по добыче металлов за счет оперативного перераспределения суточной нагрузки на забои.

На предприятиях ТОО «Корпорация «Казахмыс» успешно используются [35]:

– рентгенорадиометрический переносной прибор РПП-12 с источником ионизирующего излучения Pu-238 для рентгенорадиометрического опробования забоев на Cu, Pb, Zn, Fe;

– рентгенорадиометрический лабораторный прибор РЛП-21 с источником Am-241 для анализа истертых или прессованных проб. Анализируют элементы: Cu, Pb, Zn, Ag, Cd, Fe, As, Ba, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Co, Ni, Ga, Se, Br, Sr, Y, Zr, Nb, Pd, Jn, Sn, Sb, Ta, Bi, W, U, Th. В модификации РЛП-21Т используется портативный рентгеновский моноблок. Его возможности расширены. Дополнительно без вакуумной камеры анализируются S, Si, Al. Для анализа различных

объектов используется одна градуировка. Пределы обнаружения: Ag – 1,2 г/т, Cd – 1,35 г/т, Zn – 0,0058 %, Pb – 0,0084 %.

Задирковый и *валовый* способы применяют для отбора проб от весьма неравномерных по оруденению и бедных по массовой доле забоев – это характерно для золотых и алмазных руд. Эти способы используются и при отборе технологических проб.

Задирковый способ используется при отборе проб от россыпей.

Задирка – отбор горной массы с относительно большой площади опробования сравнительно ровным маломощным слоем. Глубина задирики (слоя опробования) составляет от 0,1 до 0,3 м, в среднем 0,2 м. Размер площади определяется объемом пробы. Задирковые пробы могут быть мало-, средне- и крупнообъемными, объем которых составляет соответственно 0,06; 1 и 20 м³ и более. Малообъемные задириковые пробы отбираются с площади 0,6×0,5 или 0,3×1 м; среднеобъемные – с площади 3,5×1,5 или 2,5×2 м; крупнообъемные – с площади 3,5×30 или 7×15 м. Объем проб и сеть опробования выбирают в зависимости от группы россыпи, при этом расстояние между пробами измеряют от геометрического центра площади отбора.

Валовую пробу отбирают в целях контроля других способов опробования, а также для технологических и технических испытаний. Валовая проба в точке опробования (из траншей, шурфа, копуши, борозды, шурфоскважины и т. д.) отбирается по всей мощности опробуемой залежи – металлоносного пласта, литологического горизонта и пр. Она может характеризовать изучаемую толщу не только по сечению, но и в плане. В этом случае валовая проба образуется путем объединения равновеликих объемов из равномерно расположенных однородных выработок в пределах изучаемого участка.

Насколько большими могут быть различия в результатах опробования, можно судить по информации [31]. Экспериментально установлено, что валовое опробование на Советском золоторудном месторождении всегда дает более высокое значение массовой доли, чем бороздвое. Так, валовая проба массой 300 т показала массовую долю золота 4 г/т, а бороздвое опробование – 1,1 г/т; валовая проба массой 245 т показала массовую долю золота 3,88 г/т, а бороздвое опробование этого объема руды – 2,8 г/т. Таким образом, вероятная систематическая погрешность может составить –2,9 г/т и –1,08 г/т, что в относительной форме составит соответственно –72,5 и –27,8 %.

Разновидностью задирикового и валового опробования является геофизическое опробование [31].

При наличии зерен определяемого компонента (минерала) большого размера масса пробы будет большой, а при их неравномерном распределении в руде необходимо большое число точечных проб. В итоге при опробовании возникает большая вероятная систематическая погрешность.

Повысить качество опробования в частном случае при опробовании россыпей и коренных руд, содержащих самородки, можно путем выделения самородков из большого объема руды с помощью металлодетектора [36].

На поверхности отвала по некоторой сети размещаются площадки размером 500-1000 м². Каждую площадку прослушивают металлодетектором, все выявленные аномалии раскапывают на глубину 10-20 см, извлекают самородки и взвешивают. Массовую долю химически чистого крупного золота, т. е. с учетом его пробыности, определяют как отношение массы извлеченного золота к объему опробуемой руды, определяемой как произведение площади на глубину, прослушиваемую металлодетектором.

Чувствительность металлодетекторов позволяет выявлять не только самородки, но и золотины массой 150-200 мг. Средние затраты времени на геофизическое опробование составляют 4 мин/м³. Опробование на площади 600 м² заняло пять рабочих дней. Для сравнения укажем, что задиговое опробование на этой же площади заняло два месяца.

Такое геофизическое опробование эквивалентно задиговому опробованию на крупное золото. Опробование на остальное, сравнительно мелкое золото осуществляется путем отбора проб значительно меньшей массы.

Такое опробование может полностью исключить отбор валовых и задиговых проб на золото и необходимость обогащения проб.

Оно эффективно при переоценке техногенных россыпей, опробовании плотика при активровке полигонов, поиске коренных источников крупного золота, опробовании кварцевых жил и рудных зон.

5.1.2. Отбор проб в объеме рудного тела

Отбор проб в объеме рудного тела осуществляют шпуровым (скважинным) способом, состоящим в том, что в пробу отбирается материал при бурении шпура (скважины). Этот материал может быть извлечен в виде керна или буровой муки.

Эффективная система опробования и анализа проб на золото в объеме рудного тела внедрена в карьере Мурунтау [37].

Пробы отбирают в процессе бурения буровзрывных скважин. Сетка бурения 5,6 × 5,6 м. Глубина скважин 10 или 15 м. Интервал отбора одной пробы 5 м. Для отбора проб во время бурения применяют трехщелевой пробоотборник (рис. 5.1), который располагают на расстоянии 1,5 м от устья скважины. Масса отбираемой пробы 15-20 кг.

С целью оперативного анализа используют гамма-активационную установку «Аура». Особенностью и достоинством установки и метода является возможность неразрушающего анализа пробы большой массы (0,5 кг) и крупности (1 мм) с пределом обнаружения золота $n \cdot 10^{-5} \%$.

В основе метода лежит активация материала проб высокоэнергетичными гамма-квантами, получаемыми с помощью ускорителя электронов ЛУЭ-8 с энергией ускоренных электронов 8 МэВ.

В результате наведенной радиоактивности ядер золота образуются вторичные гамма-кванты с энергией 279 кэВ. Период полураспада 7,8 с. Помимо золота возможен анализ на серебро с пределом определения $n \cdot 10^{-4} \%$, вольф-

рама — $n \cdot 10^{-3} \%$, а также урана, тория, бария, селена, гафния. Контроль качества анализа ведется с помощью стандартных образцов.

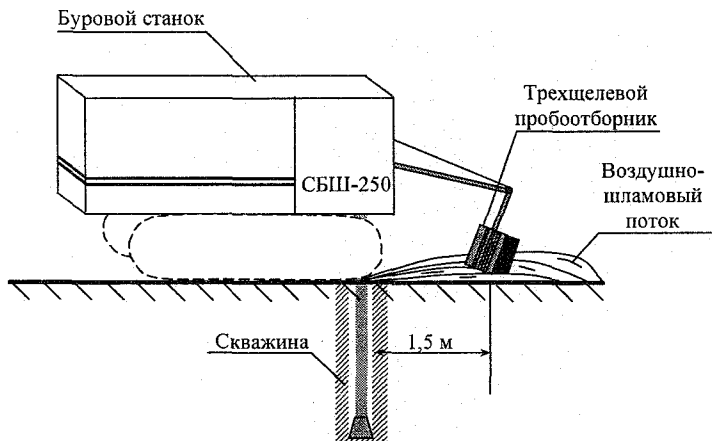


Рис. 5.1. Буровой станок с пробоотборником

Метод позволяет анализировать состав всего материала пробы (0,5 кг) в связи с высокой проникающей способностью гамма-квантов. Цикл анализа составляет 17 с.

Так как при гамма-активационном методе в основном возбуждаются элементы с малыми периодами полураспада, облученная проба за период от 1 до 10 минут становится безвредной и может быть отправлена на склад.

Подготовка пробы выполняется по схеме (рис. 5.2). Исходную пробу дробят до 4 мм, сокращают пополам, затем дробят до 1 мм и сокращают до массы 1 кг, которую делят на 2 пакета по 0,5 кг каждый.

Эта система опробования характерна, прежде всего, тем, что осуществлен переход к анализу проб большой массы — 0,5 кг. Крупность проб велика — 1 мм.

Весь процесс подготовки и анализа пробы механизирован, а взвешивание пробы, все транспортные операции, облучение, измерение, расчет результатов анализа производят в автоматическом режиме. В итоге результаты анализа поступают непосредственно в компьютерную сеть

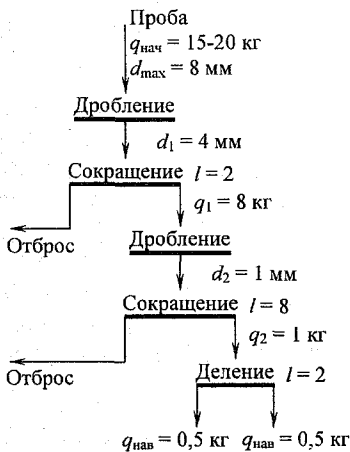


Рис. 5.2. Схема подготовки пробы бурового шлама до массы 0,5 кг

для пополнения баз данных эксплуатационного опробования САПР «Руда», которая обеспечивает оперативное планирование очистных и горно-подготовительных работ и составление проектов отработки эксплуатационных блоков.

Опробование руд в массиве целесообразно проводить без отбора проб при наличии аппаратуры, позволяющей осуществлять каротаж скважин, т. е. определение массовой доли компонента непосредственно в скважине.

Для каротажа скважин на предприятиях ТОО «Корпорация «Казахмыс» используется рентгенометрический каротажный прибор РКП-1 с радиоактивным источником – плутонием-238. Прибор смонтирован на шасси автомобиля УАЗ и выполняет анализ четырех элементов: Cu, Pb, Zn, Fe.

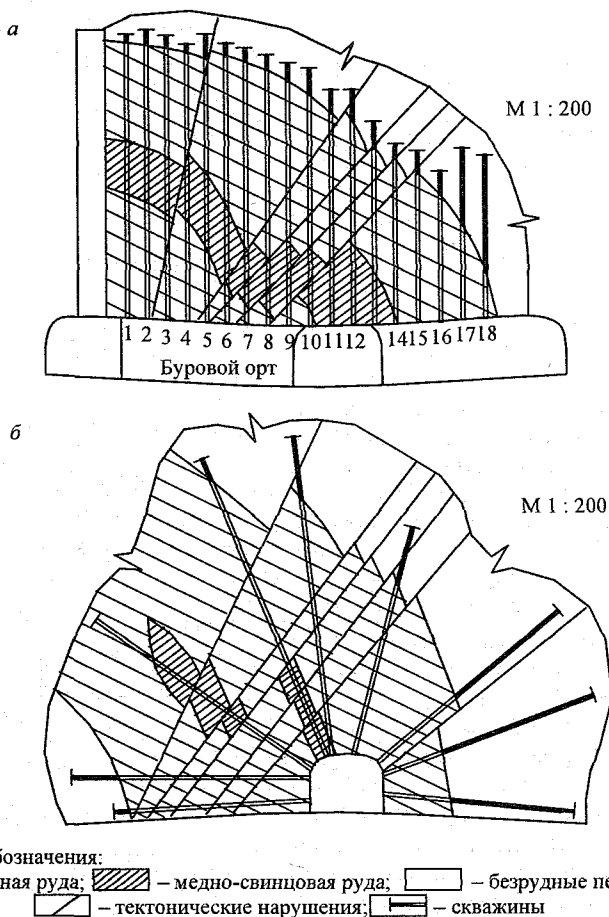


Рис. 5.3. Разрез по оси бурового орта (а) и по плоскости веера отбойных скважин (б)

На рис. 5.3 представлен подготовленный буровыми скважинами к отбойке блок руды [38]. С помощью аппаратуры выполнен рентгенофлюоресцентный анализ материала в стенках скважин с шагом 10 см, и проведены границы, разделяющие руду от породы (песчаники), а также границы разных типов руд.

Такое опробование позволяет проводить отдельно отбойку руд разных типов и не допускать отбойку пустой породы. Затраты на опробование (каротаж) скважин ничтожны по сравнению с затратами на горные работы [39].

Гамма-каротаж скважин и шпуров выполняют прибором ПРН 4-01М (очень хвалят), прибор облегченного типа \varnothing 25-32 мм и длиной 300-600 мм [40].

Аппаратура «Алмаз» используется для гамма-экспресс-анализа.

Аппаратура РРК-103 «Поиск» используется для анализа на молибден в условиях наложения L_{β} -линии урана на K_{α} -линию молибдена.

Для определения массовой доли золота использована корреляционная связь золота с халькофильными элементами. Достигнут порог обнаружения менее 1 г/т.

Аналитические лаборатории ОАО «ППГХО» обеспечены аппаратурой и методиками для анализа проб по следующим методам: рентгеноспектральному, флюоресцентному, рентгеноструктурному, радиометрическому, гамма-спектральному, бета-спектральному, альфа-радиометрическому, спектрально-эмиссионному, спектральному с индукционно-связанной плазмой, атомно-абсорбционному, спектрально-атомно-абсорбционному, химическому, пробирному, радиохимическому, гравиметрическому, титриметрическому, спектрофотометрическому.

5.2. Отбор проб от неподвижных добытых масс

5.2.1. Способ вычерпывания

Основным и, по существу, единственным способом отбора проб от добытых неподвижных масс является способ вычерпывания.

Классическим вариантом его реализации является (рис. 5.4) выкапывание в точке отбора лунки глубиной 0,2-0,4 м, с последующим отбором в пробу столбика материала со стенки снизу вверх совком.

У этого классического варианта имеется ряд недостатков:

- лунку трудно выкопать, особенно если в опробуемом массиве имеются достаточно большие куски;
- трудно отобрать материал со стенки в виде правильного столбика по той же причине;
- способ почти не поддается механизации.

Но главным и принципиальным недостатком этого варианта является то, что такой отбор пробы может быть неправильным, так как не выполняется второй принцип правильного опробования, а именно: не отбирается проба от элементов массива ниже уровня дна лунки.

Вариант отбора пробы с выкапыванием лунки будет правильным, если лунка выкапывается на всю глубину опробуемого массива. Такая лунка показана на рис. 5.4 пунктиром, но это еще более усугубляет недостатки.

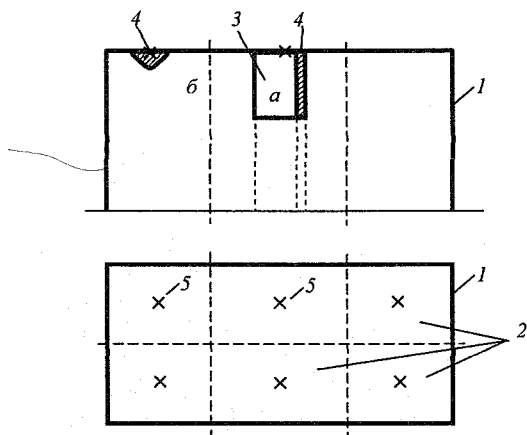


Рис. 5.4. Реализация способа вычерпывания:
а – с выкапыванием лунки; *б* – без выкапывания лунки (горстевой способ);
 1 – опробуемый массив; 2 – элементы опробуемого массива;
 3 – лунка; 4 – точечные пробы; 5 – точки отбора проб в плане

В пробу может быть взят весь материал лунки. Это обычно происходит при использовании инструментов, выполняющих как функции создания лунок, так и отбор проб в них. Это щупы, рейферы, буровые установки.

5.2.2. Инструменты для отбора проб вычерпыванием

1. Основной инструмент для отбора проб вычерпыванием – совок.

Для обеспечения выполнения первого принципа правильного отбора проб совок должен иметь определенные размеры. Главный из них – ширина совка b . Она должна быть больше трех размеров максимальных кусков:

$$b \geq 3d_{\max}.$$

Однако и другие размеры не могут быть произвольными. Так, для обеспечения стабильности массы точечной пробы необходимо, чтобы у совка был определенный объем.

Из этого дополнительного соображения назначены размеры совков для отбора и подготовки проб (рис. 5.5, табл. 5.1).

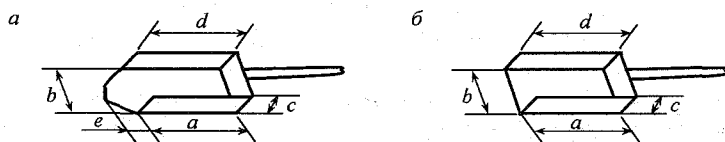


Рис. 5.5. Совки для отбора (а) и подготовки проб (б)

Таблица 5.1

Регламентируемые по ГОСТ 14180-80 размеры совков

Вариант	d_{\max} , мм	q_T , кг	Размеры совка, мм				
			a	b	c	d	e
a	До 50,0	2,0	150	120	75	130	50
	До 10,0	1,0	100	80	60	80	30
	До 2,0	0,1	50	40	30	40	20
b	До 5	—	50	50	30	40	—
	До 2	—	30	30	15	25	—

Однако, кроме ширины инструмента, важно, чтобы массы отдельных точечных проб были одинаковыми, если точечные пробы отбираются от одинаковых по массе элементов опробуемого массива.

Наименьшие массы точечных проб (кг) при отборе вручную, регламентируемые стандартами

Крупность материала, мм	ГОСТ 14180-80	ГОСТ 15054-80 ГОСТ 16548-80
До 1	0,1	0,1
До 10	1	0,3
До 20	—	0,8
До 50	2	1
Более 50	—	1 (с молотком)
50-100	—	4

В связи с большим разнообразием условий отбора проб от неподвижных масс и наличием различных особенностей отбора перечислим некоторые общепринятые правила такого отбора. Эти правила отражают либо требование равной представительности элементов массива в пробе, либо обеспечение чистоты пробы:

— при отборе пробы нельзя допускать высыпания из отборного устройства уже попавшего в точечную пробу материала;

— массы точечных проб, используемых для формирования объединенных проб, должны быть пропорциональны массам, соотносимым с этими точечными пробами. При ручном отборе проб допускаются отклонения точечных проб, отбираемых от равных массивов, на 20 %. С целью обеспечения таких отклонений регламентируют наименьшую массу точечной пробы, отбираемой вручную;

— нельзя отдавать предпочтение каким-либо точкам или отдельным кускам. Необходимо стремиться отбирать пробу точно по намеченной схеме, как бы это ни представлялось неудобным (требование равнопредставительности элементов массива в пробе);

- при опробовании емкостей нельзя отбирать пробу непосредственно у стенок. Регламентируются значения 0,5 м от стенки вагонов либо не менее 1/3 радиуса от борта круглого контейнера (ГОСТ 10742-71 регламентирует 1 м);
- точки отбора проб из емкостей у поставщика и потребителя должны располагаться одинаково, а расположение их в каждой емкости должно быть таким, чтобы в сумме по группе емкостей они образовывали правильную сетку;
- если опробуемая масса состоит из нескольких пространственно разделенных тел (несколько штабелей, вагонов и т. п.), то общее число точечных проб распределяется между ними пропорционально их массам;
- опробование штабелей, конусов рекомендуется производить по мере их формирования так, чтобы проводить опробование слоя не более 1,5 м.

2. Специализированные установки.

Наиболее эффективным способом вычерпывания является высверливание (выбуривание) лунки с отбором в пробу выбираемого материала. Для рыхлого материала используется шнек, забирающий пробу и перемещающий ее к приемному устройству. Возможно наличие у шнека режущих кромок, разрушающих крупные куски материала (рис. 5.6).

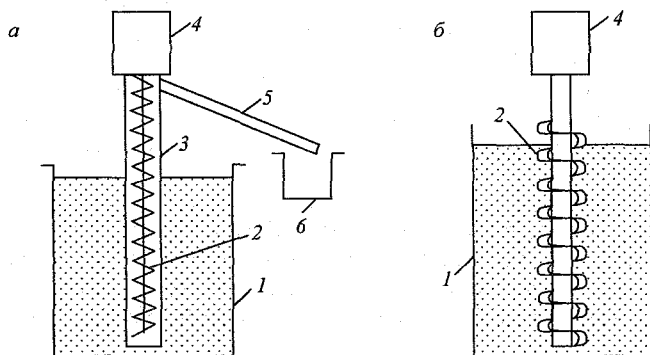


Рис. 5.6. Шнековые пробоотбиратели:

а – с кожухом; *б* – без кожуха;

1 – емкость с опробуемой массой; *2* – шнек; *3* – кожух;
4 – привод шнека; *5* – желоб; *6* – приемный сосуд для пробы.

Для сухих сыпучих материалов (например, угля) применяется шнек с кожухом, внедряемым вместе со шнеком в опробуемую массу (см. рис. 5.6, *а*). Отобраный материал шнеком транспортируется вверх и высыпается в приемную емкость. Конструктивно такое отборное устройство выполняется в виде специальной машины, приспособленной для отбора проб из вертикальных и наклонных лунок. Соответственно механизуются и автоматизируются все операции, связанные с перемещением шнека к нужной точке, установка его под необходимым углом и отбор пробы до заданной глубины.

Для мелких материалов типа кека флотационного концентрата, находящегося в контейнере, можно использовать шнек без кожуха. Влажный материал при внедрении шнека остается в пазах, шнек извлекается при остановленном приводе, переносится в приемную емкость и включается вновь. Материал из пазов шнека выбрасывается в приемную емкость (см. рис. 5.6, б).

Так как во многих случаях ручной отбор пробы совком затруднителен, роль совка выполняют ковши погрузочных машин, экскаваторов, захватывающие органы грейферов, скреперов и т. п.

Известна специализированная установка для отбора проб вычерпыванием.

Отбор проб достаточно большой массы может производиться с помощью машин, в частности грейфером из железнодорожных вагонов. При этом ширина раскрытия челюстей грейферов должна быть не менее половины ширины вагона, а ширина челюстей не менее $2,5d_{\text{max}}$. Грейфер должен погружаться в опробуемую массу не менее чем на 0,4 м при полном раскрытии его челюстей (ГОСТ 10742-71).

3. Щупы.

Щупы – это устройства, позволяющие отбирать точечные пробы от неподвижных массивов без выкапывания лунки.

Пассивным вариантом полного отбора материала из лунки, образуемой инструментом, является использование щупов (рис. 5.7), в которые материал входит через нижнее отверстие (см. рис. 5.7, а). Такой щуп вдавливают в опробуемую массу, а затем вытаскивают, и столбик материала переносится в приемную емкость. Для удобства извлечения материала из щупа внутренняя полость последнего делается слегка конической, расширяющейся кверху. Таким путем можно опробовать мелкозернистый влажный материал, образующий столбик, не разрушающийся при подъеме щупа.

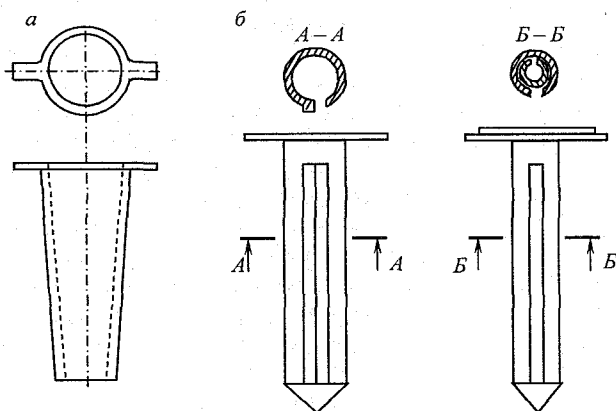


Рис. 5.7. Щупы:

а – без дна; б – с дном без кожуха и с кожухом

Если материал слишком сыпуч и такого столбика не образует, можно использовать шуп с дном и вертикальной щелью, не перекрываемой или перекрываемой внешним кожухом (см. рис. 5.7, б). Крупным недостатком таких шупов является зависимость отбора пробы через щель от свойств материала. Сыпучие материалы, как правило, обладают специфическими свойствами течения через сложные отверстия. Обычно материал начинает интенсивно стекать в шуп с поверхности или из какой-либо случайно возникшей у щели полости. Вследствие этого, по существу, вместо отбора материала по всей глубине лунки будет произведен отбор из какой-то ее части, преимущественно верхней. Этот факт подтвержден экспериментально. Так, при отборе пробы таким способом из мешка, в нижней части которого был кварц, а в верхней галенит, в пробу был извлечен преимущественно галенит.

Обычно требуют, чтобы ширина щели шупа была не менее трех диаметров максимальных кусков, однако это требование нельзя считать обоснованным. Видимо, она должна быть такой, чтобы материал мог свободно проникать в шуп.

Наконец, шуп может быть помещен в пустую емкость, а материал точечной пробы попадет в него в процессе загрузки материала. Для этого в шупе должна быть продольная щель, а шуп устанавливается щелью вверх.

4. Желонки.

Желонки – это устройства, содержащие пробоотборную емкость, которую можно поместить в точку отбора с помощью стержня, тяги, троса. При этом пробоотборная емкость должна открываться только в точке отбора. Конечно, желонки можно использовать лишь для отбора проб от текучего или сыпучего материала: пульпа, растворы, сухие концентраты и другие сыпучие продукты.

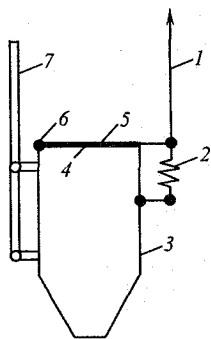


Рис. 5.8. Желонка:

- 1 – тяга; 2 – пружинка; 3 – емкость;
4 – резиновая прокладка; 5 – крышка;
6 – шарнир; 7 – ручка

Для весьма сыпучих сухих материалов либо весьма влажных и, следовательно, текучих и жидких лучше использовать желонки (рис. 5.8), представляющие собой сосуды с крышкой либо отверстием, которые после внедрения сосуда в материал на заданную глубину могут быть открыты. В этом случае отбирается точечная проба небольшой массы. Однако, применяя соответствующие схемы отбора проб (их правильное распределение по всему объему опробуемого материала), можно добиться высокого качества опробования.

5.2.3. Горстевой способ. Способ молотка и совка.

Рудоконтролирующие станции

Распространен упрощенный вариант реализации способа вычерпывания: горстевой способ, состоящий в том, что лунка вообще не выкапывается, а точечная проба отбирается в точке отбора непосредственно с поверхности опробуемого массива (см. рис. 5.4).

Горстевой способ допустим во всех случаях, когда есть уверенность в однородности опробуемого массива, т. е. массив хорошо перемешан, либо допустима возможная систематическая погрешность (например, при опробовании вагонеток, думпкаров и т. п. емкостей, загружаемых однородным материалом).

Но чаще всего прибегнуть к горстевому способу вынуждены тогда, когда лунки выкопать невозможно. А это бывает всегда при опробовании крупнокускового материала. Тогда вычерпывание совмещается с отбором в пробу частей кусков, отбиваемых, как правило, молотком. Отбитые части кусков собирают в совок. Способ отбора получил название *способ молотка и совка*.

Способ молотка и совка позволяет отбирать точечные пробы любой, сколь угодно малой массы. Естественно, при этом может существенно возрасти число точечных проб.

Особенностью реализации способа молотка и совка является необходимость отбора проб строго в намеченных точках отбора, какой бы крупности куски в точке ни оказались, т. е. выполнение первого принципа правильного опробования — непредпочтительности отбора проб от кусков любого размера. Так как отбор проб осуществляется вручную, выполнение этого требования требует высокой культуры пробоотборщика, понимания им сути и принципов отбора проб.

Известны случаи столь неправильного пробоотбора способом молотка и совка, что это приводило к неразрешимым разногласиям поставщика и потребителя.

Так, потребитель, разгрузивший на склад вагон марганцевой руды, при опробовании способом молотка и совка столкнулся с тем, что в связи с высокой крепостью кусков марганцевой руды отбойка кусочков оказалась практически невозможной, в результате чего в пробу совком отбирали мелкие куски, находящиеся рядом с точкой отбора. Это привело к отбору пробы, обладающей большой систематической погрешностью, — массовая доля марганца в ней оказалась в два раза ниже средней (истинной) по массиву, что явилось причиной претензии к поставщику.

Так, опробование угля в вагоне, проделавшем многокилометровый путь, горстевым способом может оказаться неправильным вследствие сегрегации угля.

Для крупнокусковой руды (крупнее 20-50 мм) трудоемкое горстевое опробование емкостей (вагонеток, вагонов, думпкаров), отбитой руды и т. п. называется единственно возможным, так как ни выкопать лунку, ни отобрать в ней точечную пробу практически невозможно. Погрешность горстевое опробования обычно сравнительно велика (и не исключена возможная систематическая погрешность).

Поэтому постоянно изыскиваются пути горстеего опробования без отбора проб. Эти возможности предоставляют хорошо развитые рентгенорадиометрические методы измерения массовой доли компонентов руды [39].

Благодаря резкому повышению производительности труда по опробованию руд рентгенорадиометрическое опробование получает повсеместное распространение.

При этом фактически выполняется горстеего опробование (получение сигнала от небольшой массы материала в поверхностном его слое) с сохранением присущего ему недостатка, а именно: в связи с неравнопредставительностью элементов опробуемого массива в пробе (сигнале) возможно наличие систематической погрешности.

Этот недостаток может не сказываться при решении задач, например, разделения руд по сортам.

Так, посамосвальное радиометрическое опробование позволило разделить фосфоритовую руду на четыре класса массовой доли P_2O_5 : $> 20\%$; $16-20\%$; $12-16\%$ и $< 12\%$. Кроме того, руда дополнительно сортируется и по вещественному составу, в том числе по массовой доле вредных примесей. Эти сорта руд могут быть переработаны раздельно.

Было выполнено сравнение по оценке качества руды в вагонетках рентгенорадиометрическим и горстеевым опробованием на медь, никель и железо [41]. Точки измерения по площади вагонетки распределялись равномерно – 7 точек по 50 см^2 , включая места традиционного горстеего опробования в 2 точках. Опробование 150 вагонеток показало относительное среднеквадратичное отклонение с результатами химических анализов для меди $6-10\%$ и для никеля $15-25\%$. Опробование 600 вагонеток в течение 30 смен дало эти же величины равными $4,8$ и $6,81\%$. Это позволяет использовать рентгенорадиометрическое опробование для оценки качества руды в вагонетках и также сортировать их по партиям.

Установки радиометрического опробования руд в транспортных емкостях получили название *рудоконтролирующих станций*.

Для рудоконтролирующих станций выпускаются различные анализаторы. Приведем характеристики некоторых анализаторов, устанавливаемых над вагонетками, вагонами, автосамосвалами, на расстоянии $300-500\text{ мм}$ от поверхности руды (табл. 5.2).

Развитая система опробования неподвижных массивов имеется на ОАО «ППГХО», разрабатывающем урановые и молибденовые руды. При этом все опробование проводится только с помощью геофизических (аппаратурных) методов, т. е. без отбора проб [42].

При геологоразведочных, горно-подготовительных и очистных работах опробование проводится, как правило, путем каротажа скважин и шпуров, гамма-каротажа стенок и забоев горных выработок и отбитой горной массы, гамма-экспресс-анализа горнорудной массы в ковшах экскаваторов, кузовах автосамосвалов и погрузочно-доставочных машин, в вагонетках и железнодорожных вагонах. Измерение массовой доли урана выполняется гамма-методом (измерение

естественной радиоактивности), а молибдена (и урана) рентгенофлюоресцентным методом.

Таблица 5.2

Характеристики рудоконтролирующих станций

Показатели	Анализатор РКС-А «СТАРК»	Анализатор НИИТФА
Диапазон определяемых элементов	От Са до U	От Al до U
Число одновременно определяемых элементов	–	До 20
Крупность материала	– 500 мм (емкости) – 200 мм (конвейеры)	До 60 мм
Диапазон измеряемых массовых долей	0,05-0,1 % и выше	0,01-80 %
Продолжительность единичных измерений	2-3 с	1-100 с
Ширина полосы облучения	300-800 мм	–
Масса	200 кг с пультом оператора	До 10 кг
Представление результатов	Интерфейс RS-485	В реальном времени в виде таблиц и графиков

В связи со спецификой руд используют приборы ПРН 4-01М для гамма-каротажа, РРК-103 «Поиск» для рентгенофлюоресцентного анализа, сепараторы фирмы «РАДОС».

На выходе горного цеха руда опробуется шахтными рудоконтролирующими станциями в транспортных емкостях с направлением отдельных емкостей в отвал породы, отвал забалансовых руд, штабель кучного выщелачивания, а также по молибдену делится на два потока: бедная балансовая руда и богатая руда.

С помощью рудоконтролирующих станций на обогатительной фабрике по урану бедную руду делят также на породную часть, продукт для кучного выщелачивания, и концентрат, объединяемый с богатой рудой.

Для предприятия ТОО «Корпорация «Казахмыс» приведены результаты сопоставления средних массовых долей меди за год, %:

- по данным вагонного опробования – 1,07;
- по опробованию слива мельниц – 0,96.

Эти результаты позволяют оценить величину возможной абсолютной систематической погрешности, если за принятое опорное значение взять результаты опробования слива мельниц:

$$\Delta\alpha_{с\text{ ваг}} = 1,07 - 0,96 = 0,11 \%$$

Относительное значение этой погрешности составит 11,5 %.

По-видимому, такая величина возможной систематической погрешности не препятствует использованию рентгенорадиометрического опробования [39].

Погрешность опробования рудоконтролирующих станций зависит от геометрических условий замера, от загрузки горнорудной массы в кузов автосамосвала и от времени проведения замера, т. е. скорости движения автосамосвала.

С целью введения поправок на условия замера рудоконтролирующая станция снабжается ультразвуковыми датчиками измерения расстояния до опробуемой поверхности, что позволило ввести поправки на высоту. С целью учета геометрии всей опробуемой поверхности облучательно-измерительное устройство делают подвижным, позволяющим сканировать всю поверхность руды в автосамосвале [43].

Фирма Laser Detect System выпустила рудоконтролирующую станцию для непрерывного опробования потоков, выполняющую анализ микропорций материала в потоке спектральным методом. На поток материала направляется луч лазера. Импульс лазерного луча продолжительностью 10 наносекунд мощностью 1 Гигаватт на см^2 создает температуру 10 000 °С. Образуется плазма, позволяющая выполнить атомно-эмиссионный спектральный анализ возбужденного участка материала.

Спектральный анализ плазмы не имеет ограничений по атомному номеру элемента и пригоден для анализа всех, в том числе самых легких элементов. Масса анализатора 200 кг.

Однако анализируемая масса пробы весьма мала, анализируется только поверхность материала, а анализ проб выполняется методом продольных сечений со всеми присущими ему недостатками.

5.3. Отбор проб от перегружаемых масс

5.3.1. Перелопачивание или выборочный способ

Существует хороший способ отбора проб от неподвижных добытых масс – перелопачивание. Этот способ лишен всех недостатков, связанных с вычерпыванием, но требует дополнительных трудозатрат, так как связан с перегрузкой опробуемого массива.

Суть перелопачивания состоит в том, что опробуемый массив порциями, каждая из которых составляет точечную пробу, перемещается в пределах производственной площадки (рис. 5.9). Задача состоит в том, чтобы определенное расчетом число точечных проб N , в процессе перелопачивания выделить в объемную пробу.

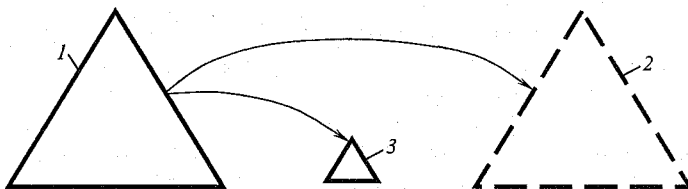


Рис. 5.9. Отбор проб перелопачиванием:

1 – опробуемый массив; 2 – перегруженный массив;
3 – проба, составленная точечными пробами массива,
соответствующей вместимости перегрузочного инструмента
(совка, лопаты, ковша погрузчика)

Перелопачивание – единственный абсолютно правильный способ опробования неподвижных масс, применяющийся во всех ответственных случаях опробования. Так как перегрузка осуществляется малыми порциями (точечными пробами), способ позволяет отбирать большое число точечных проб N_T .

Выборочный способ отбора проб применяется чаще всего в совокупности с каким-либо технологическим процессом, связанным с погрузкой или разгрузкой опробуемой массы. При этом период r (число рабочих циклов погрузчика-разгрузчика, через которое отбирается одна проба)

$$r = \frac{M}{N_T m},$$

где M – масса партии, т;

m – масса, перемещаемая погрузчиком за один цикл, т;

N_T – число точечных проб.

При отборе проб от больших массивов большими порциями возможен отбор очень большого числа точечных проб последовательным уменьшением (сокращением) массива.

Так, при отборе проб от партии золотосодержащей руды массой 300 т на Алмалыкском ГОКе использована именно такая схема перелопачивания. Начальная проба составляла треть опробуемого массива, т. е. 100 т, и в нее отбирался каждый третий ковш погрузчика. Такая большая проба на этой же площадке последовательным перелопачиванием сокращалась до массы 50, затем 25, 10 и, наконец, до 5 т.

В итоге получена правильная проба с малой случайной погрешностью.

5.3.2. Перегрузка и дисковый пробоотбиратель

Механизированный (оптимальный) вариант перелопачивания состоит в перегрузке опробуемого массива супермалыми точечными порциями с помощью специализированного устройства.

ООО «Таилс Ко» совместно с Уральским государственным горным университетом разрабатывает оборудование и методическое обеспечение контроля качества продуктов переработки на основе перегрузки. Технологические линии и аппараты для опробования различных сыпучих и пульпообразных материалов пущены в эксплуатацию на нескольких предприятиях Уральского региона.

Дисковый электромеханический пробоотбиратель предназначен для отбора пробы от технологического потока материала. От большинства подобных аппаратов он отличается тем, что весь проходящий через рабочую зону материал подвергается усреднению, а отбор пробы происходит в непрерывном режиме от переформированного потока усредненного продукта [44].

Принцип действия дискового пробоотбирателя-сократителя заключается в принудительном перемешивании проходящего через рабочую зону продукта, формировании из него направленного кольцевого потока и отбора пробы в непрерывном режиме. Устройство рабочей камеры дискового сократителя показано на рис. 5.10.

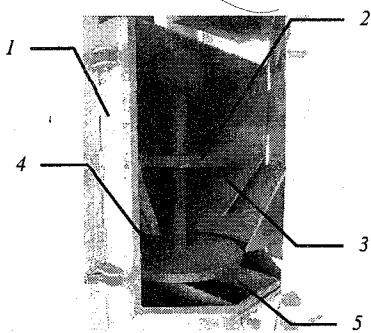


Рис. 5.10. Рабочая камера
дискового сократителя

Исходный материал через загрузочное окно подается внутрь корпуса 1 на поверхность вращающегося усреднительного диска 2. На поверхности усреднительного диска материал перемещивается за счет воздействия на частицы центробежной силы и разбрасывается круговым веером с его поверхности к стенкам корпуса. По направляющей воронке 3 материал самотеком поступает в центральную часть разбрасывающего диска 4. Перемещаясь по поверхности разбрасывающего диска, материал дополнительно перемещивается и круговым веером отбрасывается к стенкам корпуса.

Вдоль стенок корпуса материал кольцевым потоком движется вниз. При помощи расположенной под разбрасывающим диском регулируемой пробоотборной щели 5 от потока материала в непрерывном режиме отбирается проба, выводимая самотеком из корпуса по желобу пробоприемника. Основная масса материала (опробованный материал) также удаляется из корпуса самотеком.

Конструкция обеспечивает отсутствие «зон накопления», в результате чего внутри не остается частиц материала. Предельно упрощен процесс технического обслуживания и разборки-сборки. Аппарат может встраиваться в технологическую линию для отбора пробы от потока или быть выполнен в виде лабораторной установки.

В настоящее время на горно-обогатительных и металлургических предприятиях применяются дисковые пробоотбиратели-сократители двух типов: СМД-2 (ТУ 3132-002-12282200-2008) и СОД-2 (ТУ 3132-001-12282200-2008) [44]. Основные технические характеристики дисковых сократителей приведены ниже.

Наименование параметра	Значение
Крупность материала, мм	До 60
Влажность материала, %	До 18
Производительность по исходному, м ³ /ч	От 0,1 до 10,0
Выход отбираемой пробы, %	1-30
Частота вращения рабочей системы, об/мин	200-950
Мощность двигателя, кВт	От 0,55 до 4,0
Рабочее напряжение, В	220 или 380

Пример снижения погрешности при отборе проб приведен в табл. 5.3.

Таблица 5.3

**Погрешности формирования сокращенных проб исходного сырья
никелевого металлургического комбината**

Погрешность	Метод получения пробы			
	отбор точечных проб вручную с поверхности тарного места		отбор проб пробоотбирателем СМД-2-400	
	абсолютная погрешность	относительная погрешность	абсолютная погрешность	относительная погрешность
Крупность $-50+0$ мм, содержание никеля 5 %				
Расчетная	1,70	34,0	0,78	15,6
Фактическая	1,35	26,9	0,61	12,2
Крупность $-10+0$ мм, содержание никеля 8 %				
Расчетная	1,70	21,25	0,10	1,10
Фактическая	0,90	11,25	0,10	1,10

Применение дискового пробоотбирателя позволило обеспечить значительное снижение систематической, случайной и вероятной систематической погрешностей отбора проб. Производительность труда работников, занимающихся опробованием, увеличилась более чем в 4 раза, значительно улучшились условия работы.

Аппарат может встраиваться в технологическую линию для отбора пробы от потока или быть выполнен в виде лабораторной установки. В зависимости от производительности процесса и крупности опробуемого материала (до 100 мм) может варьироваться и типоразмер.

На способ и устройство получен патент [45].

5.4. Правила безопасности при отборе проб от неподвижных масс

Единые правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении и окусковании руд и концентратов полностью распространяются и на неподвижные опробуемые массивы. Они предусматривают ручной отбор проб только в установленных точках технологической схемы, определяемых техническим руководителем организации. Места (площадки) отбора проб должны быть удобными, безопасными, иметь местное освещение, их оборудование и устройство ограждений должно быть определено проектом. Отбор проб с необорудованных точек запрещается.

Так как опробование минерального сырья осуществляется и за пределами обогатительной фабрики, то следует руководствоваться также Правилами безопасности при геологоразведочных и горных работах.

Выдержки из Правил безопасности при геологоразведочных работах:

– работы по опробованию в эксплуатационных, разведочных и заброшенных горных выработках, а также в отвалах обогатительных фабрик необходимо производить с разрешения лиц, ответственных за технику безопасности на оп-

робуемом участке, с соблюдением правил безопасности, действующих на предприятии;

- перед началом работ по отбору проб в выработках лицо технического надзора обязано проверить устойчивость кровли, боков (бортов) и обеспечить приведение их в безопасное состояние;

- запрещается отбор проб в незакрепленных шурфах с неустойчивыми стенками;

- места опробования отвалов должны быть предварительно осмотрены лицом технического надзора, и приняты меры от возможных обвалов;

- отбор проб из шлама скважин колонкового бурения должен вестись под наблюдением бурильщика. Запрещаются установка и снятие сборника шлама при работающем буровом станке;

- запрещается подготовка проб в подземных горных выработках. В действующих карьерах подготовка проб допускается только в местах, отведенных для этих целей лицом технического надзора;

- подготовка больших проб (массой в несколько тонн) с крупными кусками должна производиться на площадках, огражденных защитными бортами;

- дробление и истирание проб ручным способом допускаются только в закрытых ступах;

- ручное просеивание измельченных проб должно производиться в ситах, закрываемых плотными крышками;

- запрещается во время работы дробилки регулировать размер выходной щели, очищать дробилку от налипшей породной мелочи.

ОТБОР ПРОБ ОТ ПОТОКОВ

6.1. Способы отбора проб от потоков

Известны два способа отбора проб от потоков:

- способ поперечных сечений;
- способ продольных сечений.

Возможна и их комбинация – комбинированный способ.

Потоки отличаются от неподвижных масс тем, что все элементы или точки опробуемого массива доступны для отбора пробы.

Существует правило: отобрать пробы от потока всегда легче, чем от неподвижного массива. Поэтому всегда целесообразно отбирать пробы от массива, когда он в движении. На обогатительных фабриках любой опробуемый массив в определенный момент времени либо отгружается, либо загружается, поэтому только в крайне необходимых случаях следует опробовать неподвижные массивы.

Оба способа отбора проб от потоков широко используются на обогатительных фабриках.

Так же, как и для неподвижных массивов, генеральным направлением развития опробования потоков является опробование без отбора проб (рис. 6.1). В этом случае опробуемый массив в течение контрольного периода T проходит через точку установки анализатора 1 , который выполняет анализ каждой точечной пробы 2 без ее отбора. При этом обычно оператору на дисплей передается результат анализа каждой i -й точечной пробы α_i , а также обработанные результаты, например, среднее за смену.

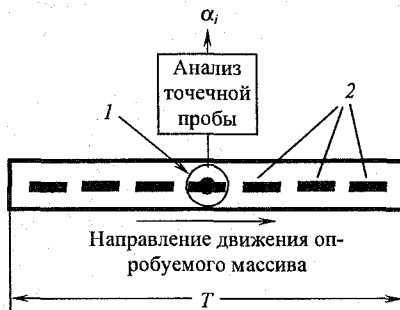


Рис. 6.1. Опробование потоков без отбора проб

6.2. Способ поперечных сечений

6.2.1. Реализация способа

Способ поперечных сечений состоит в том, что с помощью какого-либо инструмента в потоке вырезается поперечная полоса, образующая точечную пробу (рис. 6.2).

Так как пересечение потока выполняется не мгновенно, полоса вырезается под углом φ , зависящим от соотношения скорости потока и скорости пересекающего поток инструмента.

Опробуемый поток неоднороден как в продольном, так и в поперечном сечениях.

За контрольный период T отсекается N_T точечных проб, и тем самым обеспечивается достижение допустимой случайной погрешности.

Неоднородность потока в поперечном сечении не оказывает влияния на погрешность, так как проба отбирается от всего сечения потока. Существует много конструкций инструментов, пересекающих поток по-разному. Поэтому необходимо проверять правильность любого пробоотбирателя. Для этого вдоль потока проведем продольную линию j , пересекающую все изображения точечных проб, и найдем сумму отрезков l за контрольный период T :

$$L_j = \sum_i l_{ji}.$$

Правильный отбор проб способом поперечных сечений должен удовлетворять равенству

$$L_j = \text{const}.$$

Индекс j соответствует любой произвольной линии, проведенной параллельно продольной оси потока.

Способ поперечных сечений при выполнении указанного равенства обеспечивает правильное опробование, поэтому товарное опробование выполняют обычно только способом поперечных сечений.

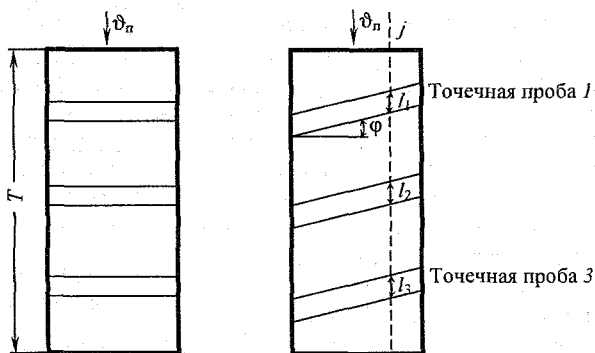


Рис. 6.2. К объяснению отбора проб способом поперечных сечений

Недостатком этого способа является необходимость использования какого-либо привода для перемещения пробоотборного устройства поперек потока.

6.2.2. Пробоотбиратели, реализующие способ поперечных сечений

Инструменты, позволяющие отобрать пробу от потока, называются пробоотбирателями.

Пробоотбиратели могут быть ручные и механические.

Ручные пробоотбиратели известны двух видов.

Для отбора проб методом поперечных сечений с *остановленного* (ручной отбор проб непосредственно с движущихся механизмов запрещен) конвейера 1 используется рамка 2 (рис. 6.3, а), позволяющая выделить и переместить пробу

в приемный сосуд. Рамка должна быть внедрена в поток опробуемого материала, и весь ограниченный стенками рамки материал должен быть сдвинут с конвейера в пробу, при этом $b \geq 3d_{\max}$. Для сравнительно крупнокускового материала и для невыполненного конвейера применяют две ограничивающие пробу металлические стенки, а материал пробы вычерпывают с конвейера совком. Так как материал неподвижен, то в этом случае расстояние между стенками b может быть принято меньше: $b \geq 2d_{\max}$.

С целью исключения ураганных проб и просто для большей надежности отбора довольно часто при ручном отборе проб точечную пробу формируют из трех отсечек. Так рекомендуется с остановленного конвейера точечную пробу формировать из трех частей (отсечек), расположенных на расстоянии друг от друга на 2-3 м для определения грансостава и на 1-2 м для определения влажности. Строгого обоснования такому отбору точечных проб нет.

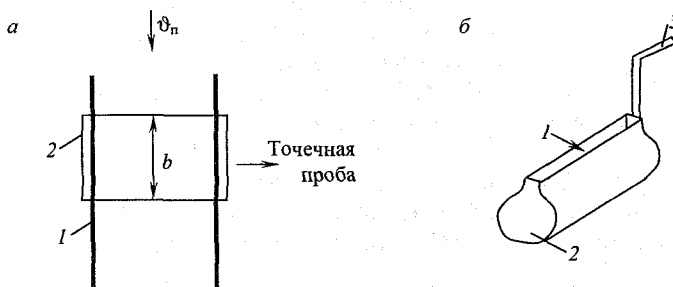


Рис. 6.3. Ручные пробоотбиратели:
а – для отбора проб с конвейера; б – для отбора проб пульпы

Для отбора проб пульпы используют ручные ковшовые пробоотбиратели – пробники, имеющие пробоотборную щель 1 и пробоприемную емкость 2 (рис. 6.3, б). Пробник снабжен ручкой 3.

Требования к ширине щели, величине емкости и характеру использования аналогичны требованиям к механическим ковшовым пробоотбирателям.

Ручные пробники для пульпы используют на перепаде пульпы.

Механические пробоотбиратели известны трех типов:

- ковшовые и лотковые;
- секторные;
- скреперные и маятниковые.

Ковшовые и лотковые пробоотбиратели

Ковшовый (лотковый) пробоотбиратель (рис. 6.4) содержит ковш (лоток), перемещаемый поперек потока на его перепаде с постоянной скоростью v_k . Отобранная проба накапливается в ковше и перемещается им к месту разгрузки или удаляется по лотку в пробоприемную точку непосредственно в процессе отбора пробы. Ковш или лоток перемещаются тяговым органом, выполненным в виде цепи, троса или винта. В настоящее время наибольшее распространение

получили цепи, как наиболее надежные. Пробоотборный ковш для пульп с узкой длинной щелью часто называют ножом.

Для обеспечения правильного отбора проб ковшовые пробоотбиратели должны удовлетворять пяти требованиям:

1. Ширина щели ковша (лотка) $b \geq 3d_{\max}$, но не менее 6 мм [6].
2. Стенки щели должны быть вертикальными и параллельными.

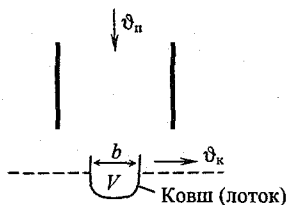


Рис. 6.4. Ковшовый (лотковый) пробоотбиратель

3. Длина щели должна быть больше толщины потока, а ее торцевые границы в процессе отбора пробы должны быть за пределами потока.

4. Емкость ковша должна быть больше возможного объема пробы $V > 1,25V_{\text{пробы}}$. Для лоткового пробоотбирателя наклон лотка должен обеспечивать быстрое удаление материала пробы от пробоприемной щели так, чтобы уже отобранная часть точечной пробы не препятствовала отбору последующих частей.

5. Скорость перемещения щели с вертикальными стенками должна быть не более 0,6 м/с:

$$v_k \leq 0,6 \text{ м/с.}$$

Ряд известных пробоотбирателей имеет скорость до 1 м/с.

Пятое требование может быть снято, если связать скорость перемещения ковша с углом наклона его стенок θ от вертикали соотношением:

$$\theta = \arctg \frac{v_k}{v_n}.$$

Из этого соотношения следует, что могут быть пробоотбиратели, у которых ковш повернут на 90° , т. е. положен на бок, но у такого пробоотбирателя скорость пересечения ковшем потока v_k должна быть очень большой. Такие пробоотбиратели известны и получили название ударных.

Все изложенные требования направлены на выполнение принципов правильного опробования.

Масса отбираемой точечной пробы q_T является первичной величиной, не зависящей от других соображений, кроме выполнения принципов правильного опробования, и может быть найдена по формуле

$$q_T = \frac{Q \cdot b}{v_k}.$$

Здесь Q — производительность конвейера;

b — ширина щели;

v_k — скорость перемещения ковша.

При отборе проб пульпы Q — объемный поток пульпы в единицу времени. Тогда q_T будет измеряться в единицах объема.

При отборе проб от крупнокусковых потоков и большой производительности масса точечной пробы может быть несколько сотен килограммов. Ковши

(лотки) таких пробоотбирателей перемещаются по специальным направляющим (рельсам, стержням), опираясь на них.

Пробы обычно отбирают как при прямом, так и при обратном перемещении ковша (лотка).

Сведения о выпускаемых ранее пробоотбирателях (1-ТИП-ОП; 2-ТИП-ОП; 66 ОП-А; 67 ОП-А) приведены в работе [47]. Первые два – для дробленых руд крупностью до 60 и 100 мм и производительностью 500 и 1200 т/ч, остальные – для пульпы с расходом 200 и 70 м³/ч.

На рис. 6.5 представлен пробоотбиратель типа 66 ОП-А, предназначенный для отбора проб при наличии перепада высот на потоке пульпы. Пробоотбиратель 66 ОП-А работает по принципу поперечного пересечения струи. Отбор проб осуществляется с помощью ножа 1, прикрепленного к каретке 2 и пересекающего поток пульпы при перемещении из одного крайнего положения в другое.

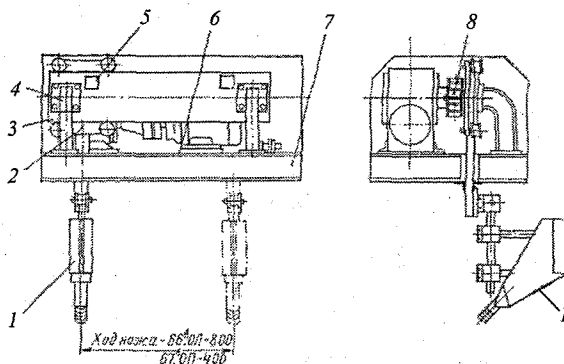


Рис. 6.5. Пробоотбиратель 66 ОП-А (67 ОП-А):

1 – нож; 2 – каретка; 3 – направляющая; 4 – кронштейны;
5 – конечные выключатели; 6 – привод; 7 – рама; 8 – звездочка

Для углеобогатительных фабрик выпускают ковшовые пробоотбиратели ПНГ-10 и ПНГ-12,5 для углей крупностью 50-300 мм и потоков производительностью до 1500 т/ч.

Секторные пробоотбиратели

Секторный пробоотбиратель (рис. 6.6) содержит сектор 1 с пробоприемной щелью 2, поворачиваемой вокруг вертикальной оси 3. Проба обычно не накапливается, а отводится по желобу для кусковых проб либо по трубе для проб пульпы.

Для обеспечения правильного отбора проб секторные пробоотбиратели должны удовлетворять требованиям:

1. Ширина щели в наиболее узком месте $b \geq 3d_{\max}$.

2. Стенки щели должны быть вертикальны и направлены по радиусам к оси вращения.

3. Длина щели $l_{щ}$ должна быть больше толщины потока, а ее торцевые границы в процессе отбора пробы должны быть за пределами потока.

4. Конструкция сектора должна обеспечивать быстрое удаление отобранной пробы.

5. Скорость перемещения наиболее широкой части щели должна быть менее 0,6 м/с.

Секторные пробоотбиратели с наклонными стенками неизвестны.

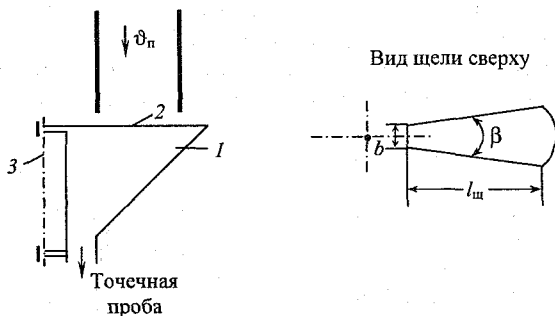


Рис. 6.6. Секторный пробоотбиратель

Масса точечной пробы q_T :

$$q_T = \frac{Q \cdot \beta}{\omega},$$

где Q – производительность (объемный расход) потока;

β – угол между стенками щели;

ω – угловая скорость перемещения щели.

Так как $\omega = 2\pi n$, где n – число оборотов сектора в единицу времени при его возможном непрерывном вращении, то

$$q_T = \frac{Q \cdot \beta}{2\pi n}.$$

Секторные пробоотбиратели изготавливают как для пульп, так и для крупнокускового материала и, благодаря отсутствию цепи, работающей в тяжелых условиях, а также весьма надежной конструкции, получают в настоящее время наибольшее распространение. Пробы отбирают как при прямом, так и при обратном перемещениях сектора, а также при его круговом вращении.

Для углеобогачительных фабрик выпускаются щелевые пробоотбиратели ППЩ-15; ППЩ-25 и ППЩ-35 для установки на трубопроводах соответственно 150; 250 и 350 мм. Ширина щели регулируется в пределах 3-15 мм. Предусмотрены как непрерывный, так и периодический режимы работы.

Скреперные пробоотбиратели

Скреперный пробоотбиратель (рис. 6.7) представляет собою скрепер 1 (скобу), перемещаемый поперек потока материала на конвейере, который захватывает материал точечной пробы и сбрасывает ее с конвейера.

Для того чтобы скрепер и опробуемый материал при отборе пробы были неподвижны относительно друг друга в направлении движения ленты конвейера, скрепер перемещают под углом φ :

$$\varphi = \arcsin \frac{v_n}{v_c}$$

Требования к скреперному пробоотбирателю:

1. Ширина скрепера $b \geq 2d_{\max}$.
2. Стенки щели должны быть вертикальны.
3. Конструкция скрепера должна обеспечивать полное пересечение потока, вплоть до очистки поверхности конвейерной ленты, и сброс точечной пробы.
4. Скрепер должен перемещаться под углом φ (см. рис. 6.7, а).

Достоинством скреперных пробоотбирателей является отбор проб непосредственно с ленты конвейера.

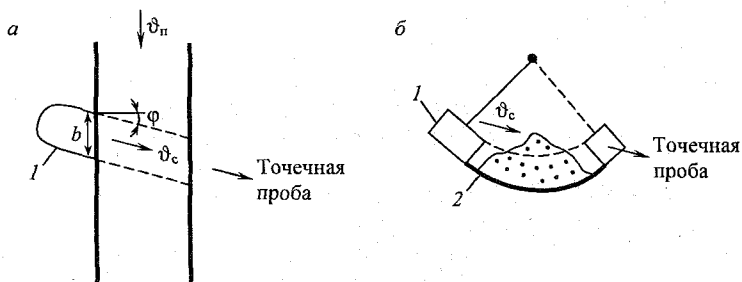


Рис. 6.7. Скреперный (а) и маятниковый (б) пробоотбиратели

Для отбора проб с медленно перемещающихся конвейеров, например, для отбора проб концентратов после вакуум-фильтров, скрепер выполняют в виде лопатки (прямой стенки) и перемещают поперек конвейера под углом $\varphi = 0$ с небольшой скоростью.

Масса точечной пробы.

Если бы $\varphi = 0$, то

$$q_T = \frac{Q \cdot b}{v_n},$$

но с учетом φ

$$q_T = \frac{Q \cdot b}{v_n} \cdot \frac{1}{\cos \varphi}.$$

Поэтому желательно, чтобы угол φ был как можно меньше, а это значит, что скорость перемещения скрепера должна быть достаточно большой по сравнению со скоростью потока v_n (ленты конвейера).

Существенным недостатком скреперных пробоотбирателей является возможность отбора пробы только при движении скрепера в одном направлении. Это требует усложнения конструкции пробоотбирателя для холостого перемещения скрепера в исходное положение.

Другим недостатком является необходимость создания участка конвейера, где лента была бы горизонтальна, в то время как многие конвейеры работают с лентой, изогнутой в поперечном сечении в виде желоба.

Для работы на таких конвейерах выпускают маятниковые пробоотбиратели.

Маятниковые пробоотбиратели

Маятниковый пробоотбиратель (рис. 6.7, б) представляет собою скрепер 1, подвешенный над лентой конвейера 2 так, что он при своем перемещении поперек ленты описывает дугу, соответствующую изгибу ленты, отбирает точечную пробу и сбрасывает ее с ленты. Скорость перемещения скрепера высока, а обратный холостой ход скрепера над материалом обеспечивается специальным шарнирным механизмом. Это позволило создать маятниковые пробоотбиратели весьма компактной конструкции.

Выпускаются маятниковые пробоотбиратели ПММ-12Р и ПММ-16Р с шириной ковша от 100 до 600 мм для отбора проб углей крупностью до 300 мм на конвейерах с производительностью до 2000 т/ч.

6.2.3. Системы отбора, транспортировки и подготовки проб кусковых продуктов

Совокупность пробоотборных средств и средств подготовки проб вплоть до лабораторной пробы или аналитической навески составляет систему.

Такие системы отбора и подготовки проб кусковых продуктов, включающие ковшовые типа ПК или скреперные пробоотбиратели типа ПС и проборазделочные машины типа МПЛ-150 или МПЛ-300, установленные непосредственно у пробоотбирателя, распространены на углеобогадательных фабриках.

Достоинством этих систем является комплексность поставки пробоотбирателей и проборазделочных машин и, следовательно, предопределенность всех операций подготовки проб. Для конкретной углеобогадательной фабрики определяется технологическая точка отбора пробы и намечаются к установке указанные средства.

Для рудных фабрик такие системы собираются в виде технологических цепочек из отдельных единиц оборудования.

Системы отбора и подготовки проб кусковых продуктов позволяют осуществлять так называемое головное опробование. Головное опробование дает возможность получить информацию о перерабатываемых продуктах на входе обогадательной фабрики.

Возможны следующие варианты опробования руды:

- повагонное опробование до первых стадий дробления;
- опробование дробленой руды перед бункерами главного корпуса;
- опробование дробленой руды перед подачей ее в мельницу.

Чем раньше по ходу технологического процесса начато опробование руды, тем полнее и точнее может быть собрана информация и тем шире возможности по управлению на фабрике. Раннее опробование в начале процесса позволяет дробить, складировать и направлять на обогащение руду с учетом ее качества.

Однако чем раньше по ходу технологического процесса начато опробование, тем труднее его осуществлять, прежде всего, в связи с резким возрастанием крупности опробуемого материала, мощности опробуемых потоков либо необходимостью отбора пробы от большого числа отдельных транспортных емкостей. Поэтому на подавляющем большинстве рудных обогатительных фабрик головное опробование кусковых материалов отсутствует.

Системы для отбора и подготовки проб крупнокусковых продуктов создаются и внедряются там, где опробование мелкокусковых продуктов либо пульпы невозможно главным образом потому, что с некоторого момента поток руды становится неидентичным входному потоку руды на фабрике.

Так, на асбестообогатительных фабриках извлечение асбеста начинается уже при крупности 130 мм, в связи с чем станции отбора и подготовки проб устанавливаются для опробования руды крупностью 130 мм (рис. 6.8). Отобранная за одно отсекание проба массой

400 кг ленточным конвейером подается в промежуточный бункер, из которого электровибрационным питателем подается в щековую дробилку, после которой установлен секторный сократитель. После второй стадии дробления секторный сократитель выделяет точечную пробу массой 12 кг. Точечные пробы накапливаются в сборнике пробы, образуя в нем объединенную (сменную) пробу.

Необходимость системы отбора и подготовки проб крупнокусковых продуктов возрастает при использовании развитых схем обогащения. На фабриках, обогащающих минералы с большой плотностью (золото, касситерит, тантало-

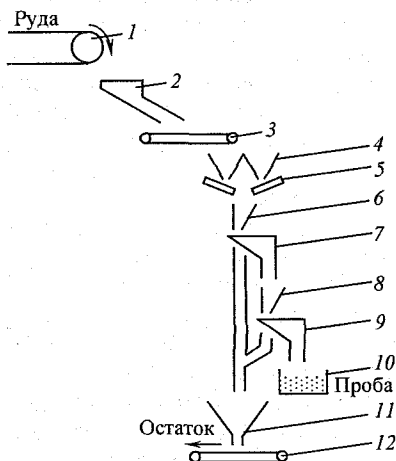


Рис. 6.8. Схема отбора и подготовки проб асбестовой руды:

- 1 – конвейер; 2 – пробоотбиратель;
- 3 – конвейер для пробы; 4 – бункер;
- 5 – электровибрационный питатель;
- 6, 8 – щековые дробилки 175 × 250;
- 7 – секторный сократитель;
- 9 – приемный сосуд для пробы;
- 10 – бункер для остатка; 12 – конвейер для удаления остатков пробы

колумбит и т. п.), возможно изменение состава руды уже на стадиях ее подготовки: измельчение, классификация. На фабриках, обогащающих минералы, склонные к ошламованию, возможно изменение состава руды при промывке ее либо при удалении пыли.

В настоящее время решающее значение придается развитию операций рудоподготовки, начинающих обогащение руды большой крупности, а именно: сортировке, грохочению, избирательному дроблению. Следовательно, получают распространение системы опробования крупнокусковых материалов.

6.2.4. Системы отбора и транспортировки проб пульпы

Отбор проб пульпы широко распространен на большинстве обогатительных фабрик. Это связано, прежде всего, с широким распространением мокрых процессов обогащения и с допущением возможности опробования головного потока руды либо на сливе мельницы, либо на сливе классификатора.

Достоинством опробования пульпы является также и максимально полная подготовка пульпообразных продуктов для анализа, что упрощает и отбор, и подготовку проб.

Отбор проб пульпообразных продуктов обогащения производится в основном на горизонтальных или вертикальных перепадах из труб и желобов, транспортирующих пульпу.

Требования при организации пробоотбора следующие: возможность наблюдения за состоянием питающего желоба, перегрузочного ящика и пробоприемного устройства. Желоб должен подводить пульпу к перепаду без завихрений и брызг. Во время пауз между отсечками подтеки или капли пульпы не должны попадать ни на пробоотсекающий нож, ни в щель пробоприемного устройства. Весьма важным является правильное решение узла установки пробоотбирателя.

На рис. 6.9 показан пример установки пробоотбирателя на горизонтальном участке потока пульпы. Пробоотбиратель 1 с пробоотсекательным ножом 2 устанавливается на определенном расстоянии от подводящего пульпу короткого желоба 3, ширина которого на 150 мм меньше хода ножа. Успокоенный в буферной коробке 5 стенкой 6 поток пульпы проходит по желобу 3 и попадает в распределительную коробку, откуда через патрубок направляется на дальнейшие операции. Проба, отсеченная ножом 2, шлангом 4 направляется в сосуд для пробы.

Если пульпа к пункту опробования подается только самотеком, буферная коробка 5 не изготавливается, а пульпопровод сопрягается непосредственно с желобом 3.

Установка пробоотбирателей других типов отличается от описанной лишь способом крепления пробоотсекателя, узел перепада пульпы остается практически постоянным.

Во многих случаях, когда организация достаточных перепадов пульпы невозможна, а также при эпизодическом опробовании каких-либо продуктов или при генеральном опробовании, установка автоматических пробоотбирателей нецелесообразна, отбор проб осуществляется вручную.

При организации ручного отбора проб необходимо выполнение следующих обязательных правил:

- для каждого продукта следует выделить отдельные пробники, сократители, пробоприемные коробки, ведра и прочий вспомогательный инвентарь;

- точечные пробы должны отбираться через строго одинаковые промежутки времени;

- при поперечном сечении опробуемого потока пробник должен пересекать весь поток так, чтобы струя беспрепятственно проходила в пробник и не выплескивалась из него;

- скорость пересечения потока пробником, направление и число приемов пересечения должны быть одинаковы для всех точечных проб в течение всего периода отбора объединенной пробы независимо от неравномерностей потока и изменения его производительности;

- после отбора каждой точечной пробы пробник должен быть вымыт и храниться в опрокинутом состоянии.

Качественное управление процессом возможно при наличии информации о многих продуктах, точки отбора которых расположены в различных, как правило, удаленных друг от друга местах фабрики. При этом необходимо обеспечить минимальные запаздывания в определении содержаний металлов после отбора проб. Таким образом, современная постановка задачи оптимального управления технологическими процессами обогащения требует решения вопроса одновременного отбора представительных проб в различных точках схемы, быстрой доставки их к рентгеноспектральному анализатору, непродолжительной подготовки к анализу и экспрессного анализа проб.

Система оперативного опробования обеспечивает отбор, доставку и подготовку пробы пульпы методом сокращения и включает в себя следующие узлы: пробоотбиратель для отбора проб от технологических продуктов; станцию накопления и отправки проб; трубопровод для транспорта проб; устройства приема и сокращения проб; пульт дистанционного программного управления.

Требования, предъявляемые к автоматическим системам оперативного опробования по цветной металлургии, регламентированы ОСТ 48-5-75 (Методы оперативного технологического опробования руд и продуктов обогащения. – М.: Минцветмет СССР, 1975):

- отобранные пробоотбирателем точечные пробы пульпы самотеком поступают в станции накопления, которые одновременно являются станциями отправки проб;

- транспортирование проб пульпы может производиться с помощью сжатого воздуха по трубопроводам в виде «пульповой пробки»;

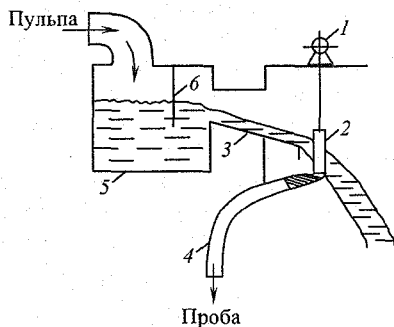


Рис. 6.9. Установка пробоотбирателей с поперечным отбором пробы в потоке пульпы

– необходимым условием пневмотранспорта пробы пульпы является обеспечение непрерывной «пульповой пробки» при скорости ее перемещения 10 м/с и давлении сжатого воздуха 0,5-0,6 МПа;

– станция приема проб располагается, как правило, в непосредственной близости от экспресс-лаборатории и функционально связана с устройствами для сокращения проб.

Точечные пробы могут отбираться при этом обычными пробоотбирателями (см. рис. 6.9), однако применяются и местные специализированные варианты.

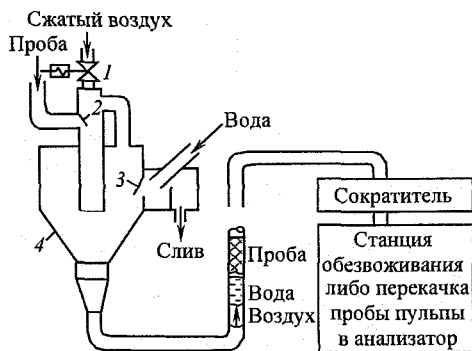


Рис. 6.10. Схема одной линии опробования пульпы с доставкой пробы сжатым воздухом

Точечные пробы поступают по гибкому шлангу в накопительную емкость, которая одновременно является и пробоотправной станцией (рис. 6.10). Проба накапливается в нижней части накопительной емкости, при этом происходит физическое усреднение пробы. Отправка пробы происходит по заданной программе (по сигналу от блока управления). В накопительную емкость поступает вода до перелива (объем 6 л), которая транспортируется вслед за «пульповой пробкой» и осуществляет промывку трубопроводов и накопительной емкости и предотвращает загрязнение последующих проб. При срабатывании мембранного вентиля 1 в накопительную емкость 4 подается воздух под давлением 0,6 МПа, который закрывает клапаны 2, 3 пульпы и воды, и проба в виде «пульповой пробки» транспортируется по трубам диаметром 15 мм со скоростью 8-12 м/с в экспресс-лабораторию. В настоящее время используют шариковые клапаны 2 и 3.

Потери проб пульпы невелики (до 6 %), причем, как показывают исследования, составы остатка и исходной пробы идентичны.

После сокращения пробы поступают в рентгеноспектральный анализатор.

АО «Уралавтоматика инжиниринг» проводит проектирование, изготовление и внедрение автоматизированных систем аналитического контроля. Периодичность анализа в таких системах 0,25 и 0,5 часа, число точечных проб на

интервале 0,25 часа от 1 до 7 и на интервале 0,5 часа – от 3 до 15; объем транспортируемой пробы 6 л на расстояние до 250 м.

Система работает с анализатором АР-31Н, имеющим 15 проточных измерительных кювет, по которым протекают последовательно анализируемые пробы. Основная аппаратурная погрешность 0,4 % при пределе обнаружения элементов 0,05-0,001 %.

6.2.5. Пробоотбиратели, отбирающие пробу способом поперечных сечений с отбойкой точечных проб малой массы

Ограничение $b \geq 3d_{\max}$ на ширину пробоотбирателей ковшового типа предопределяет массу точечной пробы. На больших потоках массы точечных проб становятся неприемлемо большими.

Пробоотбиратели с активным воздействием на куски позволяют снять ограничение $b \geq 3d_{\max}$. Пробоотбирающие кромки при этом должны быть режущими. В этом случае нет необходимости свободного входа кусков в щель пробоотбирателя, и она может быть любой (как угодно малой) ширины. Проблема при этом – обеспечение условий такого пропиливания полосы, которая удовлетворяла бы требованиям поперечного отбора проб, т. е. имела бы постоянную ширину. Так как куски материала находятся в движении, выполнить это требование непросто. Поэтому первые пробоотбиратели такого типа стали применять при опробовании угля, который является сравнительно мягким материалом, и крепость породы такова, что отбойные (режущие) кромки пробоотборной щели в состоянии отбивать и куски породы.

К пробоотбирателям, основанным на использовании способа поперечных сечений с активным воздействием на куски, относится баровый пробоотбиратель, рассчитанный на большие потоки угля (до 5 тыс. т/ч). Баровый пробоотбиратель отбирает пробу отсеканием мелких и частичным скалыванием или срезом крупных кусков. Это позволяет отбирать от столь мощных потоков с кусками крупностью до 300 мм точечные пробы массой 17,1-51,1 кг. Сравнительные испытания барового пробоотбирателя с традиционным отбором показали отсутствие систематической погрешности.

Общим техническим решением пробоотбирателя, осуществляющего оптимальный пробоотбор, является конструкция, совмещающая ковшовый пробоотбиратель и пробоотбойный инструмент, размещенный в щели пробоотбирающего элемента (в частности, ковша пробоотбирателя). Пробоотбойный инструмент в процессе разрушения кусков опробуемого материала отбивает куски требуемой массы. Такая конструкция позволяет отбирать пробу необходимой крупности и массы, так как крупность частиц, поступающих в пробу, определяется только размерами пробоотбойного инструмента, а масса пробы – скоростью пересечения ковшем потока материала. Исключение операции сокращения пробы позволяет снизить случайную погрешность результата опробования.

6.3. Способ продольных сечений

6.3.1. Реализация способа

Способ продольных сечений при отборе проб от потоков состоит в том (рис. 6.11, а), что из потока вырезается продольная полоска материала, составляющая пробу. При этом полоска в течение контрольного периода может быть как непрерывной, так и прерывистой.

В поперечном сечении полоска может пересекать все сечение потока (рис. 6.11, б), может иметь небольшое сечение (рис. 6.11, в). Последнее характерно для автоматических анализаторов массовой доли в потоках.

Способ продольных сечений имеет одно большое достоинство: нет необходимости перемещать пробоотбиратель. Проба отбирается за счет перемещения материала в потоке по конвейеру или трубопроводу. Если используется автоматический анализатор материала в потоке, то проба не отбирается, а выделяется чувствительным полем анализатора с сохранением всех особенностей способа продольных сечений.

Это достоинство предопределило попытки использования способа продольных сечений при отсутствии пробоотбирателей, отбирающих пробу методом поперечных сечений. Но этот способ оказался фактически единственным при реализации всех вариантов использования анализаторов материала в потоке. Нам не известны случаи перемещения датчиков поперек потока, хотя именно такое решение позволило бы использовать их для так называемого товарно-опробования, которое по определению должно быть правильным.

Так как проба отбирается в течение контрольного периода непрерывно, отпадает необходимость расчета числа точечных проб. Формально $N_T = \infty$. Но если происходит прерывистый отбор проб, то необходимо рассчитать число точечных проб (число прерываний) по известной уже формуле:

$$N_T = \frac{S_T^2}{S_{\text{от.доп}}^2}.$$

При этом S_T^2 должно быть найдено для средних значений массовой доли для одной порции отбора (измерения), и величина S_T^2 должна быть меньше, чем принимаемая к расчету при методе поперечных сечений. Поэтому можно признать их равными. Часто число N_T при прерывистом отборе проб методом продольных сечений назначают исходя из возможностей анализатора. Так, во многих многоканальных анализаторах интервал между измерениями назначен, например, 15 минут. Это значит, что больше чем 4 пробы в час такой анализатор не опробует.

Принципиальным недостатком способа продольных сечений является невозможность гарантировать отсутствие систематической погрешности опробования. Это значит, что способ продольных сечений не может быть признан правильным, а потому неприемлем при товарном опробовании.

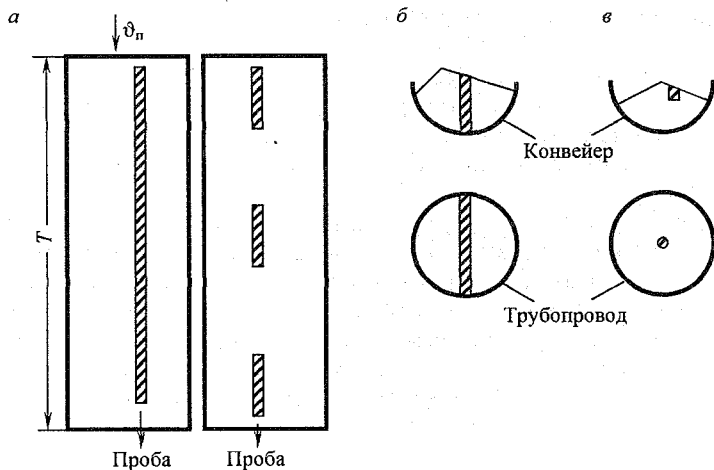


Рис. 6.11. Способ продольных сечений:

положение материала пробы вдоль потока при непрерывном и прерывистом отборе пробы (а); сечение потока с указанием отбираемого материала с полным пересечением потока (б) и с неполным пересечением потока (в)

Действительно, материал в любом потоке сегрегирован. Поток неоднороден как по высоте, так и в горизонтальном направлении. Материал ни одной из выделяемых в пробу полос не будет иметь среднюю массовую долю всего сечения потока. Особенно, если полоса выделяется при неполном пересечении потока (см. рис. 6.11, в). А именно такой пробоотбор осуществляется при использовании рентгенофлуоресцентных анализаторов как с погружными в пульпу или расположенными над конвейерами датчиками, так и при отборе проб пульпы с помощью пробоотборных трубок.

Даже при использовании анализаторов, чувствительное поле которых охватывает полностью поток в его поперечном сечении, в частности магнитометра МВ-5, показано, что вследствие неоднородности магнитного потока величина сигнала зависит от толщины слоя руды нелинейно и при больших величинах толщины потока «выходит на насыщение» [48].

При отборе проб способом продольных сечений применяют два варианта отбора, позволяющих считать этот недостаток несущественным:

1. Турбулизация материала в точке отбора (анализа) пробы. Это возможно для пульпы. Турбулизация достигается установкой перегородок в потоке пульпы, в том числе непосредственно в измерительной ячейке, или установкой пробоотборной трубки или датчика после какого-либо турбулизатора, например, насоса.

2. Отбор пробы в нескольких сечениях или точках потока таким образом, чтобы возможные отклонения от среднего значения массовой доли были разно-

направленными, например, в верхней и нижней либо в левой и правой частях потока и т. п.

Такие решения позволяют использовать способ продольных сечений при опробовании, но они все же не гарантируют правильность опробования.

К использованию способа продольных сечений пытаются обратиться, когда необходимо опробовать большие потоки пульпы с производительностью более $1000 \text{ м}^3/\text{ч}$.

На Михайловском ГОКе [49] были проведены испытания двух пробоотбирателей: с поперечным сечением потока и с продольным отбором пробы шестью полосами пульпы, показавшие, что можно добиться неплохого соответствия (1,64 и 1,68 %) проб при случайных относительных расхождениях по магнитному железу $\pm 17\%$ и при абсолютном значении массовой доли магнитного железа 1,66 %.

На этом же потоке хвостов изучалось расслоение пульпы в лотке. Были отобраны пробы из верхней и нижней частей потока, показавшие существенное различие этих частей потока (табл. 6.1).

Таблица 6.1

Результаты опробования различных частей потока

Номер пробы	Массовая доля магнитного железа, %		
	в верхней части потока	в нижней части потока	в пробах, отбираемых одновременно в пяти точках по высоте потока
1	1,9	2,4	2,2
2	2,1	3,0	2,5
3	3,2	8,9	6,3
4	2,3	9,2	5,4
Среднее	2,4	5,9	4,1

Дополнительный недостаток способа продольных сечений связан с использованием результата анализа каждой отдельной точечной пробы.

При формировании объединенной пробы масса точечной пробы, отобранная способом поперечных сечений, пропорциональна производительности потока, соответственно массовая доля объединенной пробы будет равна средневзвешенному значению массовой доли в потоке за контрольный период.

Масса точечной и объединенной пробы при ее отборе способом продольных сечений не зависит от производительности потока, если сечение отбираемой пробы и ее скорость постоянны. Если сечение или скорость потока пропорциональны производительности, то этот дополнительный недостаток не будет иметь места. Но если масса точечной пробы не зависит от производительности, то анализ пробы покажет среднеарифметическое, а не средневзвешенное значение.

Различие между этими величинами определяется формулой

$$\alpha_{\text{взв}} = \bar{\alpha} \cdot (1 + r_{Q/\alpha} \cdot V_Q \cdot V_{\alpha}),$$

где $\alpha_{\text{взв}}$ и $\bar{\alpha}$ – массовая средневзвешенная и среднеарифметическая доли;

$r_{Q/\alpha}$ – коэффициент корреляции между производительностью потока и массовой долей;

V_Q – коэффициент вариации производительности потока, д. е.;

V_α – коэффициент вариации массовой доли, д. е.

Обычно коэффициент корреляции на обогатительных фабриках $r_{Q/\alpha}$ отрицателен. Следовательно, при использовании метода продольных сечений будет получено среднеарифметическое значение массовой доли, большее, чем истинное – средневзвешенное.

6.3.2. Связь средневзвешенного значения массовой доли со среднеарифметическим

Среднее арифметическое и средневзвешенное значения массовой доли в условиях изменения массовой доли α и производительности Q и их корреляции не равны друг другу.

Пусть массовая доля изменяется так:

$$\alpha_i = \bar{\alpha} + \Delta\alpha_i, \text{ причем } \sum_i \Delta\alpha_i = 0,$$

а масса

$$Q_i = \bar{Q} + k\Delta\alpha_i.$$

Найдем средневзвешенную массовую долю:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{\sum_i \alpha_i Q_i}{\sum_i Q_i} = \frac{\sum_i (\bar{\alpha} + \Delta\alpha_i)(\bar{Q} + k\Delta\alpha_i)}{\sum_i (\bar{Q} + k\Delta\alpha_i)} = \bar{\alpha} + \frac{k}{\bar{Q}} \cdot \frac{\sum_i \Delta\alpha_i^2}{N}.$$

В уравнении регрессии угловой коэффициент k связан с коэффициентом корреляции $r_{Q/\alpha}$:

$$k = r_{Q/\alpha} \cdot \frac{S_Q}{S_\alpha},$$

$$\text{а } \frac{\sum_i \Delta\alpha_i^2}{N} = S_\alpha^2.$$

$$\text{Тогда } \alpha_{\text{взв}} = \bar{\alpha} + r_{Q/\alpha} \cdot \frac{S_Q}{S_\alpha} \cdot \frac{S_\alpha^2}{\bar{Q}} = \bar{\alpha} + r_{Q/\alpha} \cdot S_\alpha \cdot V_Q = \bar{\alpha} \cdot (1 + r_{Q/\alpha} \cdot V_\alpha \cdot V_Q).$$

Здесь V_α и V_Q – коэффициенты вариации массовой доли и производительности.

Для обогатительных фабрик коэффициент вариации сменной производительности может достигать 30-35 % [50]. Коэффициент вариации массовой доли также может доходить до 20-30 %.

Примем для примера коэффициенты вариации $V_Q \approx 0,2$ и $V_\alpha \approx 0,25$. Коэффициент корреляции должен быть отрицательным. Примем его равным $-0,6$. Тогда для смены:

$$\alpha_{\text{взв}} = \bar{\alpha} \cdot [1 + (-0,6) \cdot 0,25 \cdot 0,2] = 0,97\bar{\alpha}.$$

Это значит, что истинное средневзвешенное значение массовой доли для контрольного периода смены будет меньше среднеарифметического значения за этот же период на 3 % относительных.

6.3.3. Рудоконтролирующие станции на конвейере

Те же рудоконтролирующие станции, которые устанавливают над емкостями при опробовании неподвижных массивов, располагают и над конвейерами. Цель установки та же самая: снижение трудоемкости опробования и повышение производительности (количества анализируемых точечных проб). Уже имеется определенный опыт эксплуатации таких рудоконтролирующих станций на потоках руды.

На Гайском ГОКе проводится первичное экспресс-опробование добытой руды с помощью системы опробования руды методом продольных сечений. Над каждым из двух шахтных конвейеров установлены рудоконтролирующие станции РКЦ-1М для анализа меди, цинка и серы в потоке крупнокусковой руды (до 300 мм). Поверхность руды на конвейере перед станциями выравнивается [51].

Одновременно руда опробуется вручную при поступлении в открытый склад-накопитель и во время ее отгрузки на фабрику. Отбор проб проводится два раза в сутки. Масса объединенной пробы 480 кг.

Результаты сравнительных анализов за 16 месяцев представлены на рис. 6.12. Среднее значение массовой доли за указанный период: по данным РКЦ – 1,40 % и по данным ручного опробования – 1,35 %. Разница 0,05 % соответствует относительному расхождению 3,7 %. Эту величину можно считать установленной систематической погрешностью между двумя вариантами опробования.

Ручное опробование крупнокусковой руды (до 300 мм) также трудно выполнить абсолютно правильно. Поэтому нельзя утверждать, что за допущенную разницу (в сторону увеличения) ответственен только РКЦ, но то, что эта разница наблюдается, видно и по рис. 6.12.

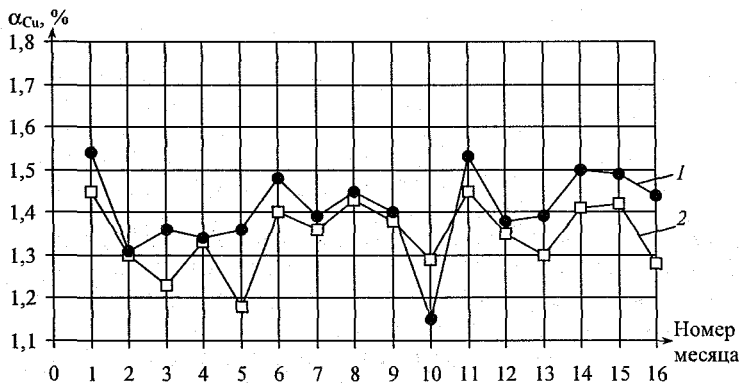


Рис. 6.12. Изменение месячных данных массовой доли меди в руде по данным РКЦ (1) и ручного опробования (2) за 16 месяцев (с апреля по июль)

При использовании рудоконтролирующих станций на конвейере или в потоке пульпы возникает необходимость их градуировки.

Естественный вариант связан с получением градуировочного уравнения в виде уравнения парной либо множественной регрессии. Это сравнительно легко осуществить при наличии установленного на этом же потоке пробоотборника.

Если же его нет, то отбор проб для градуировки превращается в сравнительно сложную задачу остановки конвейеров на действующей фабрике.

Гальянов А. В. [52] предлагает метод опорных точек для градуировки датчика, состоящий в организации активного эксперимента для получения зависимости $J = f(\alpha)$. По существу это полный факторный эксперимент с нулевой точкой и тремя «параллельными» измерениями при различных расходах руды. Это существенно экономит трудозатраты.

«Любые попытки заменить продуманную до мельчайших деталей программу испытаний в промышленных условиях набором «слепой» статистики приводят к многократному увеличению трудовых и материальных затрат» [52].

6.3.4. Возможности определения систематической погрешности рентгенорадиометрического опробования потоков

В настоящее время имеются анализаторы массовой доли компонентов в потоке руды. Их использование существенно снижает трудозатраты на опробование и повышает экспрессность анализа вплоть до непрерывного.

Однако все автоматические анализаторы выполняют опробование потоков методом продольных сечений. Этому методу присущи два недостатка, никак не связанные с качеством самого прибора:

1. Определение массовой доли в продольном сечении связано с появлением систематической погрешности вследствие отличия массовой доли компонента в любой продольной полоске опробуемого продукта от массовой доли во всем сечении потока.

2. Наличие корреляции между массовой долей и производительностью потока приводит к систематическому смещению результата опробования за какой-либо контрольный период от истинного (средневзвешенного).

Так как эти недостатки связаны с возникновением систематической погрешности, то для ее устранения возможны два пути:

- устранить причину возникновения систематической погрешности;
- вводить поправки в показания приборов.

Первый путь исключен, так как прибор использует опробование методом продольных сечений, а также потому, что турбулизовать потоки руды на конвейерах невозможно. Устранить корреляцию между массовой долей компонента в руде и производительностью также невозможно, эта корреляция возникает по технологическим соображениям.

Остается только путь определения и внесения поправок в показания анализаторов.

Для определения поправок возможны два варианта:

1. Установка параллельно работающего правильного пробоотбирателя, т. е. обычной системы опробования, выдающей «истинное» значение массовой

доли на входе фабрики α_{Φ} . Относительная случайная погрешность опробования таких систем примерно 5 %, периодичность опробования 2 часа.

Следовательно, поправку в показания рудоконтролирующей станции (РКС) можно вводить в таком темпе:

Величина поправки $\Delta\alpha$, %	Темп поправки, ч
$\frac{\Delta\alpha}{\alpha_{\Phi}} = \frac{\alpha_{\Phi} - \alpha_{\text{РКС}}}{\alpha_{\Phi}} > 5$	2
5 ÷ 4	2-4
4 ÷ 3	4-6
3 ÷ 2	6-12
2 ÷ 1	12-50
1 ÷ 0,5	50-200
< 0,5	> 200

2. Использование информации о других опробуемых продуктах. Обычно это концентрат и хвосты.

Если для определения α_{Φ} использовать формулу баланса

$$\alpha_{\text{бал}} = \gamma_{\beta} \cdot \beta + \gamma_{\vartheta} \cdot \vartheta,$$

то относительная погрешность вычисления $\alpha_{\text{бал}}$

$$P_{\alpha_{\text{бал}}}^2 = \varepsilon_{\gamma_{\beta}}^2 \cdot (P_{\gamma_{\beta}}^2 + P_{\beta}^2) + \varepsilon_{\gamma_{\vartheta}}^2 \cdot (P_{\gamma_{\vartheta}}^2 + P_{\vartheta}^2).$$

Определять выход концентрата и погрешность следует по формулам:

$$\gamma_{\beta} = \frac{M_{\beta_{\text{сух}}}}{M_{\alpha_{\text{сух}}}};$$

$$P_{\gamma_{\beta}}^2 = P_{M_{\beta_{\text{сух}}}}^2 + P_{M_{\alpha_{\text{сух}}}}^2.$$

Тогда для реальных условий взвешивания концентрата и руды $P_{\gamma_{\beta}} \approx 1,1\%$. $P_{\gamma_{\vartheta}}$ меньше, но примем также $P_{\gamma_{\vartheta}} \approx 1\%$.

Если принять ориентировочные цифры:

$$\varepsilon_{\beta} = 0,8; \varepsilon_{\vartheta} = 0,2; P_{\beta} = 2\%; P_{\vartheta} = 10\%; P_{\gamma_{\beta}} = 1\%; P_{\gamma_{\vartheta}} = 1\%:$$

$$P_{\alpha_{\text{бал}}}^2 = 0,8^2 \cdot (1^2 + 2^2) + 0,2^2 \cdot (1^2 + 10^2) = 3,2 + 1,04 = 7,24\%^2;$$

$$P_{\alpha_{\text{бал}}} = 2,7\%,$$

т. е. погрешность вычисления сопоставима с погрешностью системы правильного опробования и может быть даже меньше.

Однако в этом расчете не учтена динамическая составляющая погрешности $\alpha_{\text{бал}}$. Ее детальный расчет связан с решениями дифференциальных уравнений. Попробуем дать приблизительные оценки.

Постоянная времени T для фабрики по каналам концентрата и хвостов составляет 10÷20 часов, запаздывание τ , также составляет величину 10 часов. Определим интервал сдвига [90]:

$$\tau_n = \tau_3 + 0,7T = 10 + 0,7 \cdot (10+20) \approx 20 \text{ часов.}$$

т. е. для расчета $\alpha_{\text{бал}}$ в формулы для вычисления выходов следует подставлять сдвинутые примерно на сутки значения $\gamma_p, \gamma_0, \beta$ и ϑ по сравнению с α .

Если же инерционность технологического процесса больше, за счет сгустителей в частности, то сдвиг может быть больше.

Так как эти оценки весьма приблизительные, то реально следует ориентироваться на среднее значение за более длительный период, возможно декаду (10 суток). Чаше вводить поправки вряд ли получится, да, возможно и не потребуется. После накопления статистики за некоторый период вычисления поправок можно будет сделать выводы. Найденные вторым путем поправки по массовым долям будут включать в себя поправки на корреляцию производительности и массовой доли.

Итоговый вывод: использование РКС на руде возможно с определением поправок $\Delta\alpha$ и выдачей результатов РКС в виде

$$\alpha = \alpha_{\text{РКС}} + \Delta\alpha.$$

Правда, в этом случае без наличия правильного опробования $\alpha_{\text{ф}}$ вычисление невязки товарного баланса невозможно.

6.3.5. Поточные анализаторы для пульпы

Потоки пульпы отличаются от потоков крупнокусковой руды тем, что в них можно поместить измерительный прибор и осуществить непосредственный контакт опробуемого материала с измерительной ячейкой [53].

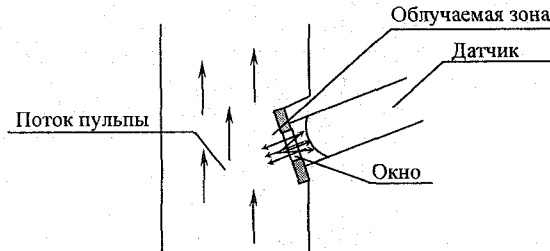


Рис. 6.13. Установка датчика рентгенофлуоресцентного анализатора на потоке пульпы

На рис. 6.13 представлен фрагмент установки датчика анализатора в потоке пульпы. Окно несколько скошено, чтобы на нем не образовывался осадок и чтобы протекающая пульпа контактировала с ним без образования застойных зон. В связи с малой проникающей способностью вторичного излучения окно, через которое проходят рентгеновские лучи, выполнено из специального материала — лавсановой пленки, выдерживающей давление до 0,3 МПа. Однако заменять измерительное окно приходится каждую смену (1 раз в смену). Для оперативной замены (в течение 5 мин.) датчик монтируется с пневматическим за-

твором, предназначенным для перекрытия отверстия при замене окна. Уже появились анализаторы, в которых смена пленки проводится путем ее перемотки без использования затворов. Датчики измеряют массовые доли трех элементов в твердой фазе пульпы и плотность пульпы. Предел обнаружения элементов 0,01-0,2 %.

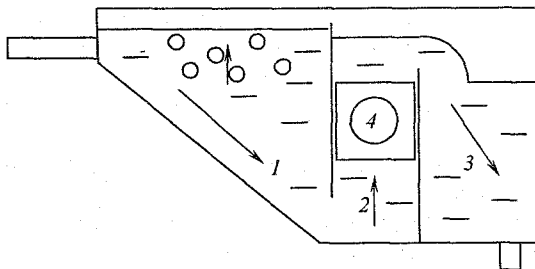


Рис. 6.14. Схема рентгенофлуоресцентного анализатора системы РА-931 в специальном зумпфе:

1 — отсек приема и дегазации; 2 — отсек формирования восходящего потока; 3 — выпускной отсек; 4 — рентгенофлуоресцентный анализатор



Рис. 6.15. Результаты сравнительных испытаний анализатора РА-931 на хвостах цинковой флотации на Учалинской ОФ:

▲ — результаты химического анализа; □ — результаты измерений РА-931

Установленные в необходимых точках технологического процесса датчики связываются в одну информационно-управляющую систему. С целью охвата флотационной установки датчиками, контролирующими и другие параметры, такие, как расход пульпы, рН, концентрация реагентов, температура и т. п., в систему включаются и эти датчики.

На рис. 6.14 показан вариант размещения поточного анализатора в зумпфе, куда подается технологический поток. Специальная конструкция зумпфа обеспечивает представительность анализируемой пробы.

На рис. 6.15 представлены результаты испытаний рентгенофлюоресцентного анализатора системы РА-931 на технологическом продукте – хвостах цинковой флотации Учалинской фабрики [53].

6.3.6. Масса анализируемой точечной пробы при выделении проб способом продольных сечений

Взаимодействие потока с каким-либо датчиком вещественного состава удобнее всего реализуется способом продольных сечений. При этом чувствительным полем датчика выделяется некоторый объем материала, формирующий полезный сигнал о массовой доле определяемого компонента, который при движении материала образует продольную полосу, составляющую выделяемую, но не отбираемую пробу.

Наилучшим является случай, при котором весь поток взаимодействует с полем датчика. При этом вся проходящая масса является пробой. Такой случай реализуется при измерении массовой доли магнитных продуктов. Чувствительным элементом при этом является катушка, охватывающая конвейер либо пульпопровод.

Пробу большой массы выделяют все датчики, использующие способ измерения проникающих излучений (гамма-абсорбционные датчики), а также датчики, контролирующие естественную либо наведенную радиоактивность опробуемого материала. К устройствам такого вида относится большинство золомеров.

Значительно меньшую по массе пробу выделяют датчики, основанные на измерении рентгеновского флюоресцентного или рассеянного излучения. К устройствам этого вида относят зондовые датчики состава пульпы с радиоактивным изотопом либо рентгеновской трубкой (в том числе зондовые датчики фирмы «Филипс», система «Курьер-30»).

Объем пробы V , выделяемой любым датчиком:

$$V = s \cdot v \cdot \tau,$$

где s – сечение потока, взаимодействующее с датчиком;

v – скорость потока;

τ – интервал времени, за который накапливается информация (делается отсчет).

Масса пробы сухого материала:

$$q = V \cdot \rho_n;$$

сухая масса пульповой пробы:

$$q = \frac{V \cdot (\delta - 1000) \cdot \rho}{\rho - 1000},$$

где ρ_n – насыпная плотность материала;

δ – плотность пульпы;

ρ – плотность материала.

6.3.7. Пробоотбиратели, отбирающие пробы малой массы

Пробоотбиратели, основанные на способе продольных сечений, широко используют на пульпах и почти не используют на крупнокусковых продуктах. Это происходит, прежде всего, потому, что при таком способе отбора от крупнокусковых продуктов должна быть отобрана слишком большая проба. Уменьшить существенно массу пробы можно, применяя пробоотбиратели с активным воздействием на куски, т. е. пробоотбиратель должен иметь щель со скалывающими либо режущими кромками.

Такие пробоотбиратели разработаны для «потоков», представленных сплошным телом, например керном. Пробоотбиратель при перемещении под ним керна пропиливает алмазным диском борозду, шлам при пропиливании и составляет материал пробы.

На обогатительных фабриках материал разрушен на куски. Поэтому устройства подобного рода еще не созданы для потоков кусковой руды.

Используется другой вариант, в котором активно воздействуют на куски либо сами куски, либо рабочие органы машины, например дробилки. В результате такого воздействия выделяется пыль, которая и может составить материал пробы. Пыль может собираться при ее естественном осаждении либо отсасываться и осаждаться в специальном пылеприемнике. В итоге может быть отобрана проба, почти идеально соответствующая оптимальному пробоотбору.

Такой способ отбора проб показал хорошие результаты на железорудной фабрике, где прочность отдельных минералов, составляющих руду, отличается незначительно. Проверка такого способа на Гайской обогатительной фабрике показала, что при различной прочности отдельных минералов скалывание микрочастиц в свободном движении приводит к некоторому различию состава пылевой пробы и опробуемого материала.

Для отбора проб малой массы от растворов, которые обычно перемешаны гораздо лучше, чем потоки кускового материала, можно использовать проводочный пробоотборник, который представляет собою слабонаклоненную проволоку из нержавеющей стали, помещенную в поток раствора. Небольшие порции (капли) раствора стекают по проволоке, благодаря ее наклону, в приемник пробы.

6.4. Комбинированный способ.

Отбор проб от больших потоков пульпы

Потоки пульпы с производительностью более $750 \text{ м}^3/\text{ч}$ являются большими. На фабриках реальные потоки до $6000 \text{ м}^3/\text{ч}$.

Непосредственный отбор пробы пульпы от такого потока является сложной технической задачей, так как нужно разработать громоздкие конструкции пробоприемных коробок и самих пробоотбирателей, а объем точечной пробы оказывается неприемлемо большим.

Возможные решения:

- сокращение первичного потока методом продольных сечений с последующим отбором пробы методом поперечных сечений;
- отбор большой пробы методом поперечных сечений с последующим сокращением большой пробы также методом поперечных сечений.

Первый вариант рассмотрен в работе [54]. Решение свелось к разработке подходящей конструкции сократителя потока пульпы в 2-9 раз, так, что на вторичный пробоотбиратель направлялся поток пульпы до $750 \text{ м}^3/\text{ч}$. Габариты сократителя для самых больших потоков могут быть: ширина – $1 \div 1,2 \text{ м}$; длина – $1,8 \div 2,5 \text{ м}$; высота – $1,3 \div 1,8 \text{ м}$. Желобчатый сократитель смещен от оси потока с тем, чтобы вывести шланг для пробы из потока. Пульпа турбулизируется при движении по сократителю, в том числе и за счет сужения сократителя, двигаясь по нему с повышенной скоростью.

Работа вторичного пробоотбирателя организована обычным образом: пробоприемная коробка с турбулизирующими перегородками и желоб, направляющий пульпу на нож пробоотбирателя.

Аналогичное решение, существенно упрощенное, было принято на Качканарской обогатительной фабрике. На ней, предполагая, что пульпа, движущаяся по хвостовому желобу, достаточно турбулизована в горизонтальном направлении, поставлена в желобе одна вертикальная щель, в которую поступает пульпа, отводимая из нее сифоном. Так устроен первичный сократитель. Вторичный пробоотборник, отбирающий пробу способом поперечных сечений, установлен на потоке, выходящем из первичного сократителя.

Но наилучшим решением все же является двухступенчатый отбор проб методом поперечных сечений, осуществленный на хвостовом потоке ГМЗ-2 Навоийского ГМК (Узбекистан). Хвостовой поток по вертикальной трубе поступает в зумпф. Непосредственно под трубой установлен пробоотбиратель, пробоприемные стенки которого перемещаются по специальным рельсам. Так как поток пульпы составляет около $4000 \text{ м}^3/\text{ч}$, то отбираемая проба за одну отсечку составляет большой поток, на котором установлен секторный пробоотбиратель, отбирающий от потока первичной пробы большое число малых точечных проб. В итоге от большого потока отбирается правильная проба достаточно малой массы.

6.5. Погрешность отбора проб

Отбор проб связан с погрешностями:

$$\Delta\alpha_{\text{от}} = \Delta\alpha_{\text{сист}} + \Delta\alpha_{\text{сл}} + \Delta\alpha_{\text{всп}}$$

Систематическую погрешность $\Delta\alpha_{\text{сист}}$ стремятся сделать равной нулю, выполняя все принципы отбора: непредпочтительность и равнопредставительность, отсутствие потерь пробы и ее засорения.

Случайная же погрешность неустранима:

$$\Delta\alpha_{\text{сл}} = t \cdot S_{\text{от}}$$

$$S_{от}^2 = \frac{S_T^2}{N_T}$$

Вероятная систематическая погрешность $\Delta\alpha_{всп} = \frac{S_T^2}{N_T \cdot \alpha}$ также сопровождается отбор пробы. Погрешность $\Delta\alpha_{всп}$ со знаком минус – для бедных и плюс – для богатых продуктов.

6.6. Правила безопасности при отборе проб

Единые правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении полезных ископаемых и окусковании руд и концентратов, в редакции 2003 г. ПБ 03-571-03, так формулируют основное правило безопасности при опробовании [55]:

§ 76. Отбор проб должен осуществляться, как правило, механическими пробоотбирателями в автоматическом режиме или дистанционно управляемыми.

Ручной отбор проб может проводиться только в установленных точках технологической схемы, определяемых техническим руководителем организации.

Места (площадки) отбора проб должны быть удобными, безопасными, иметь местное освещение, их оборудование и устройство ограждений должно быть определено проектом. Отбор проб с необорудованных точек запрещается.

Дополнительно имеются правила:

§ 170. ... Запрещается вручную отбирать пробы продуктов обогащения непосредственно с движущихся механизмов.

§ 79. Отбор проб реагентов необходимо осуществлять с помощью механизированных приспособлений. При отборе проб реагентов вручную рабочие должны пользоваться пробоотборниками с ручкой длиной не менее 200 мм.

§ 133. ... Запрещается замер количества реагентов в точках их подачи.

§ 139. Отбор технологических проб пульпы непосредственно из работающей флотокамеры разрешается только специально для этого предназначенными пробниками при обязательной остановке пеногона.

§ 176. При замере плотности пульпы и отборе проб (в сгустителе) запрещается становиться на кольцевой желоб и заходить за ограждение площадки фермы. ... Запрещается передвигаться по влажным и скользким поверхностям обслуживающих площадок привода сгустителя.

§ 243. Пробы смолы и растворов (цианосодержащих) отбирать из колонок разрешается только через лючки в крышках или через дверцы сбоку колонок. Открывать крышки колонок для отбора проб запрещается.

ПОДГОТОВКА ПРОБ

7.1. Основные операции подготовки проб

Отобранная проба имеет начальную массу $q_{нач}$ и начальную крупность $d_{нач}$. Анализ производят с помощью навески, пригодной для его выполнения. Навеска должна иметь определенную массу $q_{нав}$ и крупность $d_{нав}$. Обычно:

$$\begin{aligned} q_{нав} &\ll q_{нач}; \\ d_{нав} &\ll d_{нач}. \end{aligned}$$

Т. е. выполнить анализ начальной пробы невозможно. Вначале пробу нужно преобразовать так, чтобы в конечном итоге получились необходимые для навески величины массы и крупности. Технология преобразования начальной пробы в навеску получила название «подготовка пробы».

Основными операциями подготовки проб являются операции дробления (измельчения, истирирования) и сокращения, т. е. уменьшения массы.

Вообще говоря, пробу можно в одну операцию раздробить до $d_{нав}$ и сократить за одну операцию до $q_{нав}$. Тогда схема подготовки любой пробы выглядела бы, как на рис. 7.1, а.

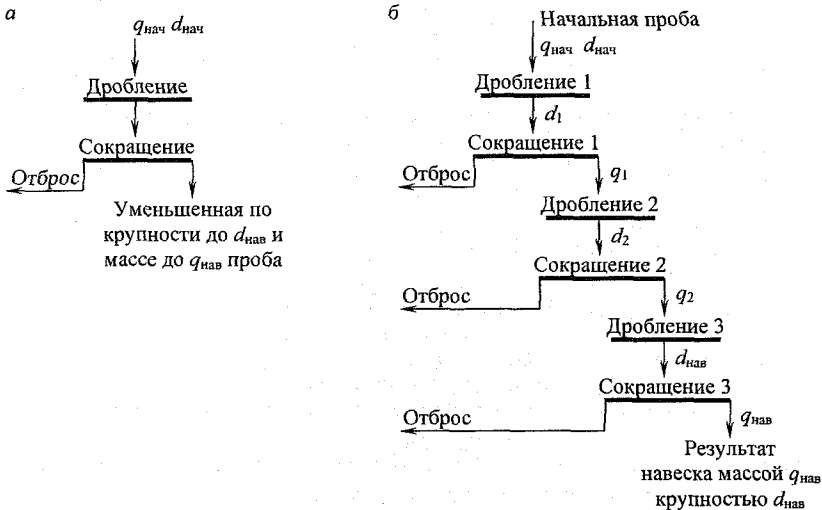


Рис. 7.1. Возможная (а) и реальная (б) схемы подготовки проб

Но такое решение по техническим причинам (не позволяют возможности дробилок) и по экономическим соображениям (измельчение всей пробы до крупности навески потребует большой затраты энергии и времени) обычно не предусматривается.

Практичной оказалась многооперационная технология подготовки проб (рис. 7.1, б), когда проба дробится на каждой операции до крупности, предопределяемой возможностями дробилок, и сокращается на каждой операции до некоторой промежуточной массы. Так, государственный стандарт на опробование руд цветных металлов предусматривает пять стадий – операций дробления пробы.

Отношение начальной массы в i -й операции сокращения q_i к сокращенной q_{i+1} называется степенью сокращения l_i :

$$l_i = \frac{q_i}{q_{i+1}}.$$

Степень сокращения может быть любой маленькой и большой, в том числе дробной, и на стадии разработки схемы подготовки назначается ориентировочно, чаще исходя из возможностей оборудования или технологии сокращения. В последующем она уточняется расчетом.

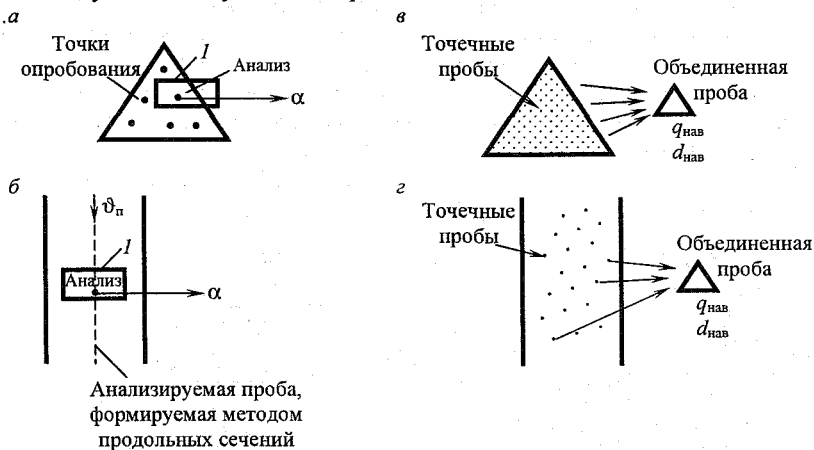


Рис. 7.2. Технологии опробования, исключающие подготовку проб, с использованием анализаторов:

- а* – опробование неподвижных массивов; *б* – опробование потоков; с отбором микроточечных проб;
в – опробование неподвижных массивов; *г* – опробование потоков

Подготовка пробы не является необходимой работой с пробой. Она вынужденно применяется для согласования крупности и массы начальной пробы и навески.

Возможны технологии опробования, в которых подготовка пробы отсутствует, и эти технологии в настоящее время интенсивно развиваются. Основным решением в этом направлении является анализ пробы непосредственно в опробуемом массиве. Проба при этом физически не извлекается из массива (рис. 7.2, а и б). Для того чтобы получить результат, соответствующий объединенной пробе, анализатор I необходимо перемещать в точки опробования при

опробовании неподвижных массивов либо ожидать, когда опробуемый массив пройдет через точку анализа при опробовании потоков.

Возможен вариант отбора объединенной пробы микроточечными пробами с выполнением равенства:

$$q_{\text{нач}} = q_{\text{нав}};$$

$$d_{\text{нач}} = d_{\text{нав}}.$$

Для этого необходимо, чтобы в пробу отбирались кусочки крупностью $d_{\text{нав}}$, а их очень большое число составило бы за контрольный период массу $q_{\text{нав}}$ (рис. 7.2, в и з).

7.2. Дополнительные операции подготовки проб

К дополнительным операциям подготовки проб относятся операции:

- грохочения проб;
- перемешивания проб;
- обезвоживания проб.

Необходимость их выполнения вызывается технологическими причинами.

Так, грохочение проб, как предварительное, так и поверочное, вызвано рациональным использованием дробилок, перемешивание проб является иногда необходимой операцией при выполнении сокращения, а обезвоживание проб необходимо либо для выполнения технологических операций дробления (подсушка), либо при подготовке проб пульпы (декантация, сгущение, фильтрация, сушка).

В итоге типичное сочетание для схемы подготовки пробы дробление-сокращение усложняется, и типичная стадия подготовки пробы может выглядеть уже так, как представлено на рис. 7.3.

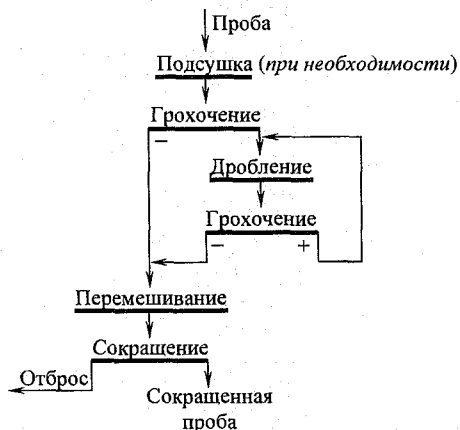


Рис. 7.3. Полная схема выполнения одной стадии подготовки пробы руды

7.3. Выполнение операций подготовки проб

Дробление проб и их грохочение

Дробление проб осуществляется в дробилках всех типов. Наиболее широко используются щековые и валковые дробилки.

Измельчение выполняется в шаровых и стержневых мельницах, а также в истирателях и ступках.

При дроблении и истирании следует избегать потерь и засорения проб. Поэтому дробильное оборудование перед использованием должно быть очищено. Для особо чистых продуктов используется специальное оборудование, не засоряющее при своем износе пробу вредными компонентами. Так, кварцевую крупку, к которой предъявляются высокие требования по чистоте, истирают в кварцевых же ступках.

Грохочение (и просеивание) проб проводят с применением ручных и механических сит. Требования к выполнению грохочения те же, что и к дроблению. Следует исключить при его выполнении потери и засорение проб.

Лабораторное оборудование для подготовки проб выпускается многими фирмами. Для примера укажем номенклатуру лабораторного дробильно-измельчительного оборудования, выпускаемого «НПК «Механобр-Техника», г. Санкт-Петербург (табл. 7.1).

Таблица 7.1

Перечень оборудования для подготовки проб

Наименование	Важнейшие характеристики
1	2
Дробилки щековые ДЩ 60×100 и ДЩ 100×200	Крупность исходного питания – 50 и 95 мм Крупность дробленого продукта – 2-20 и 3-20 мм Производительность – 30-300 и 80-500 кг/ч
Дробилка валковая ДГ 200×125	d_{\max} исходного – 12 мм Ширина выходной щели – 1-8 мм Производительность до 800 кг/ч
Дробилки конусные инерционные КИД-60 и КИД-100	d_{\max} исходного – 6 и 10 мм d_{\max} дробленого – 0,2 и 0,3 мм Производительность – 10 и 30 кг/ч
Истиратели дисковые ИД-175 и ИД-250	d_{\max} исходного – 15 мм d_{\max} дробленого – 0,08-5 мм Производительность – 20-150 и 40-250 кг/ч
Истиратель вибрационный чашевый ИВЧ-3	d_{\max} исходного – 4 мм d_{\max} дробленого – 0,01-0,05 мм Масса навески – 50 г Число навесок – 3
Истиратель вибрационный 75Т-ДРМ	d_{\max} исходного – 3 мм d_{\max} дробленого – 0,05 мм Масса навески – 50 г Число навесок – 4
Грохоты круглые Гр3 и Гр5	d_{\max} исходного – 10 и 20 мм Количество сит – 5 Производительность – 10-80 и 50-250 кг/ч

1	2
Грохоты наклонные ГИЛ-051, ГИЛ-052, ГИЛ-053	d_{\max} исходного – 40 мм Крупность разделения – 0,1-15 мм Количество сит – 1; 2 и 3 Производительность – 0,02-4; 5 и 6 т/ч
Анализаторы ситовые вибрационные АСВ-200, АСВ-300	d_{\max} исходного – 5 мм Масса пробы – 300 г Количество сит – 6
Вибросита В1, В1М, В05, В052, В053	d_{\max} исходного – 15 мм Крупность разделения – 0,1-5 и 0,1-10 мм Количество сит – 1, 2, 1, 2, 3 Производительность – 0,5 и 0,1-2 т/ч
Мельницы шаровые 62МЛ, 40МЛ, 48МЛ	d_{\max} исходного от 1-3 до 5-8 мм d_{\max} готового – 0,074 мм
Классификаторы спиральные 56Г-Кр, 47Г-Кр	Производительность при границе разделения – 0,15 мм по сливу – 260 и 300 кг/ч по пескам – 500 кг/ч
Гидроциклоны ГЦ-25, ГЦ-35, ГЦ-50 и ГЦ-75	Диаметр гидроциклона – 25; 35; 50; 75 мм Крупность слива – 30; 30; 40; 50 мкм Производительность – 0,7; 2; 2,5; 5 м ³ /ч

Измельчитель ИВП-100 измельчает за 10 минут 14 проб массой 100-120 г каждая. Исходная крупность 2 мм, конечная – 0,074 мм. Помольные стаканы надежно закрываются, предотвращая потери материала пробы. Выпускается ООО «Группа компаний «Пугачев и Партнер»».

Компания «Вибротехника» выпускает микроступку МС1, предназначенную для измельчения небольших проб мелющим шаром. Объем загрузки не более 5,0 см³ частиц с размерами до 1 мм. Крупность измельченного материала зависит от продолжительности измельчения. Чаша с материалом и мелющим шаром закрывается крышкой и помещается на плиту вибропривода.

Установки и оборудование для подготовки проб выпускают многие зарубежные фирмы. Так, известны изделия фирмы FRITSCH, выпускающей широкую номенклатуру изделий для дробления и измельчения: щековые дробилки, планетарные, центробежные, дисковые и роторные мельницы, а также мельницы-ступки, позволяющие получать пробы крупностью 5-20 мкм и даже менее 1 мкм; широкую номенклатуру анализаторов крупности, позволяющих рассевом на ситах получать классы крупности в диапазоне от 25 мм до 20 мкм, а на основе седиментации классы 0,05-10 мкм и 0,1-2500 мкм; и делители проб крупностью от 2,5 до 50 мм со степенью сокращения 30; 10; 8 и 2.

Перемешивание проб

Так как сокращение пробы (отбор пробы от пробы) выполняется в условиях, когда опробуемый массив (проба) имеет сравнительно небольшую массу, удобно иметь дело с однородным (тщательно перемешанным) массивом. Используемые методы сокращения разработаны с учетом этого обстоятельства.

Неподвижные и не организованные в поток пробы перемешивают:

- методом кольца и конуса;
- перекачиванием;
- просеиванием;
- в механических смесителях.

Метод кольца и конуса используется для перемешивания проб массой до нескольких сотен килограммов, лежащих на полу. С целью избежания потерь и засорения пробы перемешивание и последующее сокращение ведутся на металлическом полу.

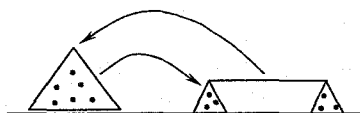


Рис. 7.4. Перемешивание методом кольца и конуса

Перемешивание сводится к трехкратному разбрасыванию пробы из конуса на кольцо и наоборот (рис. 7.4). Перемешивание осуществляется совками или лопатами. Качество перемешивания высокое.

Перекачивание применяется для проб массой в несколько килограммов, лежащих на клеенке. При этом проба многократно перекачивается при подъеме углов клеенки. Различные продукты по-разному ведут себя при перекачивании, и качество перемешивания может быть невысоким.

Просеивание выполняют для проб массой не более нескольких килограммов, для чего пробу помещают на сито с заведомо большими, чем крупность материала, отверстиями, и просеивают на клеенку. Эту операцию обычно совмещают с растиранием на сите комков и корочек, возникающих при сушке пробы. Качество перемешивания выше, чем при перекачивании.

Механические смесители применяют реже. В их качестве можно использовать мельницы без загруженных в них шаров или с загруженными в небольшом количестве фарфоровыми шарами. Иногда используют специально разработанные смесители.

Так, компания «Вибротехника» выпускает смеситель С 2.0 с объемом чаши 2,6 дм³, в которой смешивается проба до гомогенного состояния без разрушения и истирания зерен.

Сокращение неподвижных проб

Наиболее известные способы – квартование, квадратование, способ линейки.

Квартование состоит в том, что полученный в результате перемешивания (методом кольца и конуса) конус делят на четыре части (рис. 7.5, а). Для этого используют крестовину, сделанную из листового железа. Вначале крестовину внедряют в начальный конус на одну треть и разворачивают ее, формируя усеченный конус. Затем крестовину внедряют в усеченный конус до основания, получая четыре части пробы. Пробу таким способом обычно *делят пополам*, считая четвертинки I и III одной половиной пробы, а II и IV – другой. Способ прост и обеспечивает высокое качество сокращения.

Квадратование используют для сокращения проб, перемешанных перекачиванием, просеиванием или в механических смесителях. Оно заключается в

том, что лежащую на клеенке пробу делят на некоторое число примерно равных квадратов (16 или 25) (рис. 7.5, б).

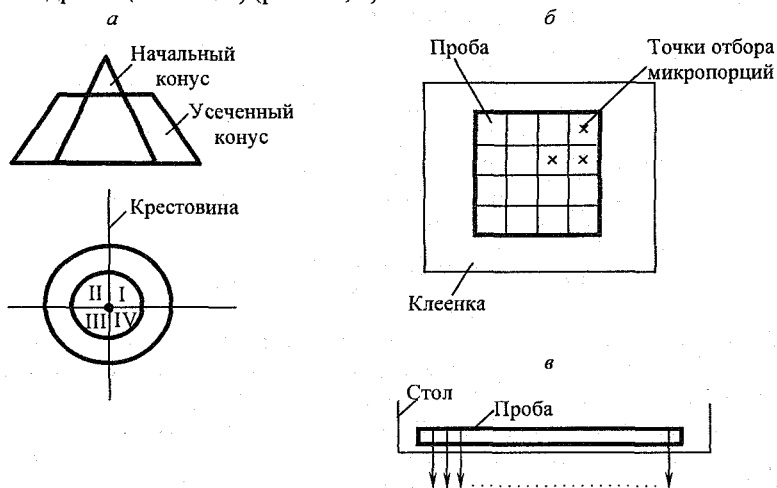


Рис. 7.5. Способы сокращения неподвижных проб:
а – квартования; б – квадратования; в – способом линейки

Квадраты можно «нарисовать» на пробе. Иногда для этого используют специальную рамку с натянутыми в ней проволоками. Рамку накладывают на пробу, образуя на ней квадраты.

Из центра каждого квадрата шпателем отбирают небольшие порции материала, сумма которых и составляет сокращенную пробу. Степень сокращения при этом может быть очень большой.

Квадратование имеет принципиальные недостатки, в некоторых случаях исключающие его применение, а именно:

- раскатывание пробы тонким слоем может привести к ее сегрегации, а при отборе порции шпателем в сокращенную пробу попадут частицы из верхнего слоя материала;
- небольшое число микропорций (16 или 25) на бедных продуктах может привести к значительной вероятной систематической погрешности.

Пробы с течением времени подвержены сегрегации. В течение всего времени уплотнения частицы разной плотности перемещаются по вертикали с разной скоростью. В итоге происходит обогащение нижних слоев более плотными частицами.

Для сегрегации сухих проб достаточно вибраций сосудов или подложек, на которых находится проба.

Сегрегация материала пульповых проб изучена на пробах, содержащих платину, палладий и золото [22]. Крупность материала проб $-0,1$ мм, $Ж:Т = 1:1$. Результаты представлены в табл. 7.2.

**Миграция интерметаллических частиц
при стоянии пульпы в течение 2 часов**

Номер слоя	Выход твердого, г	Массовая доля, г/т		
		Pt	Pd	Au
1	123,6	4,00	38,0	1,53
2	253,7	5,10	37,3	1,70
3	134,2	5,84	40,4	1,63
4	197,7	13,10	49,0	—
5	142,3	15,42	52,0	2,10
6	133,1	35,00	80,1	6,43
Всего:	984,6	12,28	48,7	—

Способ линейки состоит в том, что пробу располагают узкой полосой на краю стола, после чего шпателем путем полного пересечения пробы сбрасываются в сокращенную пробу 100-200 микропорций (рис. 7.5, в).

Этот способ позволяет избежать отмеченных недостатков квадратования. Способ линейки был разработан для сокращения проб, содержащих благородные металлы.

Сокращение движущихся проб (потоков)

Как уже было отмечено, отбирать пробы от потоков всегда целесообразнее, чем от неподвижных масс, поэтому разработаны сократители, сокращающие пробы как методом поперечных, так и методом продольных сечений.

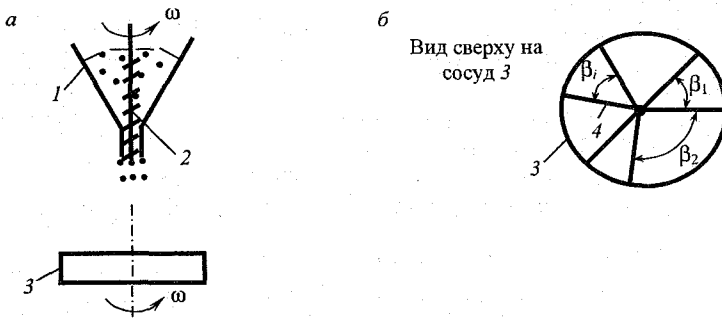


Рис. 7.6. Механический сократитель проб МСП (а) и вид сверху на сосуд 3 (б)

Сократители, сокращающие пробу методом поперечных сечений, имеют устройство, формирующее поток, который затем пересекается ковшом. Типичный вариант – *механический сократитель проб МСП* (рис. 7.6), содержащий бункер 1, в который высыпается проба, из которого шнеком 2 материал равномерной струей подается вниз. Внизу вращается сосуд 3 с перегородками 4,

представляющий собою по существу секторный пробоотбиратель. Проба делится на части, пропорциональные углам β секторов.

Так устроены многие зарубежные сократители. Меняются лишь форма подачи материала (вибрационный питатель) и форма приемных ковшей (бутылочки, пробирки и т. п.)

Фактически такой способ механически реализует способ квадрования для неподвижных проб.

Аналогом таких сократителей для жидких проб является сократитель с емкостью и распределительной вращающейся трубкой, распределяющей порции потока пульпы по приемным секторам.

Все требования к ковшовым пробоотбирателям должны для таких конструкций выполняться. А так как скорость пересечения струи ограничена величиной 0,6 м/с, то принципиальным недостатком таких сократителей является относительно малое число точечных проб (микрпорций), отбираемых в сокращенную пробу, что приводит на бедных продуктах к заметной вероятной систематической погрешности.

Этого недостатка нет у электромеханических сократителей, не имеющих ограничений на скорость пересечения. Такой сократитель (рис. 7.7) имеет бункер 1, в который помещается проба, и разбрасывающий диск 2 с рыхлителем 3. Материал пробы отбрасывается к стенке корпуса 4 и сползает вниз. На пути сползающего потока устанавливается калиброванная отборная щель 5. Попавший в нее материал патрубком 6 отводится в сокращенную пробу.

Разбрасывающий диск за время разгрузки пробы совершает 300-500 оборотов, что соответствует отбору 300-500 микрпорций.

Фактически такой сократитель механически реализует способ линейки для неподвижных проб. На способ и устройство для сокращения получен патент [45].

Сократители, сокращающие пробу методом продольных сечений, в подавляющем большинстве случаев представлены желобчатым сократителем (рис. 7.8).

Желобчатый (или желобковый) сократитель состоит из системы наклонных желобов 1, соседние из которых наклонены в разные стороны, так что высыпаемая с совка 2 проба делится на некоторое число параллельных струй.

Число желобов обычно 8-12 и всегда четное. Наклон желобов должен быть больше угла естественного откоса материала ($55-60^\circ$), таким, чтобы материал скользил по дну желоба, не забивая желоба, и попадал в приемные емкости 3.

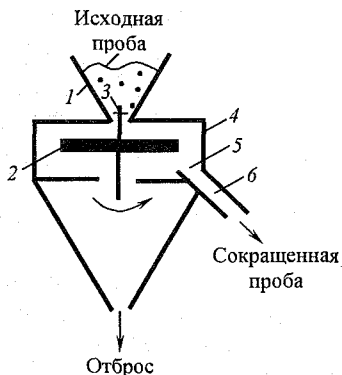


Рис. 7.7. Электромеханический сократитель

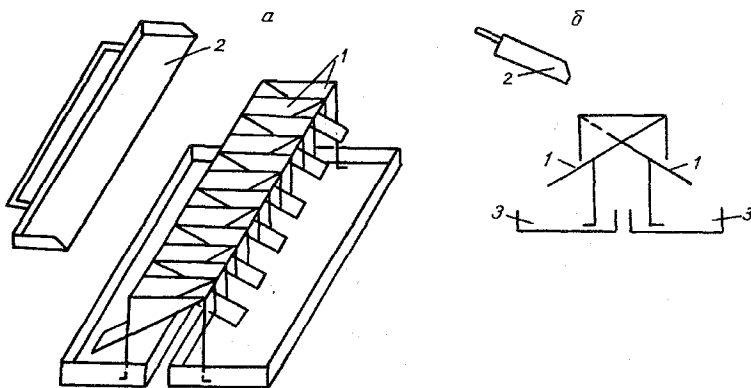


Рис. 7.8. Желобчатый сократитель (а) и его сечение (б)

Проба помещается на желоб без перемешивания, а только разравнивается на совке и затем ровным спокойным потоком ссыпается на систему желобов 1.

Проба всегда делится пополам. Фактически такой способ механически реализует способ сокращения квартованием для перемешанных неподвижных проб. Качество сокращения хорошее. Желобчатые сократители широко распространены.

НПК «Механобр-Техника» выпускает сократители желобковые СЖ-5; СЖ-10; СЖ-15; СЖ-20 с шириной желобков соответственно 5; 10; 15 и 20 мм для продуктов крупностью 1,5; 3,5; 5 и 8 мм. Количество желобков 20 и 16.

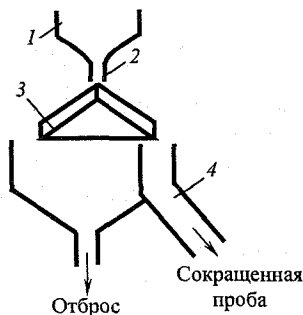


Рис. 7.9. Радиальный сократитель для пульпы

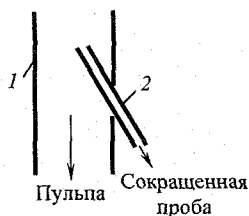


Рис. 7.10. Сократитель для турбулизированных пульп

Аналогом желобчатого сократителя для жидких проб является *радиальный сократитель* (рис. 7.9), в котором вытекающая из емкости 1 по трубке 2 пульпа попадает на секторный делитель 3. Это неподвижный конус с радиальными стенками, делящими его образующую на сектора. С одного из секторов сокращенная проба стекает по трубке 4.

В работе [56] описан статический радиально-желобчатый сократитель для пульпы, позволяющий сокращать пробу до степени сокращения 125 (5^3). Конструкция сократителя позволяет устанавливать любую выбранную степень сокращения.

В практике встречаются *упрощенные варианты сократителей*, если поток пульпы в точке отбора *турбулирован* (рис. 7.10). В трубу 1, по которой перемещается турбулированная пульпа, вставлена срезанная наискосок отборная трубка 2, отбирающая и отводящая сокращенную пробу.

Обезвоживание проб

Декантация (т. е. слив жидкой фазы) выполняется после отстаивания пробы. Жидкая фаза сливается через край сосуда или с помощью шланга таким образом, чтобы сливалась только чистая жидкость без захвата твердых частиц, поэтому декантацию следует проводить максимально осторожно. Для ответственных, в частности, всех товарных, проб декантация не рекомендуется. Не следует осуществлять декантацию и для проб, определяемый компонент которых может оказаться в растворенном виде в декантируемой части пробы.

Фильтрация осуществляется с целью экспрессного удаления влаги и получило широкое применение с использованием высокопроизводительных рентгеноспектральных анализаторов. Выпускается фильтровальная установка на два стакана размером 150×120 мм, однако фильтровальные устройства изготавливают непосредственно на фабрике. При массовом поступлении проб на фабриках устанавливают специальные фильтровальные столы, содержащие 10-12 фильтровальных ячеек и работающие как под разрежением, так и под давлением.

Фильтровальная ячейка (рис. 7.11, а) состоит из цилиндра 2, устанавливаемого на фильтровальное решето 4, на которое предварительно укладывается фильтровальная бумага 3. В цилиндр 2 поступает проба 1, которая фильтруется через бумагу под действием вакуума ($p = 0,07$ МПа), подводимого через патрубок 5, через который происходит и слив фильтрата. Фильтровальное решето 4 имеет бортик, а цилиндр 2 подогнан так, чтобы при закреплении фильтровальной бумаги образовалось герметичное соединение цилиндра с решетом.

При использовании рентгеноспектральных спектрометров для порошковых проб продолжительность отдельных операций подготовки пробы составляет, мин:

Транспортирование проб.....	1
Фильтрация (вакуум 0,07 МПа).....	3+25
Сушка.....	5
Доистирание.....	5
Анализ проб.....	10

Реализовано фильтрация под давлением с одновременной сушкой. При использовании сжатого воздуха с избыточным давлением 0,2 МПа продолжительность фильтрации уменьшается в 3 раза. Подача под таким давлением горячего воздуха обеспечивает одновременную сушку пробы.

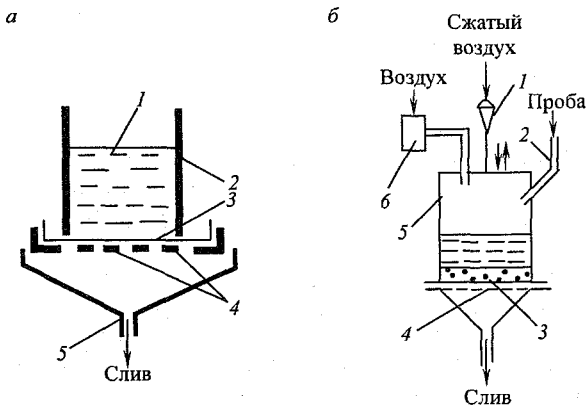


Рис. 7.11. Фильтровальная ячейка (а)
и фильтровально-сушильная установка (б)

Фильтровально-сушильная установка (рис. 7.11, б) работает следующим образом. Фильтрующую поверхность 3, состоящую обычно из нескольких слоев фильтровальной бумаги, укладывают на основу 4. На нее устанавливают стакан 5, который прижимается пневматическим исполнительным механизмом 1. Пробу заливают (или она поступает по системе трубопроводного транспорта) по трубке 2, после чего в стакан подают горячий воздух от нагревателя 6 под давлением 0,2 МПа.

Сушка выполняется для окончательного удаления влаги. Анализ массовой доли каких-либо компонентов в пробе выполняется в расчете на сухую массу. Поэтому навеска, передаваемая на анализ, должна быть сухой. Сушат пробы в сушильных шкафах. Температура сушки должна быть такой, чтобы не приводила к другим изменениям пробы. Поэтому уголь сушат при температуре 35-55 °С, сульфидные руды – при температуре 105-110 °С. При сушке материал способен образовывать на поверхности корки, которые растрескиваются. При растрескивании корки могут вылетать из чашек и засорять другие пробы. Поэтому пробы при сушке необходимо периодически перемешивать. Если проба при сушке выделяет вредные вещества, ее необходимо сушить в шкафах, оборудованных вытяжной вентиляцией. Помещаемая в сушильный шкаф проба должна иметь маркировку.

7.4. Схемы подготовки проб

Обычно применяют многостадийную схему подготовки проб. Это технологично и экономично.

Технологично, так как обычные лабораторные дробилки обеспечивают степень дробления в несколько единиц.

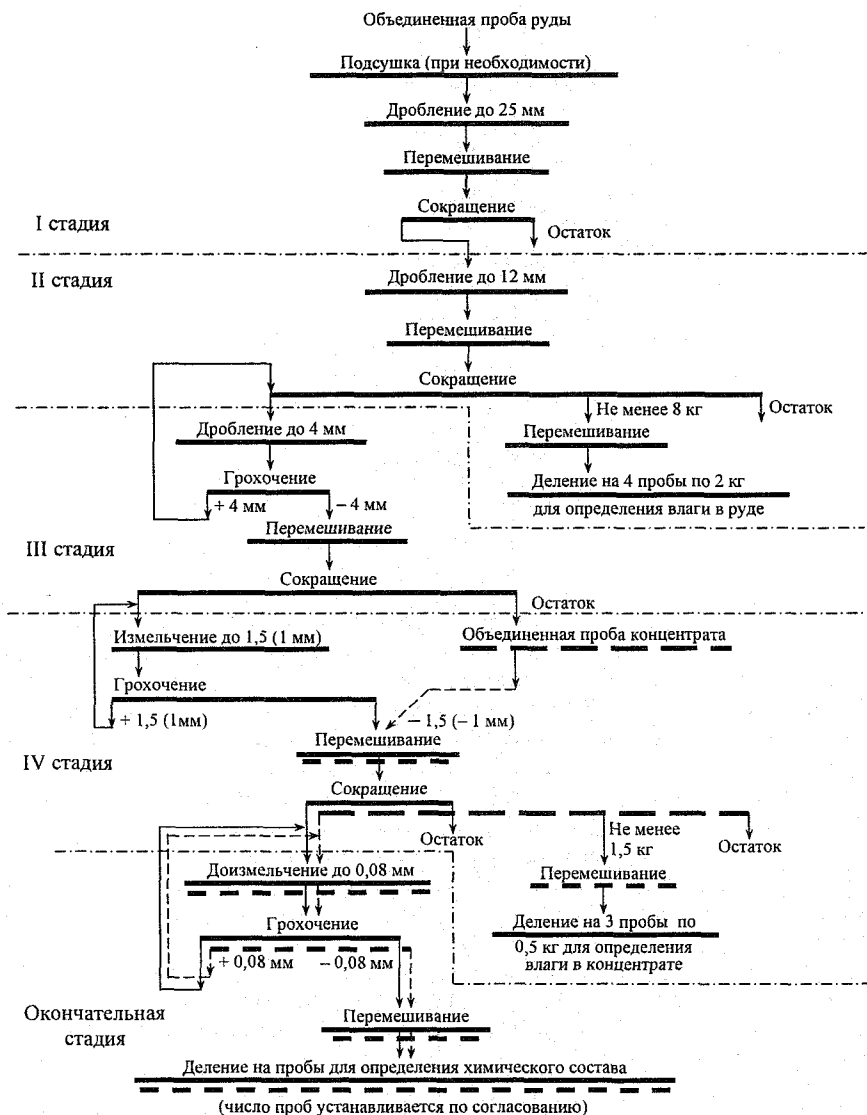


Рис. 7.12. Схема подготовки конечных товарных проб. Подготовка общей пробы концентрата проводится по схеме, показанной пунктиром (ГОСТ 14180-80)

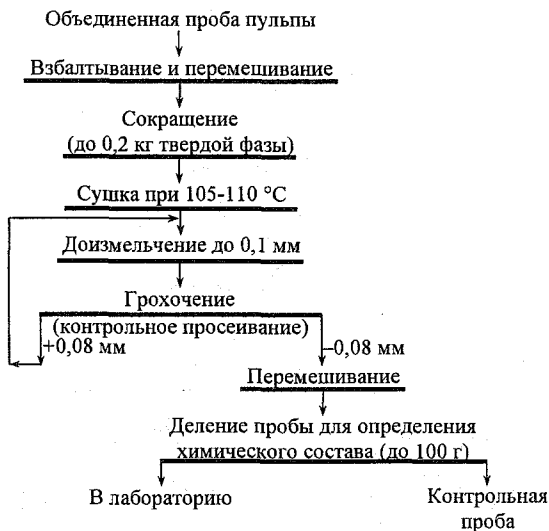


Рис. 7.13. Схема подготовки пробы пульпы по ГОСТ 14180-80

Экономично, так как изменение крупности позволяет сократить пробу с небольшим увеличением погрешности перед следующей стадией дробления.

На рис. 7.12 представлена в качестве примера схема подготовки проб, предписываемая государственным стандартом ГОСТ 14180-80 для подготовки проб руд и концентратов цветных металлов. Схема подготовки пробы руды с начальной крупностью более 25 мм до конечной крупности – 0,08 мм состоит из пяти стадий (циклов). Сокращение проводят при крупности пробы 25; 12; 4; 1,5 и 0,08 мм.

На рис. 7.13 представлена стандартная схема подготовки пробы пульпы. Так как проба пульпы содержит частицы небольшой крупности, то ее сразу сокращают и проводят только одно измельчение сухой пробы до крупности – 0,08 мм.

Для подготовки проб углей выпускаются проборазделочные машины, схема подготовки проб в которых заложена конструктивно.

Так, машина проборазделочная МПЛ-150М1Р предназначена для подготовки проб угля крупностью до 150 мм. На выходе машины получают 3 пробы, крупность которых – 3 мм.

Иргиредметом выпускается установка УОМП, позволяющая обрабатывать малообъемные пробы (0,01-0,02 м³). Она может использоваться также для обработки среднеобъемных проб (0,04-0,1 м³) с загрузкой обрабатываемого материала частями. УОМП включает грохот-дезинтегратор и обоганительное оборудование: концентрационный стол типа СКО-0,5 или 30КЦ, центробежный концентратор типа «Итомак-0.1» и вспомогательное оборудование. Фракция –3 мм через грохот опускается в поддон с водой. Фракция +3 мм остается внут-

ри грохота. После полной дезинтеграции пробы грохот опрокидывается рукояткой и чистая галя высыпается из него на плоский грохот для визуального контроля на крупное золото. Мелкий материал из поддона песковым насосом подается в гидроциклон, в котором производится частичное обезвоживание. Слив гидроциклона поступает на контрольное обогащение во второй гидроциклон. Применение последовательно двух гидроциклонов обеспечивает максимальное извлечение мелкого и пластинчатого золота.

Схемы подготовки проб для различных фабрик разрабатываются с учетом специфики опробуемых продуктов и условий выполнения работ. Следует лишь указать, что подготовка проб так же, как и их отбор, связана с погрешностями.

Опробование, обеспечивающее заданную погрешность, приемлемую для товарных расчетов, необходимо в случае покупки или продажи руды, когда нужно обеспечить выполнение обоих принципов опробования, исключающих систематическую погрешность, а также допустимую случайную погрешность.

Примером такого решения является опробование золотосодержащих руд, покупаемых Алмалыкским горно-металлургическим комбинатом (рис. 7.14) [57].

Руда поступает партиями по 180-300 т в железнодорожных думпках. Поступившая партия руды выгружается на бетонированную площадку. Погрузчиком руда возвращается в думпкары и отбирается в пробу. Для этого 2 ковша руды загружаются обратно в думпкар, а каждый третий ковш высыпается в отдельную кучу. Это сокращение перелопачиванием. После разделки таким образом всей партии полученная куча руды делится погрузчиком пополам. Один ковш грузится в думпкар, другой – в другую кучу. Разделка кучи повторяется до получения пробы массой 5 т. Полученная проба руды загружается в бункер установки для опробования золотосодержащих руд. Загруженные думпкары с рудой направляются на переработку либо на склад.

Установка для опробования золотосодержащих руд имеет в своем составе следующие механизмы.

Приемный бункер емкостью 5000 кг (исходной фракции –50 мм) загружается при помощи погрузчика. Далее опробуемая масса пластинчатым питателем подается через загрузочный конвейер с электромагнитом на конусную дробилку для получения фракции 16 мм. Дробленый продукт конвейером подается на грохот для контрольного отсева. После отсева фракция +16 мм конвейером подается обратно на доизмельчение в конусную дробилку. Фракция –16 мм подается конвейером на четырехсекционный делитель-сократитель.

На делителе-сократителе происходит деление поступившей массы в пропорции 1:4. Масса, полученная после сокращения (1250 кг), поступает в бункер-накопитель и далее на валковую дробилку, где происходит дробление до получения фракции –4 мм. Полученная фракция подается на конвейер и транспортируется на четырехсекционный делитель-сократитель, где происходит деление поступившей массы в пропорции 1:4. Масса, полученная после сокращения (312 кг), поступает на конвейер и транспортируется на сократитель. В итоге получают сокращенную пробу массой 50 кг.

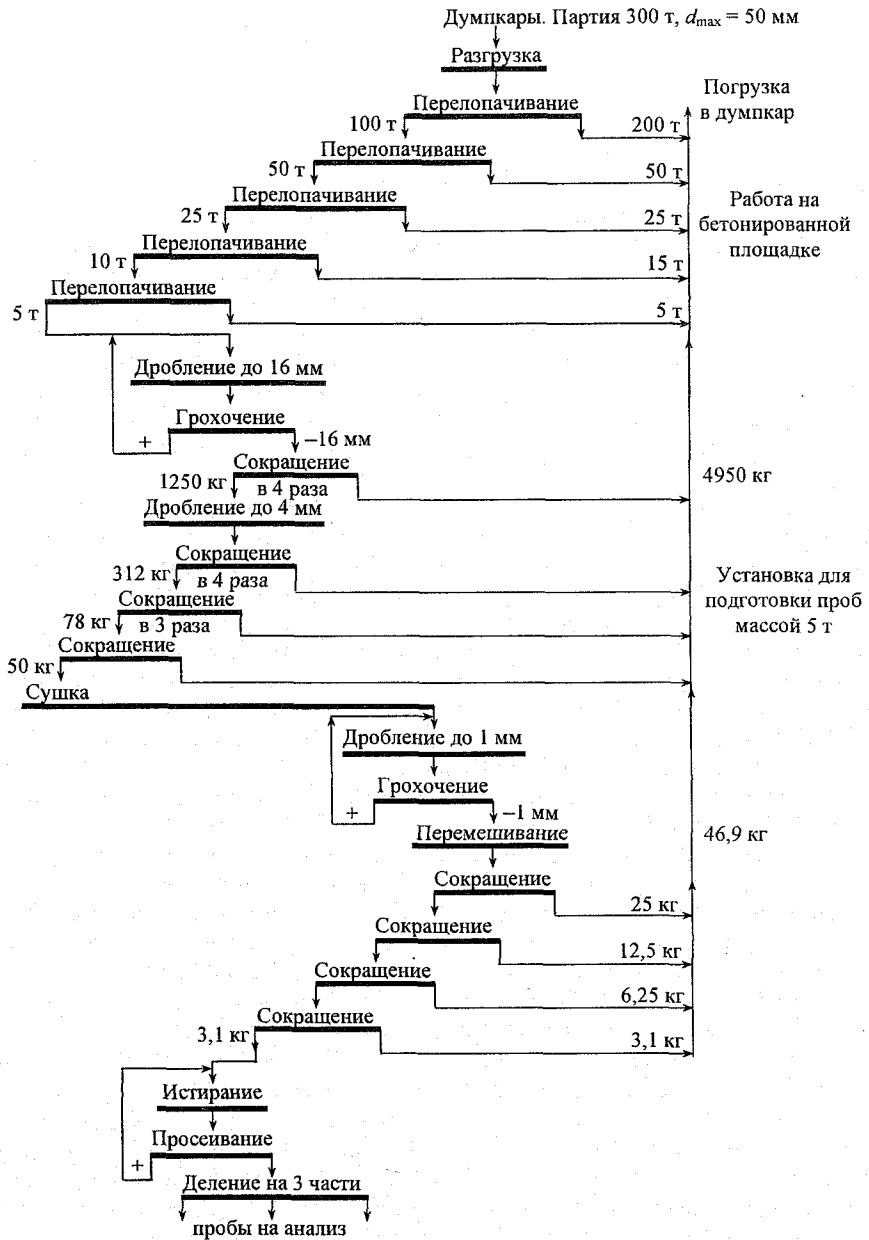


Рис. 7.14. Схема товарного опробования золотосодержащей руды

Полученная после сокращения проб масса (4950 кг) транспортируется по конвейеру на бетонную площадку размером 10×10 м², огороженную с трех сторон бетонной стенкой высотой не менее 1,5 м. С площадки масса загружается погрузчиком обратно в думпкары.

Проба массой 50 кг подвергается сушке в шкафу. После сушки проба подается на валковую дробилку, где производится измельчение до размера частиц в 1 мм. После валковой дробилки полученный материал подвергается контрольному рассеву. Фракция более 1 мм отправляется повторно на валковую дробилку. Полученный после валковой дробилки и контрольного отсева материал подвергается сокращению в четыре приема с получением массы пробы в 3,1 кг, которая в дальнейшем отправляется на дисковый истиратель для получения фракции с размером частиц 0,071 мм. После дискового истирателя производится контрольное просеивание, частицы размером более 0,071 мм отправляются для доизмельчения на дисковый истиратель.

Полученная после дискового истирателя проба после перемешивания отправляется для разделения на три конечные пробы массой по 1 кг каждая.

Такое опробование золотосодержащих руд позволяет получать представительные пробы, а также обеспечивает достоверность учета и составление реальных балансов по драгоценным металлам.

Выделим достоинства и недостатки этого решения.

Достоинства:

1. Неподвижная масса опробуется методом перелопачивания до массы 5 т с использованием пробоотбирателя, в качестве которого принят ковш погрузчика с размерами, во много раз превышающими размеры кусков руды. Таким образом, реализованы оба требования к правильному отбору проб, а также отобрана проба достаточно большой массы, что предопределяет малую случайную погрешность в этой крупности материала (–50 мм).

2. Проба массой 5000 кг дробится до крупности 16 мм и сокращается методом поперечных сечений до массы 1250 кг, а затем дробится до крупности 4 мм и сокращается до массы 50 кг. Опробование материала в потоке методом поперечных сечений исключает систематическую погрешность, а сокращение до сравнительно больших масс – приемлемую случайную.

Недостатки:

1. Использование трудоемкого многократного способа перелопачивания при принципиальной возможности качественного сокращения в 40-50 раз исходной массы в крупности 50 мм, организовав ее перемещение.

2. Использование трудоемкого способа многократного сокращения пробы массой 50 кг и крупностью 1 мм при возможности использования электро-механического сократителя.

3. Отсутствие расчетов минимальных масс и, соответственно, отсутствие доказательства оптимальности используемой технологии.

7.5. Расчет случайной погрешности подготовки пробы

7.5.1. Минимальная масса тщательно перемешанной пробы

На различных этапах работы с пробой при ее подготовке необходимо определить массу, с которой следует выполнять работу.

Широко распространенным является понятие минимальной массы.

Ранее было введено понятие покусковой дисперсии, соответствующей погрешности, связанной с массой продукта, равной массе одного куска. Эта погрешность велика, и чтобы снизить ее, необходимо выполнять работу с материалом, состоящим из многих кусков. Это число кусков n_k , а следовательно, и масса q материала должны соответствовать допустимой случайной погрешности:

$$n_k = \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2};$$
$$q_0 = n_k \cdot \rho \cdot d^3.$$

Масса материала (пробы, навески и т. п.), определенная для допустимой случайной погрешности, и называется минимальной.

Зависимость минимальной массы от крупности получена для тщательно перемешанного – однородного – массива, поэтому обозначается индексом 0.

Указанные формулы записаны для продукта, состоящего из одинаковых кусочков кубической формы.

Для учета распределения материала по гранулометрическому составу найдем взвешенную массу по доле классов крупности r_i :

$$q_0 = \sum_i \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot \rho \cdot d_i^3 \cdot r_i$$

или для непрерывного распределения:

$$q_0 = \int_0^{d_{\text{max}}} \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot \rho \cdot d^3 \cdot \omega(d) dd.$$

Для равномерного распределения $\omega(d) = \frac{1}{d_{\text{max}}}$:

$$q_0 = \int_0^{d_{\text{max}}} \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot \rho \cdot d^3 \cdot \frac{1}{d_{\text{max}}} dd = \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot \rho \cdot \frac{1}{d_{\text{max}}} \cdot \frac{1}{4} d^4 \Big|_0^{d_{\text{max}}} = \frac{1}{4} \rho \cdot \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot d_{\text{max}}^3.$$

Так как $d_{\text{max}} = 2(\bar{d})$, то с учетом коэффициента формы:

$$q_0 = 2f \cdot \rho \cdot \frac{S_k^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot (\bar{d})^3 = k(\bar{d})^3.$$

Эта формула минимальной массы для вскрытых продуктов, для которых S_k^2 является постоянной величиной.

Для сростков покусковая дисперсия зависит от размера кусков \bar{d} и от размера вкраплений \bar{d}_3 .

$$S_{\text{к ср}}^2 = S_{\text{к}}^2 \cdot \left(\frac{\bar{d}_3}{\bar{d}} \right)^{3-b}$$

Тогда минимальная масса для сростков ($\bar{d} > \bar{d}_3$):

$$q_0 = 2f \cdot \rho \cdot \frac{S_{\text{к}}^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot (\bar{d}_3)^{3-b} \cdot (\bar{d})^b = k_{\text{ср}} (\bar{d})^b$$

Эта формула также имеет границу, до которой она действительна, — размер куска d_b , после чего минимальная масса остается неизменной, т. е. для условия $\bar{d} > d_b$:

$$q_0 = 2f \cdot \rho \cdot \frac{S_{\text{к}}^2}{S_{\text{доп}}^2} \cdot (\bar{d}_3)^{3-b} \cdot (d_b)^b = \text{const.}$$

Полученные формулы позволяют изобразить фундаментальную закономерность зависимости минимальной массы от средней крупности кусков материала (рис. 7.15).

В диапазоне $\bar{d} < \bar{d}_3$ $q_0 = k(\bar{d})^3$.

В диапазоне $\bar{d}_3 < \bar{d} < d_b$ $q_0 = k_{\text{ср}}(\bar{d})^b$.

В диапазоне $\bar{d} > d_b$ $q_0 = k_{\text{ср}}(d_b)^b = \text{const.}$

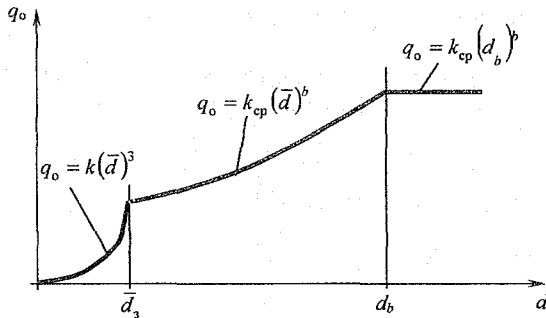


Рис. 7.15. Фундаментальная закономерность изменения минимальной массы от крупности кусков

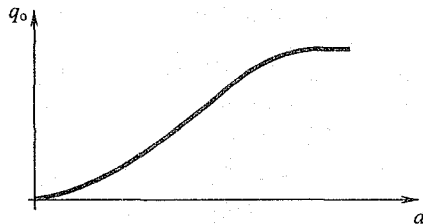


Рис. 7.16. Общий вид фундаментальной закономерности изменения минимальной массы от крупности кусков

Это теоретическая зависимость, поэтому она имеет изломы, связанные с изменением условий расчета. Истинная зависимость должна иметь S-образный вид, причем начало кривой соответствует третьей степени размера кусков, а конец – нулевой степени (рис. 7.16).

Представленная закономерность позволяет сделать принципиальные выводы:

1. Показатель степени при размере кусков опробуемого материала находится в диапазоне $3 + 0$, плавно уменьшаясь с увеличением крупности.

2. Коэффициенты k и k_{cp} зависят как от свойств опробуемого материала, так и от допустимой погрешности.

3. Для установления численных значений \bar{d}_3 и b следует выполнить эксперимент по методике, изложенной в п. 3.4, после чего k и k_{cp} определяются расчетом.

Использование методики Каллистова П. Л. [7] не является необходимым в связи с ее трудоемкостью и низкой точностью.

4. Устанавливаемые стандартами значения степеней и коэффициентов в формуле минимальной массы являются весьма приближительными и могут сильно отличаться от необходимых.

7.5.2. Расчет минимальной массы для тщательно перемешанных продуктов. Сростки отсутствуют

Общий ход решения:

Определяем допустимую среднеквадратичную погрешность $S_{доп}$ по заданной относительной $P_{доп}$, принимая коэффициент Стьюдента равным 2:

$$S_{доп} = \frac{P_{доп} \cdot \alpha}{2 \cdot 100}$$

Определяем средний размер кусков \bar{d} , считая распределение размера кусков равномерным $\left(\omega(d) = \frac{1}{d_{max}} \right)$:

$$\bar{d} = \frac{d_{max}}{2}$$

Находим покусковую дисперсию для бедных продуктов по формуле

$$S_k^2 = \frac{\rho_M}{\rho_{II}} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha)$$

Для богатых продуктов, $\alpha > (0,15 + 0,20)\beta_M$, следует применять полную формулу покусковой дисперсии.

- Находим минимальную массу:

$$q = 2f \cdot \frac{S_k^2}{S_{доп}^2} \cdot \rho \cdot (\bar{d})^3$$

При решении задач для бедных продуктов можно принимать $\rho = \rho_{II}$.

Таблица 7.3

**Условия для расчета минимальной массы пробы
для раскрытых продуктов (сростки отсутствуют) и ответы**

Варианты	Продукты	d_{\max}	$\rho_{\text{п}}$ кг/м ³	$\rho_{\text{м}}$ кг/м ³	$\beta_{\text{м}}$ %	α	$P_{\text{доп}}$ %	Ответ q , кг
а	Медные хвосты на медь	0,5 мм	3000	4200	34,6	0,3 %	2	0,075
б	на золото	0,2 мм	3000	18000	100	0,5 г/т	5	57,6
в	Медный концентрат на медь	0,2 мм	3000	4200	34,6	25 %	1	0,00005
г	на золото	0,1 мм	3000	18000	100	15 г/т	3	0,67
д	Железные хвосты на магнитное железо	2 мм	3000	5000	72,3	2 %	1	7,03
е	на платину	$d_{\text{п}} = 0,1$ мм	3000	19000	100	0,05 г/т	4	118,75
ж	Железный концентрат на магнитное железо	40 мкм	3000	5000	72,3	62 %	0,5	0,0000007
з	на ванадий	$d_{\text{в}} = 40$ мкм	3000	4000	0,8	0,6 %	0,5	0,0000017
и	Россыпь на алмазы	$d_{\text{алм}} = 14$ мм	2650	3500	100	3 кар/т	10	800280
к	Хвосты асбофабрики на асбест	0,5 мм	2800	2800	100	0,4 %	6	0,012
л	Уголь на горючую массу	250 мм	2000	1400	93	72 %	8	9703,7

В табл. 7.3 приведено 11 вариантов задач расчета минимальной массы для раскрытых продуктов с ответами. Покажем решения **а**, **в** и **и**.

Пример 7.1. Найти минимальную массу пробы для медных хвостов.

Дано: массовая доля меди в них $\alpha = 0,3$ %;
 максимальная крупность $d_{\max} = 0,5$ мм;
 плотность минерала $\rho_{\text{м}} = 4200$ кг/м³;
 породы $\rho_{\text{п}} = 3000$ кг/м³;
 массовая доля меди в минерале $\beta_{\text{м}} = 34,6$ %;
 допустимая случайная относительная погрешность отбора пробы $P_{\text{доп}} = 2$ %.

Решение:

Для варианта **а** (бедный продукт)

$$S_{\text{доп}} = \frac{2 \cdot 0,3}{2 \cdot 100} = 0,003 \text{ %};$$

$$\bar{d} = \frac{0,5}{2} = 0,25 \text{ мм};$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4200}{3000} \cdot 0,3 \cdot (34,6 - 0,3) = 14,4 \text{ %}^2;$$

$$q = 2 \cdot 0,5 \cdot \frac{14,4}{0,003^2} \cdot 3000 \cdot (0,25 \cdot 10^{-3})^3 = 0,075 \text{ кг.}$$

Для получения ответа в килограммах следует подставлять $S_{\text{доп}}^2$ и $S_{\text{к}}^2$ в одинаковых размерностях, плотность в кг/м^3 и средний размер кусков в метрах.

Для варианта в (богатый продукт)

$$S_{\text{доп}} = \frac{1 \cdot 25}{2 \cdot 100} = 0,125 \text{ \%};$$

$$\bar{d} = \frac{0,2}{2} = 0,1 \text{ мм};$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4200}{3000} \cdot 25 \cdot (34,6 - 25) \cdot \left(1 - \frac{25}{34,6} + \frac{3000 \cdot 25}{4200 \cdot 34,6}\right)^2 = 211,9 \text{ \%}^2;$$

$$q = 2 \cdot 0,5 \cdot \frac{211,9}{0,125^2} \cdot 3780 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 = 0,00005 \text{ кг, или 50 мг.}$$

В этой задаче следовало найти дополнительно плотность пробы ρ по формуле:

$$\rho = \frac{\rho_{\text{п}} \cdot \rho_{\text{м}} \cdot \beta_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}} \cdot \alpha + \rho_{\text{м}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha)} = \frac{3000 \cdot 4200 \cdot 34,6}{3000 \cdot 25 + 4200 \cdot (34,6 - 25)} = 3780 \text{ кг/м}^3.$$

Для варианта и (чрезвычайно бедный продукт)

$$S_{\text{доп}} = \frac{10 \cdot 3}{2 \cdot 100} = 0,15 \text{ кар/т};$$

$$\bar{d} = 7 \text{ мм};$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{3500}{2650} \cdot 3 \cdot (5 \cdot 10^6 - 3) = 19,81 \cdot 10^6 \text{ кар/т};$$

$$q = 2 \cdot 0,5 \cdot \frac{19,81 \cdot 10^6}{0,15^2} \cdot 2650 \cdot (7 \cdot 10^{-3})^3 = 800280 \text{ кг.}$$

Примеры расчетов и ответы в табл. 7.3 показывают, как сильно могут отличаться минимальные массы в зависимости от условий опробования.

7.5.3. Расчет минимальной массы для тщательно перемешанных продуктов. Сrostки ест

Общий ход решения задач совпадает с ходом решения, изложенным в п. 7.2, но дополнительно нужно знать средний размер зерен минерала:

$$\bar{d}_3 = \frac{d_{3\text{max}}}{2}.$$

Следует также установить показатель для редкой равномерной вкрапленности $b = 0$, для жильной — $b = 1$, для слоистой — $b = 2$ и для неравномерной — $b = 1,5$.

Экспериментальное определение показателя b приведено в п. 3.4.

В табл. 7.4 даны условия задач для определения минимальной массы пробы от тщательно перемешанных массивов при наличии сростков. Условно считаем, что при $d > d_3$ сростки есть, а при $d \leq d_3$ материал раскрыт.

Таблица 7.4

Условия для расчета минимальной массы пробы для продуктов, содержащих сростки, и ответы

Варианты	Продукты	d_{\max} , мм	d_3 , мм	α	β_m , %	Тип вкрапленности	$P_{\text{доп}}$, %	ρ_m , кг/м ³	ρ_p , кг/м ³	Ответ q , кг
а	Щебень асбофабрики	40	2	0,6 %	100	Слоистая	7	2600	2600	141,4
б	Медная руда	20	0,5	1,5 %	34,6	Неравномерная	1	4200	3000	15,32
в	Железная руда	50	3	35 %	72,3	Слоистая	2	5000	3000	54,14
г	Золотая руда	100	5	2 г/т	100	Редкая равномерная	4	18000	2500	351,56
д	Алмазная руда	150	20	5 кар/т	100	Редкая равномерная	10	3500	3000	1404
е	Сильвинит	17	6	26 %	100	Слоистая	1	2000	2000	49,35
ж	Асбестовая руда	130	4	3 %	100	Слоистая	1,5	2600	2600	13000
з	Молибденовая руда	30	1,5	0,08 %	60	Неравномерная	3	5000	3000	626,9
и	Хромитовая руда	200	30	20 %	40	Жильная	6	5000	3000	133,33

Пример 7.2. Найти минимальную массу пробы для молибденовой руды.

Дано: массовая доля молибдена в руде $\alpha = 0,08$ %;
 максимальная крупность $d_{\max} = 30$ мм;
 плотность минерала $\rho_m = 5000$ кг/м³;
 породы $\rho_p = 3000$ кг/м³;
 массовая доля молибдена в минерале $\beta_m = 60$ %;
 допустимая случайная относительная погрешность отбора пробы $P_{\text{доп}} = 3$ %.

Решение:

Для варианта з

$$S_{\text{доп}} = \frac{3 \cdot 0,08}{2 \cdot 100} = 0,0012 \text{ %};$$

$$\bar{d} = \frac{30}{2} = 15 \text{ мм} \text{ и } \bar{d}_3 = \frac{1,5}{2} = 0,75 \text{ мм};$$

$$S_k^2 = \frac{5000}{3000} \cdot 0,08 \cdot (60 - 0,08) = 7,99 \text{ %}^2;$$

$$q = 2 \cdot 0,5 \cdot \frac{7,99}{0,0012^2} \cdot 3000 \cdot (0,75 \cdot 10^{-3})^{3-1,5} \cdot (15 \cdot 10^{-3})^{1,5} = 626,9 \text{ кг.}$$

Представленные в табл. 7.4 ответы позволят оценить возможные минимальные массы при опробовании крупнотоннажных руд.

7.5.4. О формуле Ричардса-Чечотта

Уже около 100 лет среди обогащателей популярна формула минимальной массы Ричардса-Чечотта:

$$q(\text{кг}) = k \cdot d_{\max}^2 (\text{мм}).$$

Несмотря на попытки несколько сгладить ее жесткость (постоянная степень при d_{\max}) выбором степени при d_{\max} путем использования формулы Демонда-Хальфердаля:

$$q(\text{кг}) = k \cdot d_{\max}^a (\text{мм}),$$

простота популярной формулы завораживает специалистов, и они стремятся применить ее повсеместно, видя проблему лишь в подборе «правильного» коэффициента k .

Широко распространенный и повсеместно используемый, вследствие отсутствия аналогичных стандартов для многих видов руд, ГОСТ 14180-80 для руд цветных металлов сузил выбор k до трех значений: 0,06; 0,1 и 0,2, и в конце концов чуть ли не единственным используемым значением стало $k = 0,1$. Это слишком сильное упрощение. Начиная с работ Пожарицкого К. Л. [59], стремились детализировать выбор k , исходя из общих характеристик руды. При этом диапазон значений k принимался довольно большим – 0,06-20. Одной из последних таких попыток является работа Кушпаренко Ю. С., в которой представлены коэффициенты k в диапазоне 0,1-1,0 почти для всех руд, кроме алмазных [60].

Поиски таких коэффициентов в настоящее время бесполезны по следующим причинам.

1. Формула $q = kd^2$ предназначена для определения массы, отбираемой от тщательно перемешанного массива, а это соответствует лабораторным условиям. Так что эта формула предназначается для расчета операций сокращения проб, в том числе отбора навески для анализа, но не для отбора проб.

Применительно к отбору проб минимальная масса определяется по формуле:

$$q = q_r \cdot N_r,$$

где N_r – число точечных проб, определяется по допустимой погрешности отбора и связано с неоднородностью опробуемого массива;

q_r – масса точечной пробы, предопределяемая выбором инструмента для отбора проб.

2. В формуле $q = kd^2$ значения коэффициента не связаны с допустимой погрешностью выполнения операции сокращения. А эта погрешность не может быть одинаковой для всех возможных условий работы с пробой.

3. Теоретически обосновано, что для раскрытых продуктов, т. е. состоящих из отдельных кусков полезного минерала и породы, справедлива формула:

$$q = k \cdot d^3.$$

Именно эта формула пригодна для большого круга условий работы с пробой, в том числе всегда для отбора навесок.

7.5.5. Погрешность сокращения или погрешность, связанная с изменением массы пробы

Из полученной формулы минимальной массы следует гиперболическая зависимость погрешности от массы (если убрать индекс – допустимая):

$$S_{\alpha}^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_k^2 \cdot (\bar{d})^3 \cdot \frac{1}{q}.$$

Кроме того, погрешность зависит и от крупности (рис. 7.17).

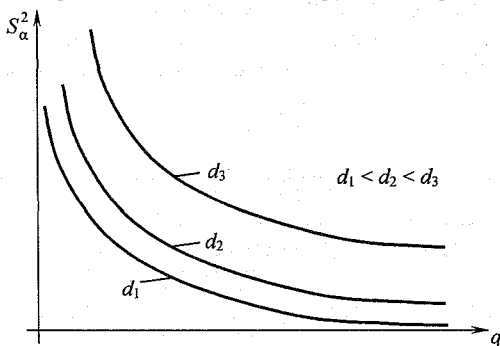


Рис. 7.17. Зависимость случайной погрешности с изменением массы пробы и крупности

Зависимость S_{α}^2 от массы и от крупности используется при расчете погрешности опробования.

Так, любая операция сокращения вносит в результат случайную погрешность:

$$S_c^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_k^2 \cdot (\bar{d})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right).$$

Здесь $q_{\text{нач}}$ и $q_{\text{кон}}$ – начальная и конечная сокращаемые массы.

Так как обычно чередуют операции сокращения и дробления (измельчения, истирания), то погрешность подготовки пробы:

$$S_{\text{под}}^2 = \sum_{i=1}^k 2f \cdot \rho \cdot S_{k_j}^2 \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right).$$

Здесь k – число различных размеров \bar{d} , при которых выполняется сокращение, так на рис. 7.17 $k = 3$.

Отбор навески от пакета для анализа является операцией сокращения, и, следовательно, погрешность отбора навески:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_{\text{Кнав}}^2 \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{нав}}} - \frac{1}{q_{\text{пак}}} \right).$$

Так как $q_{\text{нав}} \ll q_{\text{пак}}$, то можно использовать формулу:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_{\text{Кнав}}^2 \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3 \cdot \frac{1}{q_{\text{нав}}}.$$

Эти формулы получены при условии тщательного перемешивания сокращаемой пробы.

Экспериментально зависимость погрешности анализа зольности углей весовым методом определил Кипнис Ш. Ш. [61] (рис. 7.18). Показано, что зависимость изменения среднеквадратичного отклонения определения зольности изменяется, имея экстремум около 50 % зольности.

Так как погрешности озоления и взвешивания весьма малы, можно предполагать, что эта зависимость полностью определяется погрешностью отбора навески.

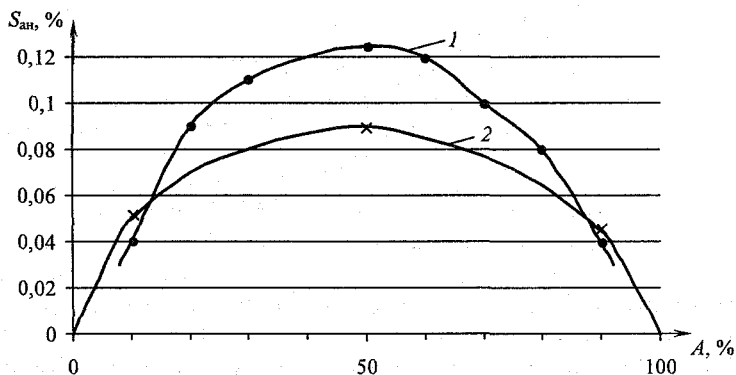


Рис. 7.18. Зависимость экспериментальной погрешности анализа от зольности, по Кипнису Ш. Ш., (1) и навески по формуле $S_{\text{нав}}$ (2)

Действительно, примем реальные данные $d_{\text{max}} = 0,2$ мм, соответственно $\bar{d} = 0,1$ мм, масса навески 0,5 г, плотность навески 1600 кг/м^3 , а покусковую дисперсию определим по упрощенной формуле $S_{\text{К}}^2 = A \cdot (100 - A)$, где A – зольность. Тогда

$$S_{\text{нав}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot A \cdot (100 - A) \cdot 1600 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \frac{1}{0,5 \cdot 10^{-3}} = 3,2 \cdot 10^{-6} \cdot A \cdot (100 - A);$$

$$S_{\text{нав}} = 0,0018 \sqrt{A \cdot (100 - A)}, \%$$

На рис. 7.18 показано взаимное расположение теоретической и экспериментальной зависимостей. В эксперименте дополнительно присутствуют погрешности озоления, взвешивания и другие, поэтому экспериментальная кривая проходит выше.

7.5.6. Случайная погрешность подготовки пробы

При подготовке пробы изменяется ее масса, а масса пробы функционально связана со случайной погрешностью определения массовой доли. Для тщательно перемешанного массива:

$$S_{\alpha}^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_k^2 \cdot (\bar{d})^3 \cdot \frac{1}{q}$$

При сокращении пробы масса меняется от начальной $q_{\text{нач}}$ до конечной $q_{\text{кон}}$:

$$S_c^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_k^2 \cdot (\bar{d})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right)$$

Так как при выполнении каждой стадии сокращения меняется и крупность, случайная погрешность многостадийной схемы подготовки будет вычисляться по формуле:

$$S_{\text{под}}^2 = \sum_{j=1}^k 2f \cdot \rho \cdot S_{k_j}^2 \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right)$$

Здесь k – число различных крупностей материала, при которых проводится сокращение.

Так как возможны случайные погрешности, связанные с качеством выполнения операций как дробления, так и перемешивания, следует добавлять $S_{\text{др}}$ и $S_{\text{пер}}$.

Тогда итоговая формула случайной погрешности подготовки пробы будет следующей:

$$S_{\text{под}}^2 = \sum_{j=1}^k \left[2f \cdot \rho \cdot S_{k_j}^2 \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right) + S_{j \text{ др}}^2 + S_{j \text{ пер}}^2 \right]$$

7.5.7. Примеры расчета случайной погрешности подготовки пробы

Пример 7.3. Рассчитать относительную погрешность подготовки пробы трех типов руд по схеме (рис. 7.19). Данные в табл. 7.5 и 7.6.

Таблица 7.5

Основные величины для схемы на рис. 7.19

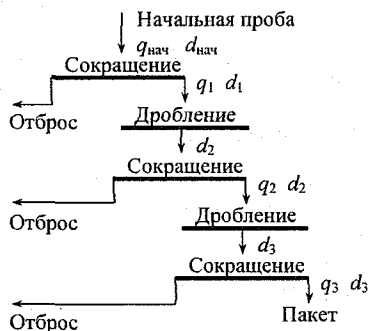


Рис. 7.19. Схема подготовки пробы

Величины	Медная руда	Асбестовая руда	Железная руда
$d_{\text{нач макс}}$, мм	20	130	40
q_1 , кг	7	500	40
$d_2_{\text{ макс}}$, мм	5	45	6
q_2 , кг	0,9	100	3
$d_3_{\text{ макс}}$, мм	1	12	1,5
q_3 , кг	0,2	15	0,4

Таблица 7.6

Дополнительные, необходимые для расчета величины

Показатели	Медная руда	Асбестовая руда	Железная руда
Вкрапленность	нравномерная	слоистая	нравномерная
$d_3 \text{ max, мм (зерно)}$	2	11	3
$\rho_m, \text{ кг/м}^3$	4100	2600	5000
$\rho_{\text{п}}, \text{ кг/м}^3$	2800	2600	3000
$\alpha, \%$	0,8	4	18
$\beta_m, \%$	34,6	100	72,3
$S_{\text{др}}, \%$	0,005	0,05	0,004
$S_{\text{пер}}, \%$	0,01	0,1	0,005
$Q, \text{ т/ч}$	90	1500	200
N_T	48	8	12

Необходимо найти массу точечной пробы, отбираемую ковшовым пробоотбирателем. Параметры пробоотбирателя принимаем самостоятельно.

Для железной руды следует определить плотность, а для медной и асбестовой руды полагать плотность как для бедных продуктов.

Для каждого из вариантов предложить действия, позволяющие снизить погрешность подготовки пробы примерно в 2 раза.

Решение:

Медная руда

Для медной руды принят ковшовый пробоотбиратель; ширина щели ковша $b = 60$ мм; скорость пересечения потока $\vartheta = 0,5$ м/с.

Масса точечной пробы:

$$q_T = \frac{Q \cdot b}{\vartheta} = \frac{\left(\frac{90 \cdot 10^3}{3600} \right) \text{ кг/с} \cdot (60 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{0,5 \text{ м/с}} = 3 \text{ кг.}$$

Начальная масса пробы:

$$q_{\text{нач}} = q_T \cdot N_T = 3 \text{ кг} \cdot 48 = 144 \text{ кг.}$$

$$S_{\text{под}}^2 = \sum_{j=1}^k \left[2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right) + S_{\text{др}}^2 + S_{\text{пер}}^2 \right];$$

$$S_k^2(0) = \frac{\rho_m}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha) = \frac{4100}{2800} \cdot 0,8 \cdot (34,6 - 0,8) = 39,6 \text{ \%}^2;$$

$$S_k^2(20) = S_k^2 \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b} = 39,6 \cdot \left(\frac{2}{20} \right)^{3-1,5} = 1,25 \text{ \%}^2;$$

$$S_k^2(5) = 39,6 \cdot \left(\frac{2}{5} \right)^{3-1,5} = 10,0 \text{ \%}^2;$$

$$S_k^2(1) = 39,6 \text{ \%}^2;$$

$$\begin{aligned}
 S_{\text{под}}^2 &= 2 \cdot 0,5 \cdot 1,25 \cdot 2800 \cdot (10 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{7} - \frac{1}{144} \right) + 0 + 100 \cdot 10^{-6} + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 10 \cdot 2800 \cdot (2,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,9} - \frac{1}{7} \right) + 25 \cdot 10^{-6} + 100 \cdot 10^{-6} + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 39,6 \cdot 2800 \cdot (0,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,2} - \frac{1}{0,9} \right) + 25 \cdot 10^{-6} + 100 \cdot 10^{-6} = \\
 &= 476 \cdot 10^{-6} + 100 \cdot 10^{-6} + 423,5 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} + 100 \cdot 10^{-6} + 53,9 \cdot 10^{-6} + \\
 &\quad + 25 \cdot 10^{-6} + 100 \cdot 10^{-6} = 1303,4 \cdot 10^{-6} \%^2;
 \end{aligned}$$

$$S_{\text{под}} = 36,1 \cdot 10^{-3} \%;$$

$$P_{\text{под}} = \frac{2 \cdot S_{\text{под}}}{\alpha} = \frac{2 \cdot 36,1 \cdot 10^{-3} \%}{0,8 \%} \cdot 100 \% = 9 \%$$

Для снижения погрешности примерно в 2 раза нужно, чтобы $S_{\text{под}}^2$ снизилось в 4 раза, т. е. $\frac{1303,4 \cdot 10^{-6} \%^2}{4} = 320,85 \cdot 10^{-6} \%^2$. Это возможно, если пробу 144 кг продробить сразу до 5 мм и сокращать ее не до 0,9 кг, а до 3 кг.

Асбестовая руда

$$q_{\text{т}} = \frac{\left(\frac{1500 \cdot 10^3}{3600} \right) \text{ кг/с} \cdot (0,4 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{0,5 \text{ м/с}} = 333,3 \text{ кг.}$$

$$q_{\text{нач}} = q_{\text{т}} \cdot N_{\text{т}} = 333,3 \text{ кг} \cdot 8 = 2666,7 \text{ кг.}$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha) = 4 \cdot (100 - 4) = 384 \%^2;$$

$$S_{\text{к}}^2(130) = S_{\text{к}}^2 \cdot \left(\frac{d_3}{d} \right)^{3-b} = 384 \cdot \left(\frac{11}{130} \right)^{3-2} = 32,5 \%^2;$$

$$S_{\text{к}}^2(45) = 384 \cdot \left(\frac{11}{45} \right)^1 = 93,9 \%^2;$$

$$S_{\text{к}}^2(12) = 384 \cdot \left(\frac{11}{12} \right)^1 = 352 \%^2;$$

$$\begin{aligned}
 S_{\text{под}}^2 &= 2 \cdot 0,5 \cdot 32,5 \cdot 2600 \cdot (65 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{500} - \frac{1}{2666,7} \right) + 0 + 1 \cdot 10^{-2} + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 93,9 \cdot 2600 \cdot (22,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{100} - \frac{1}{500} \right) + 25 \cdot 10^{-4} + 1 \cdot 10^{-2} + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 352 \cdot 2600 \cdot (6 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{15} - \frac{1}{100} \right) + 25 \cdot 10^{-4} + 1 \cdot 10^{-2} = \\
 &= 37825 \cdot 10^{-6} + 10000 \cdot 10^{-6} + 22247 \cdot 10^{-6} + 2500 \cdot 10^{-6} + 10000 \cdot 10^{-6} + \\
 &\quad + 11268 \cdot 10^{-6} + 2500 \cdot 10^{-6} + 10000 \cdot 10^{-6} = 106340 \cdot 10^{-6} \%^2;
 \end{aligned}$$

$$S_{\text{под}} = 0,326 \%;$$

$$P_{\text{под}} = \frac{2 \cdot 0,326 \%}{4 \%} \cdot 100 \% = 16,3 \%.$$

Для снижения погрешности в 2 раза нужно, чтобы $S_{\text{под}}^2$ было $\frac{106340 \cdot 10^{-6} \%^2}{4} = 26585 \cdot 10^{-6} \%^2$. Для этого пробу надо дробить сразу до 45 мм и сокращать до 500 кг.

Железная руда

$$q_{\text{г}} = \frac{\left(\frac{200 \cdot 10^3}{3600} \right) \text{ кг/с} \cdot (120 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{0,5 \text{ м/с}} = 13,3 \text{ кг}.$$

$$q_{\text{нач}} = q_{\text{г}} \cdot N_{\text{г}} = 13,3 \text{ кг} \cdot 12 = 160 \text{ кг}.$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_{\text{м}}} + \frac{\alpha \cdot \rho_{\text{п}}}{\beta_{\text{м}} \cdot \rho_{\text{м}}} \right)^2 =$$

$$= \frac{5000}{3000} \cdot 18 \cdot (72,3 - 18) \cdot \left(1 - \frac{18}{72,3} + \frac{18 \cdot 3000}{72,3 \cdot 5000} \right)^2 = 1319,5 \%;$$

$$S_{\text{к}}^2(40) = S_{\text{к}}^2 \cdot \left(\frac{d_{\text{з}}}{d} \right)^{3-b} = 1319,5 \cdot \left(\frac{3}{40} \right)^{1,5} = 27,1 \%;$$

$$S_{\text{к}}^2(6) = 1319,5 \cdot \left(\frac{3}{6} \right)^{1,5} = 466,5 \%;$$

$$S_{\text{к}}^2(1,5) = S_{\text{к}}^2 = 1319,5 \%;$$

$$\rho = \frac{\rho_{\text{м}} \cdot \rho_{\text{п}} \cdot \beta_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}} \cdot \alpha + \rho_{\text{м}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha)} = \frac{5000 \cdot 3000 \cdot 72,3}{3000 \cdot 18 + 5000 \cdot (72,3 - 18)} = 3332 \text{ кг/м}^3;$$

$$S_{\text{под}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 27,1 \cdot 3332 \cdot (20 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{40} - \frac{1}{160} \right) + 0 + 25 \cdot 10^{-6} +$$

$$+ 2 \cdot 0,5 \cdot 466,5 \cdot 3332 \cdot (3 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{3} - \frac{1}{40} \right) + 16 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} +$$

$$+ 2 \cdot 0,5 \cdot 1319,5 \cdot 3332 \cdot (0,75 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,4} - \frac{1}{3} \right) + 16 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} =$$

$$= 13544,6 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} + 12926,2 \cdot 10^{-6} + 16 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} +$$

$$+ 4019,4 \cdot 10^{-6} + 16 \cdot 10^{-6} + 25 \cdot 10^{-6} = 30597,16 \cdot 10^{-6} \%^2;$$

$$S_{\text{под}} = 174,9 \cdot 10^{-3} \%;$$

$$P_{\text{под}} = \frac{2 \cdot 174,9 \cdot 10^{-3} \%}{18 \%} \cdot 100 \% = 1,94 \%.$$

Эта погрешность вполне приемлема.

АНАЛИЗ ПРОБ

8.1. Виды анализа и используемые навески

Минеральное сырье, используемое для обогащения, очень разнообразно. Соответственно, различны и виды выполняемых анализов.

На фабриках, обогащающих руды цветных, черных и благородных металлов, калийные соли, флюориты, уголь и многих других, измеряют массовую долю ценного элемента и влаги, и поэтому нужен элементный анализ, как правило, нечувствительный к составу минеральных фаз, слагающих пробу. В расчетах погрешностей опробования в связи с этим фигурирует величина β_m – массовая доля определяемого элемента в минерале, содержащем этот элемент.

На фабриках, обогащающих асбест, слюды, алмазы, кварц, полевые шпаты и другие руды, ценным компонентом которых является минерал, необходим минералогический анализ, позволяющий определить массовую долю минерала. Такой анализ, обычно называемый фазовым, необходим и для изучения почти всех руд. В расчетах погрешностей опробования при таком анализе величина β_m может быть принята равной единице.

На нерудных фабриках, производящих щебень, песок, мраморную крошку, поваренную соль, необходим анализ гранулометрического состава, т. е. массовой доли каких-либо классов крупности как в руде, так и в вырабатываемых продуктах. Сюда относится и так называемая лешадность.

Наконец, существует ряд специфических анализов, для выполнения которых также отбираются пробы, например, белизна для каолина, светопропускание для кварца, спекаемость для углей и т. п.

Навески, используемые при анализе, также имеют очень большой разброс по массе.

Многие виды анализа выполняются на аппаратуре, в которой предусмотрено использование навесок малой массы – 10-20 мг при спектральном анализе, 30-300 мг при рентгенографическом количественном фазовом анализе, 0,1-1 г при рентгенофлюоресцентном анализе, 0,5-2 г при многих вариантах химического анализа. Масса навесок существенно увеличивается при анализе малых массовых долей либо крупнокусковых продуктов.

Так уже было описано использование навесок в сотни граммов для анализа золотосодержащих проб, для определения массовой доли асбеста используются навески 12 кг. Наконец, навески могут иметь массу, измеряемую тоннами, если анализ состоит в выделении минералов, содержащихся в материале в небольшом количестве.

Очевидно, масса навески должна предопределяться свойствами материала, но и одновременно соответствовать характеристикам прибора. Поэтому не всегда известное аналитическое оборудование может быть использовано, и изобретается специфическое аналитическое оборудование. Так, для определе-

ния супермалых массовых долей загрязняющих минералов в кварцевой крупке используются стаканы и воронки с тяжелой жидкостью и навески 100-200 г, а для извлечения волокон асбеста – волосяные щетки и грохоты.

Применительно к анализу используются понятия чувствительности и погрешности (точности). Под чувствительностью понимают наименьшее количество элемента, обнаруживаемое методом (химический – до 1 мкг), под погрешностью – отклонение получаемого результата от истины. Выделяют также экспрессность – скорость определения количества элементов.

Следует различать погрешность анализа и погрешность результата опробования. Случайная погрешность анализа составляет лишь часть погрешности опробования (часто меньшую часть):

$$S_{рез}^2 = S_{от}^2 + S_{под}^2 + S_{нав.}^2 + S_{ма}^2.$$

Здесь $S_{рез}$ – среднеквадратичная погрешность результата определения массовой доли элемента;

$S_{от}$ – погрешность отбора пробы;

$S_{под}$ – погрешность подготовки пробы;

$S_{нав.}$ – погрешность выделения навески перед анализом;

$S_{ма}$ – погрешность метода анализа α .

Обычно в информации о методах анализа приводится лишь погрешность метода анализа или погрешность метода совместно с погрешностью отбора навески, если ее не удастся устранить при вычислении погрешности.

8.2. Элементный анализ

8.2.1. Виды элементного анализа

Определение общей (полной) массовой доли элементов в пробах выполняется с помощью элементного анализа. Это значит, что такой анализ должен быть нечувствителен к форме (минеральной или фазовой) нахождения элемента.

Пример элементного состава пробы представлен в табл. 8.1.

Таблица 8.1

Химический состав Сафьяновской медной руды

Элементы, оксиды	Массовая доля, %	Элементы, оксиды	Массовая доля, %
Оксид кремния (IV)	32,7	Сера общая	30,4
Оксид алюминия	3,87	Медь	3,2
Железо (общ)	26,5	Цинк	0,15
Оксид кальция	0,35	Серебро	37,8 г/т
Оксид магния	0,17	Золото	1,15 г/т
Оксид калия	0,06	Мышьяк	0,03
Оксид натрия	0,06	Фосфор	0,036
Оксид титана (IV)	0,13	Свинец	0,04
Оксид марганца	< 0,02	Кобальт	0,015
Оксид йода (V)	< 0,01	Ртуть	0,0025

Среди всех возможных видов анализа преобладают разрушающие пробу методы:

- химический, когда проба растворяется или расплавляется;
- спектральный, когда проба сжигается.

Известны и неразрушающие методы элементного анализа:

- рентгенофлюоресцентный;
- активационный.

Анализы, при которых материал пробы разрушается, обычно проводятся на навесках, масса которых измеряется граммами, в отдельных случаях, например при пробирном анализе, — сотнями граммов и килограммами.

Анализы, при которых материал пробы не претерпевает изменений, могут выполняться на пробах любой массы вплоть до анализа состава всей массы руды или концентрата.

Анализ с разрушением навески

Химические методы отличаются тем, что навеска анализируемого вещества растворяется полностью в специфических растворителях, после чего и определяется количество элементов или их соединений.

Процедуры и операции химического анализа (а их может быть от 20 до 50 в каждом анализе) стандартизированы либо проводятся по тщательно разработанным методикам.

Гравиметрический анализ (весовой метод) состоит в определении массы продуктов химических реакций. Используется для определения SiO_2 , WO_3 , MgO , Mo , S , Au , Ag (пробирный метод).

Титриметрический анализ (объемный метод) состоит в установлении количества растворенного реагента, необходимого для установления завершенности какой-либо химической реакции. Используется для определения Cu , Pb , Zn , As , Cd , Fe , Sn , S , CaO , Al_2O_3 , MgO , MnO .

Фотометрический метод состоит в измерении оптической плотности раствора в определенной области длин волн. Используется для определения малых массовых долей, а также для определения Mo , Co , Bi , Ni , Sb , Au , SiO_2 , Al_2O_3 , Mn , P , Sn , Cu , WO_3 , F , Fe , Se , Te , Tl , Ge , Ga , Re .

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении резонансного поглощения излучения определенной длины волны. Используют для определения Cu , Pb , Zn , Au , Ag , MnO , CaO .

Трудоемкость химических анализов оценивают в условных единицах — индексах. За один индекс принимают продолжительность и стоимость анализа на железо. Трудоемкость анализа на золото пробирным методом составляет 14 индексов.

Альтернативой пробирному анализу может быть микроволновое разложение проб с последующим атомно-абсорбционным окончанием [62]. Золото пробы переводят в раствор в автоклавах объемом 85 мл, выдерживающих давление до 4,0 МПа и температуру до 200 °С. Разложение ведут смесью кислот HNO_3 и HCl в соотношении 1:3 с добавкой HF (0,5 мл на 10 мл смеси). Пробы измельчают до

класса $-0,074$ мм и выделяют навески 1-2 г. К каждой навеске добавляют 20 мл смеси для разложения. Проверка метода анализа выполнялась на продуктах с массовой долей золота более 10 г/т. Результаты показали, что расхождение с пробирным анализом составило на продуктах с массовой долей золота 22 г/т; 180 г/т и 450-1300 г/т примерно 0,5 %. Пробирный анализ осадков разложения проб показал отсутствие в них золота. Время анализа сокращается в несколько раз.

Допустимая погрешность экспрессных методов принимается на 50 % больше, чем допустимая погрешность химических анализов.

Спектральный анализ основан на получении и изучении спектра испускания или поглощения. Пробу вводят в атомизатор, испаряющий пробу, материал пробы диссоциирует, и свободные атомы (ионы) переходят в возбужденное состояние, испуская излучение, раскладываемое в спектр. Атомизатором может быть пламя газовой горелки, электрическая дуга постоянного или переменного тока, излучение лазера.

По интенсивности линий спектра излучения при эмиссионном анализе либо по интенсивности ослабления линий спектра при атомно-абсорбционном анализе судят о концентрации элемента в пробе.

Чувствительность спектральных методов доходит до 10^{-5} - 10^{-6} %. Возможно определение около 70 элементов.

Погрешность спектральных методов предопределяется погрешностью отбора навески.

Неразрушающие навеску методы анализа

Рентгеновский флуоресцентный анализ является универсальным элементным анализом, основанным на возбуждении и измерении интенсивности характеристических для каждого элемента линий вторичных спектров флуоресценции. При этом проба не разлагается, а лишь облучается рентгеновскими лучами. Анализ может проводиться как в воздухе, так и в воде. В связи со слабым флуоресцентным излучением элементов с малым атомным номером обычно возможности анализаторов по определению элементов начинаются с F, Na, Si, но чаще с Ca, Ti, Mn, Fe. Для использования анализа на более легких элементах пробу помещают в вакуумируемую ячейку.

Рентгеновские флуоресцентные анализаторы обеспечивают высокую скорость анализа, резко снижают его трудоемкость. Для элементов с атомными номерами от 12 до 26 диапазон измеряемых концентраций от $n \cdot 10^{-1}$ до 100 % и с номерами от 26 до 92 – от $n \cdot 10^{-3}$ до 100 %.

Метод используется как экспрессный с соответствующей допустимой относительной погрешностью определения элементов.

НПП «Буревестник» выпускает анализатор рентгенофлуоресцентный с полупроводниковым детектором БРА-18, предназначенный для элементного анализа твердых, порошкообразных и жидких проб. Диапазон определяемых элементов от Mg ($z = 12$) до U ($z = 92$). Методико-математическое обеспечение позволяет калибровать прибор, проводить количественный анализ, в том числе безталонный. Диапазон массовой доли анализируемых элементов от 0,001 до

100 %. Пределы обнаружения без выделения мономинеральных фракций $n \cdot 10^{-4}$ % (для легких элементов 10^{-3} - 10^{-1} %), время анализа одного образца 60 с, количество одновременно загружаемых образцов 16. Не требуется прессования сыпучих и герметизации жидких проб.

Разработка фирмы Innov-X Systems (США) [63]. Анализ проб крупностью 0,1 мм без распаковки проб через полиэтиленовую пленку, через бумагу.

Предел чувствительности 0,001 %. Позволяет определять 21 элемент: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Zr, Nb, Mo, W, Ta, Pb, Ag, Sn плюс четыре по выбору.

Активационные методы анализа заключаются в облучении пробы потоками нейтронов, γ -квантов, α -частиц и т. п. и измерении наведенной радиоактивности, т. е. интенсивности и энергетического спектра вторичного излучения. Для ряда элементов активационные методы позволяют выполнять анализ с более высокой чувствительностью – по сравнению со спектральным и рентгенофлюоресцентным методами.

8.3. Минералогический анализ

8.3.1. Приближенно-количественный минералогический анализ.

Аппаратура «Минерал С7» и «Видео-мастер»

Приближенно-количественный минералогический анализ определения формы нахождения и количества компонента в руде прост и оперативен.

Он состоит во фракционировании проб по плотности, магнитным (и другим) свойствам с последующим качественным и количественным определением состава фракций под оптическим микроскопом. Минералы диагностируют по их внешним признакам: цвету, форме кристаллов, а также с использованием микрохимических реакций, люминесценции и т. п.

Фракции анализируют шлиховым методом (иногда в сочетании с иммерсионным), а также шлифовым методом. При этом обычно шламы удаляют.

Анализ проводят на 500 зернах. Это обеспечивает порог обнаружения минералов 0,2 % (1/500). С увеличением степени концентрации минералов во фракции этот порог снижается:

Выход фракции, %	10	1	0,1	0,01
Порог обнаружения минерала, %	$2 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-5}$

Погрешность определения массовой доли какого-либо минерала по 500 зернам можно определить по формуле:

$$S_{\alpha}^2 = 2f \cdot S_{\kappa}^2 \cdot \rho \cdot \bar{d}^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right) = \frac{2f \cdot \rho \cdot \bar{d}^3}{q_{\text{кон}}} \cdot S_{\kappa}^2 = \frac{S_{\kappa}^2}{n}$$

Считаем $\frac{1}{q_{\text{нач}}} = 0$, а покусковая дисперсия:

$$S_{\kappa}^2 = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}} \cdot \alpha_{\text{м}} \cdot (1 - \alpha_{\text{м}}).$$

Здесь f – коэффициент формы;

S_K^2 – покусковая дисперсия;

$q_{\text{кон}}$ и $q_{\text{нач}}$ – конечная и начальная массы пробы;

ρ – плотность материала пробы;

ρ_m, ρ_p – плотность минерала и породы;

d – средний размер зерен;

n – число зерен;

d_m – массовая доля минерала.

Примем $\rho_m = \rho_p$, тогда

$$S_\alpha^2 = \frac{\alpha_m \cdot (1 - \alpha_m)}{n}$$

Относительная погрешность определения α_m :

$$P_\alpha = \frac{t \cdot S_\alpha}{\alpha_m} \cdot 100 = \frac{t \cdot \sqrt{\alpha_m \cdot (1 - \alpha_m)}}{\alpha_m \cdot \sqrt{n}} \cdot 100 = 9 \cdot \sqrt{\frac{1 - \alpha_m}{\alpha_m}}$$

Здесь n – число зерен, $n = 500$;

β_m – массовая доля минерала в чистом зерне, $\beta_m = 1$;

α_m – массовая доля минерала в руде, доли единиц;

t – коэффициент Стьюдента;

ρ_m, ρ_p – плотности минерала и породы.

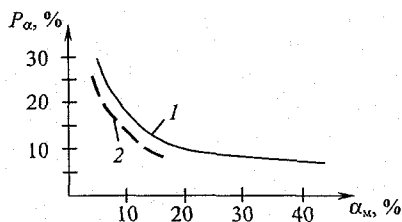


Рис. 8.1. Зависимость P_α от α_m для приближенно-количественного анализа:

1 – по формуле $P_\alpha = 9 \cdot \sqrt{(1 - \alpha_m) / \alpha_m}$;

2 – по справочнику

На рис. 8.1 показано изменение относительной погрешности для этого анализа от массовой доли минерального компонента. Видим, что погрешность определения массовой доли при этом велика во всем диапазоне изменения массовых долей, поэтому такой анализ и называется приближенно-количественным. Однако его роль в связи с универсальностью и простотой чрезвычайно велика.

В работе [64] наглядно показана роль крупных зерен (рис. 8.2). Небольшое их количество содержит основную

массу ценного компонента. В работе [65] показано, что если одно зерно алмаза диаметром 5 мм соответствует 1 карату, то для получения 1 карата из зерен крупностью 0,5 мм необходимо 400 зерен.

В настоящее время текстура и структура руд могут быть изучены более детально с помощью компьютерной обработки изображений шлифов на установке «микроскоп – компьютер – принтер». Компьютерная обработка позволяет получить большее число характеристик, чем это определяется обычным образом.

Изучение текстур и структур руд эффективно выполняется автоматическими анализаторами изображений, которые в сканирующем режиме измеряют, обрабатывают и представляют в виде гистограмм и их числовых характеристик

многие характерные показатели текстур и структур. В большинстве случаев это сопровождается фазовым анализом аншлифов, шлифов и шлиховых проб.

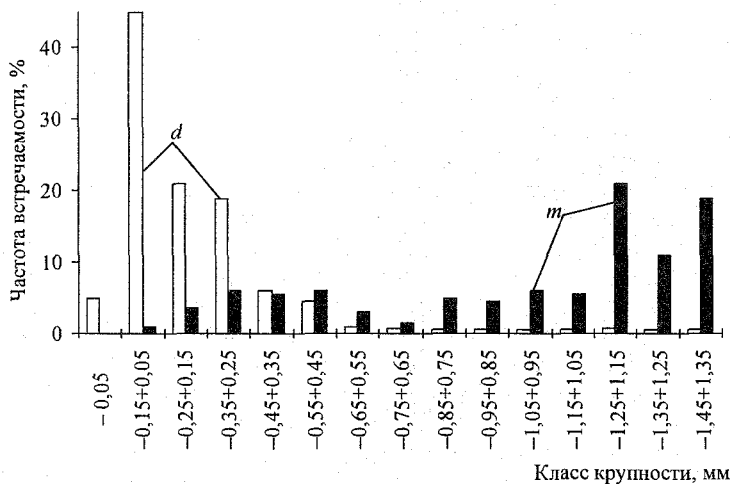


Рис. 8.2. Распределение зерен хромита в руде по размерам (*d*) и массе (*m*)

Набор измеряемых характеристик может быть очень большим – 2-3 десятка. Наиболее употребительные:

- размеры зерен минералов;
- площади зерен минералов;
- показатели формы зерен;
- фрактальные характеристики (шероховатость поверхности зерен).

В работе [66] изучена фрактальная размерность в полированных шлифах с помощью системы компьютерного анализа изображений «Видеотест» и по зарисовкам. Найдено, что раскрываемость зерен тесно связана с фрактальной размерностью межзеренных границ (шероховатостью) – чем она больше, тем ниже раскрываемость минеральных зерен.

К современным установкам «микроскоп – компьютер – принтер» для анализа структуры и микротекстур предъявляются технические требования, которые определяют пригодность использования установки в промышленных условиях. Установка должна быть оснащена набором оптических устройств, достаточным для количественного анализа микроструктурных показателей шлифов, аншлифов и шлиховых проб.

Наиболее употребительные оптические устройства для микротекстуальных исследований:

- для анализа прозрачных шлифов – рудный микроскоп проходящего света;
- для анализа аншлифов – рудный микроскоп отраженного света;
- для анализа шлиховых проб – широкопольный стереомикроскоп.

Для минералогического анализа прозрачных шлифов требуется рудный микроскоп, оснащенный системой проходящего поляризованного света, николями и компенсаторами для поляризационных исследований, вращающимся центрируемым столиком и центрируемыми объективами. Данная разновидность анализа применяется преимущественно для количественной оценки структуры, текстуры и фазового анализа нерудных минералов, имеющих характерную интерференционную окраску в поляризованном свете (например, кварц, полевые шпаты, слюдистые минералы).

Для минералогического анализа аншлифов требуется рудный микроскоп, оснащенный системой отраженного света. В ряде случаев, когда возникает необходимость увеличения производительности минералогического анализа, дополнительно устанавливается автоматический сканирующий столик. Данная разновидность анализа применяется преимущественно для количественной оценки структуры, текстуры и фазового анализа рудных минералов.

Особо следует подчеркнуть, что изображения аншлифов, которые наблюдаются в минералогический микроскоп, отличаются от изображений, которые система ввода изображений (цифровая камера) выводит на компьютерный монитор. Например, если аншлиф представляет собой измельченную руду, залитую в смолу (шеллак), то при низкой яркости изображения становится затруднительным различить на компьютерном мониторе нерудные минералы, которые не отличаются от фона аншлифа (смолы заливки). При увеличении яркости изображения искажается окраска рудных минералов. Поэтому рудные и нерудные минералы должны быть специальным образом переданы средствами системы ввода изображений (цифровая камера и управляющие программы), чтобы при компьютерной обработке одновременно выполнялось два условия:

- естественная цветопередача рудных минералов;
- нерудные минералы контрастно выделены на фоне аншлифа (смолы заливки).

Если выполняется только одно из условий, то при компьютерной обработке возникают два типа существенных ошибок, искажающих результаты компьютерного фазового анализа:

- рудные минералы неверно диагностируются по цвету – ошибка в компьютерном расчете минерального состава руды;
- нерудные минералы не будут обнаружены – ошибка в определении степени контрастности руды, показателей раскрываемости минералов в руде и т. д.

Для минералогического анализа шлиховых проб требуется широкопольный стереомикроскоп, оснащенный системой отраженного света без бликов. Рудный микроскоп «плюсового поля» менее подходит для анализа шлиховых проб, так как имеет узкое поле зрения (до 2 мм) и различает плоские объекты на шлифах, в то время как широкопольный стереомикроскоп имеет широкое поле зрения (до 40 мм) и различает объемные зерна ($> 0,2$ мм) с большой глубиной резкости. В ряде случаев также возможна установка автоматического сканирующего столика.

Шлиф – тончайший (0,02-0,03 мм) срез горной породы, при котором минералы становятся прозрачными, что позволяет распознать их. Чтобы изгото-

вить шлиф, выполняют подшлифовку одной поверхности штуфа (кусочка породы), наклеивают ее на предметное стекло и затем стачивают избыток толщины кусочка до получения пластинки толщиной 0,02-0,03 мм. Сверху наклеивают покровное стекло. Клеем служит канадский бальзам (вид живицы). Шлиф без покровного стекла полируется.

Аншлиф – срез горной породы, пришлифованный и отполированный с одной стороны, изучаемый в отраженном свете.

Качественная гранулометрическая характеристика минералов определяется путем измерений сечений зерен с определением интервала колебаний и преобладающей крупности. Количественную гранулометрическую характеристику получают при массовом измерении сечений зерен с построением гистограмм (частных характеристик крупности) и распределений и суммарных (кумулятивных) характеристик.

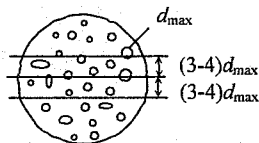


Рис. 8.3. Линии определения размеров зерен в шлифе

Для определения размеров зерен проводят три линии: одну в середине шлифа (рис. 8.3), а две другие – на расстоянии, в 3-4 раза большем, чем размер максимальных зерен, по обе стороны от средней. Размеры распределяют по классам > 0,2 мм; 0,2-0,1 мм; 0,1-0,071 мм; 0,071-0,045 мм; 0,045-0,03 мм и < 0,03 мм. В наибольшем классе (> 0,2 мм) необходимо фиксировать отдельные размеры всех зерен.

Контроль измерений выполняется повторными измерениями на 1-2 шлифах. Расхождение не должно превышать 10 %.

Целесообразно использовать автоматический сканирующий анализ изображений с построением гистограмм – частных характеристик гранулометрического состава.

Одновременно проводится кристалломорфологический анализ (описание формы кристаллов) по срезам с последующей экстраполяцией на объем.

Измерения сечений объемных тел не дают истинной картины гранулометрического состава зерен. Действительно, пусть сечение прошло так, как указано на рис. 8.4. В плоскости аншлифа (или в шлифе) получим три равные по размеру сечения разных по объему зерен.

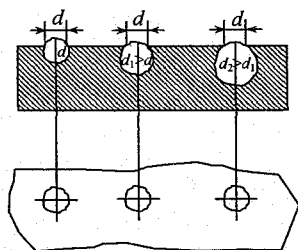


Рис. 8.4. Появление сечений одного размера при срезе зерен разных размеров

Существуют формулы, позволяющие исправить рассматриваемую картину. Одна из простейших позволяет скорректировать измеренный средний размер зерен [7]:

$$\bar{d}_{\text{ист}} \cong \bar{d}_{\text{изм}} / 0,785 = 1,27 \bar{d}_{\text{изм}}.$$

В более сложном случае следует учитывать, что размер зерен каждого класса будет лишь частично наблюдаться в этом классе, другая же часть будет наблюдаться в более мелких классах. Для шкалы сит с модулем 2 это распреде-

ление составляет следующие числа: 0,745; 0,198; 0,043; 0,01; 0,003, т. е. зерна любого размера будут наблюдаться в своем классе лишь в 74,5 % случаев. С учетом этой закономерности можно внести поправки в измерения величин классов (рис. 8.5):

$$n_k = n_{k \text{ ИЗМ}} / 0,745 = 1,34 n_{k \text{ ИЗМ}};$$

$$n_{k-1} = 1,34 \cdot (n_{k-1 \text{ ИЗМ}} - 0,198 n_k);$$

$$n_{k-2} = 1,34 \cdot [n_{k-2 \text{ ИЗМ}} - (0,198 n_{k-1} + 0,043 n_k)];$$

$$n_{k-3} = 1,34 \cdot [n_{k-3 \text{ ИЗМ}} - (0,198 n_{k-2} + 0,043 n_{k-1} + 0,01 n_k)];$$

$$n_{k-4} = 1,34 \cdot [n_{k-4 \text{ ИЗМ}} - (0,198 n_{k-3} + 0,043 n_{k-2} + 0,01 n_{k-1} + 0,003 n_k)].$$

Здесь n_k — число зерен самого крупного класса.

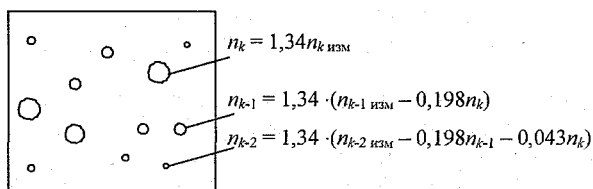


Рис. 8.5. Коррекция видимой картины

После расчета истинных чисел зерен нужно пересчитать эти числа на массу класса и найти доли классов.

Особо следует отметить, что при равных технических возможностях оптических устройств определяющим фактором для компьютерного минералогического анализа является качество подготовки поверхности шлифа и аншлифа. В ряде случаев некачественная подготовка шлифов и аншлифов существенно ограничивает применение методов компьютерного минералогического анализа ввиду появления на шлифах и аншлифах неустраиваемых изъянов (царапины, выкрашивания, неравномерная освещенность поля зрения и т. д.).

Из отечественных установок, отвечающих техническим требованиям и оснащенных описанным набором оптических и электронных устройств, следует выделить анализатор фрагментов микроструктуры твердых тел «Минерал С7».

Современный анализатор фрагментов микроструктуры твердых тел «Минерал С7» представляет собой роботизированную систему, состоящую из автоматических систем подготовки шлифов и аншлифов, оптической системы с оптическими устройствами для микроскопов шлифов, аншлифов и шлиховых проб, системы ввода изображений с раздельной обработкой рудных и нерудных минералов, компьютера с управляющими программами и системы вывода результатов. Анализатор выдает по каждому параметру минимальное, максимальное, среднее, медианное и суммарное значения, а также гистограммы и графики в линейном и логарифмическом масштабах, кумулятивные кривые

и т. д. Измерения производятся на шлифах, аншлифах и шлиховых пробах. Анализатор «Минерал С7» выпускается фирмой СИАМС, г. Екатеринбург.

Известна также разработка «Видео-мастер» (Москва), с помощью которой определяются следующие параметры [24].

Структурные параметры руды: длина зерен, ширина зерен, удлиненность (отношение длины к ширине), периметр контура зерна в плоскости сечения, площадь зерен, в том числе детектируемая (без пустот и посторонних включений), фактор формы (округлость зерен), кривизна границ, скважность границ (доля пустот и посторонних включений), ориентация зерен, их проекции, яркость зерен, количество положительных и отрицательных углов.

Структурно-технологические параметры руды: интервал крупности начала раскрытия зерен и его окончания (минимальный и максимальный размер по длине и ширине раскрытых зерен), степень раскрытия руды с учетом удельного веса минералов, распределение сроков по минеральному составу и качеству (по доле площади зерна в сростке).

Режимно-технологические параметры руды: минеральный состав, granulometric состав, начало раскрытия, степень контрастности технологических свойств.

Результурующие технологические параметры: максимально достижимые технологические показатели, технологические потери, глубина обогащения, принципиальная схема обогащения, режим рудоподготовки. Результирующие технологические параметры определяются с использованием различных банков данных.

8.3.2. Полный количественный минералогический анализ

Полный количественный минералогический анализ проводится при детальном изучении проб. По своей сути это рациональный комплекс оптико-минералогического и других, как правило, аппаратурных методов фазового анализа.

Универсального метода, позволяющего определить и измерить наличие любой минеральной формы в любом образце, не существует. Поэтому и проводится полный количественный минералогический анализ, предполагающий разумное и рациональное использование различных методов фазового анализа, обеспечивающее в итоге решение задачи.

Материал рассеивают на 3-4 класса крупности, из которых изготавливают по одной или несколько для крупных классов пар препаратов шлиф и аншлиф.

Кусковой материал и изготовленные из него шлифы и аншлифы используются для диагностики и микрохарактеристики слагающих руду минералов и их взаимосвязи. Наиболее характерные шлифы и аншлифы фотографируются. По результатам оптического изучения шлифов и аншлифов кускового материала составляется петрографическое и минералогическое описание руды и слагающих ее минералов. Эти данные дополняются результатами других методов исследования, для выполнения которых обычно используются мономинеральные фракции.

Шлифы и аншлифы используются для количественных подсчетов характеристик минерального состава, которые проводят в каждом классе и затем обобщают. Желательно включать в анализ и шламы.

Для оценки полноты определения фазового состава используется баланс элементов, состоящий в сравнении результатов элементного анализа α_x с данными фазового анализа по формуле:

$$\alpha_x = \sum_i \alpha_{mi} \beta_{mi},$$

где α_{mi} – массовая доля i -го минерала (i -й минеральной фазы);

β_{mi} – массовая доля компонента в минерале по минералогической формуле или по оценке в мономинеральной фракции.

Расчет баланса нужен для выявления минералов-концентраторов, для определения степени рассеивания компонентов среди минеральных фаз руды.

Относительное количество недиагностируемого минералогическими методами компонента определяется по формуле:

$$\Delta = \frac{K_x - K_m}{K_x} \cdot 100 \% \quad \text{или} \quad \Delta = \frac{\alpha_x - \sum_i \alpha_{mi} \cdot \beta_{mi}}{\alpha_x} \cdot 100 \%,$$

где K_x , K_m – количества компонента, определенные химическим и минералогическим путем.

Для руд, содержащих 1-10 % ценного компонента, расхождение, равное 10-20 %, считается удовлетворительным. Значение Δ должно быть положительным.

Количественный подсчет минералов в средней пробе проводят визуальным точечным, площадочным или линейным методами.

Аппаратурные методы привлекаются по мере необходимости:

– при количественной оценке минералов с близкими физическими свойствами, анализе тонких классов, включая шламы, продуктов обогащения – метод РКФА (рентгенографический количественный фазовый анализ);

– для рентгеноаморфных и аморфных – метод ИКС (инфракрасная спектроскопия);

– при анализе тонкодисперсных руд с термоактивными минералами – метод ДТА (дифференциально-термический анализ);

– для минералов железа – магнитометрический и т. п.

Во всех случаях возможно применение химического анализа. В методиках конкретного экспрессного минералогического анализа отдельные процедуры могут быть упрощены: уменьшено число классов крупности, исключено фракционирование.

8.3.3. Аппаратурные методы диагностики и количественного определения минералов

Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) обеспечивает диагностику всех раскристаллизованных минеральных фаз в пробе с размерами кристаллов более 0,01 мкм и массовой долей более 0,5 %.

Диагностику лучше всего проводить на мономинеральных фракциях.

Образец в виде порошковой пробы массой 30-300 мг и крупностью 5-10 мкм (рис. 8.6, а) облучается *монохроматическим* рентгеновским лучом с известной длиной волны λ .

Рассеянные плоскостями кристалла (дифракционные) лучи дают интерференционную картину. Максимум интенсивности излучения будет наблюдаться для лучей, отраженных под углом θ , согласно условию Вульфа – Брэгга:

$$2d\sin\theta = m\lambda,$$

где m – целое число.

Отсюда $d = m\lambda / 2\sin\theta$.

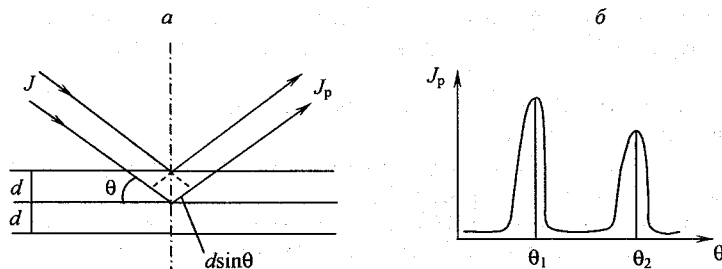


Рис. 8.6. Дифракционный анализ:
а – к получению уравнения Вульфа-Брэгга; б – дифрактограмма

Все кристаллы отличаются друг от друга, и для каждого из них имеется свое, характерное расстояние d между кристаллическими плоскостями.

Так как d для ряда кристаллов могут быть близки, вычисляют несколько характерных размеров (2-5), и по этому набору по справочникам (картотекам) определяют, какой же минерал находится в пробе.

Когда ясно, с какими минералами мы имеем дело, можно выполнить количественный фазовый анализ, определяя интенсивность характеристической линии дифрактограммы J_{pi} (рис. 8.6, б), которая связана с массовой долей α_i минерала:

$$J_{pi} = K_i \cdot \alpha_i,$$

где K_i – индивидуальный коэффициент i -го минерала, устанавливаемый при изучении мономинеральной фракции.

Относительная среднеквадратичная погрешность метода около 10 %. Если $\alpha_i < 0,5 \%$, то при количественном определении нужно выделять минералы во фракции. Хорошие результаты дает фракционирование по плотности.

РКФА проводится на дифрактометрах.

В настоящее время для целей диагностики и количественного определения минералов НПП «Буревестник» выпускается дифрактометр рентгеновский общего назначения ДРОН-7. Количественный фазовый анализ смеси выполняется несколькими различными методами (метод внутреннего стандарта, метод

добавок, метод разбавления и т. п.), а определение минерала выполняется в автоматическом режиме по базе поиска.

Инфракрасная спектроскопия. Инфракрасная спектроскопия ИКС решает те же задачи, что и РКФА, но с расширенными возможностями, так как позволяет идентифицировать кристаллические материалы с меньшими, чем 0,01 мкм, размерами кристаллов вплоть до аморфных. Использует инфракрасный диапазон излучения $10^3 \div 10^6$ нм ($1 \div 1000$ мкм).

ИКС основана на индивидуальности спектра поглощения (отражения) каждой минеральной фазы, что позволяет определить ее по атласам ИК-спектров. Чувствительность от 1 до 20 %.

Так как обычно в пробе имеется несколько минералов, то применяют принцип суперпозиции, определяя минерал по характеристическим полосам поглощения.

Количественный ИК-анализ имеет допустимую относительную среднеквадратичную погрешность 10 %.

Термический анализ. Применяется для диагностики термоактивных минеральных фаз.

Термоактивные минеральные фазы – это фазы, в которых с изменением температуры протекают реакции, связанные с изменением энтальпии (теплосодержания): испарение, сублимация, перестройка кристаллической решетки, дегидратация, разложение, окисление, восстановление, плавление. Изменение энтальпии равно количеству теплоты, подводимой к телу или отводимой от него.

Например, для кварца характерен эндотермический эффект полиморфного превращения при 573 °С, для кальцита – эндотермический эффект диссоциации до СаО при 800-1000 °С; для биотита – экзотермический эффект окисления двухвалентного железа при 600-900 °С и эндотермический эффект выделения конституционной воды и разложения при 1000-1200 °С.

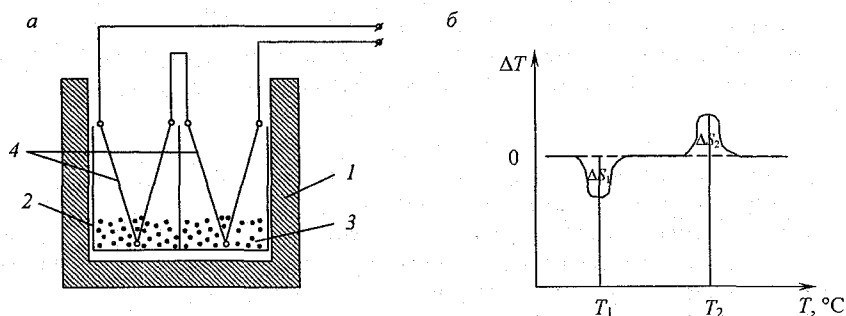


Рис. 8.7. К объяснению термического анализа:

а – схема измерения; б – термограмма

Дифференциально-термический метод анализа (рис. 8.7, а) заключается в нагреве в электрической печи 1 в кюветках одновременно двух образцов – испы-

тупевого 2 и эталонного 3 с измерением с помощью термопар 4 разности температур. Масса навески 500-900 мг. Нагрев ведут с постоянной скоростью изменения температуры эталонного образца от 20 до 1100 °С. Тогда при эндотермических эффектах разность температур будет отрицательной (рис. 8.7, б), а при экзотермических – положительной.

Расшифровка термограммы проводится с помощью справочных таблиц.

Количественный анализ возможен, если предположить, что площадь ΔS термограммы, связанная с тем или иным эффектом, пропорциональна массе вызывающего эффект компонента:

$$\Delta S = b \cdot K = b \cdot \alpha_m \cdot q$$

или

$$\alpha_m = \frac{\Delta S}{b \cdot q},$$

где q – масса навески;

K – масса компонента;

b – экспериментально устанавливаемый коэффициент;

α – массовая доля минерала.

Обычно приборы (дериватографы) фиксируют изменения во времени нескольких кривых: температуры T , разности температур испытуемого образца и эталона ΔT ; массы образца q (термогравитационный анализ) и изменения массы образца Δq (дифференциальный термогравитационный анализ).

В некоторых случаях термический анализ совмещается с газовой хроматографией, позволяющей определить состав отходящих газов и, следовательно, выявить, с чем связана потеря массы: H_2O ; CO_2 ; SO_3 и т. п. Необходимо также сочетание с другими методами для уверенной идентификации термоэффектов.

Дополнительно перечислим виды фазового анализа, ориентированные на узкий круг минералов:

– *магнитометрический*, позволяющий определять массовую долю магнетита в поле насыщения магнетита;

– *воздушный*, позволяющий выделить и взвесить частицы, отличающиеся от других по форме и, соответственно, поведению в восходящих потоках воздуха (асбест, слюда);

– *люминесцентный*, позволяющий выделить и отобрать зерна люминесцирующих минералов (таких около 150);

– *фотометрический*, позволяющий оценить состав и качество пробы по спектру отражения видимого света и его интенсивности (каолин, темноцветные минералы);

– *адгезионно-липкостный*, позволяющий выделить минералы, селективно прилипающие к какой-либо поверхности (асбест – к волосным щеткам, алмазы – к жировым поверхностям).

– *термохимический метод*, позволяющий определить массовую долю цеолитов в пробе по реакции регидратации цеолита. Навеску нагревают до 500° и дегидратируют минералы. При возврате воды происходит регидратация цеолита с выделением тепла, количество которого и измеряется. Название «термохимический» имеют также методы определения алмазов, золота путем сплавления

пробы с пиросернистым калием с последующим ее растворением водой и выделением частиц алмазов и золота.

8.3.4. Вспомогательные методы анализа

Электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ состоит в облучении и анализе микрообъема вещества пробы – несколько $\mu\text{м}^3$. Обычно совмещается с осмотром участка облучения с помощью микроскопа. Облучение ведут пучком электронов диаметром 1 $\mu\text{м}$ и даже до 0,2-0,1 $\mu\text{м}$. Глубина проникновения электронов 2 (Cu) – 50 (Al) $\mu\text{м}$. Определение элементов производится по рентгенофлуоресцентному излучению.

С помощью зондового анализа можно установить локализацию элементов, разновидности минеральных фаз, выделить участки размером около 5 $\mu\text{м}$, следовательно, определить наличие микровключений.

Электронная микроскопия. Наименьшее расстояние, которое можно разрешить с помощью светового микроскопа при длине световой волны 0,4-0,7 $\mu\text{м}$ для средней части видимого спектра, равно 0,2 $\mu\text{м}$ (примерно 1/3 длины волны). Электронные лучи имеют длину волны на 5 порядков меньше световой, что позволяет разрешать расстояние около 1 Å . Это значит, что с помощью электронного микроскопа можно увидеть строение коллоидных частиц, кристаллические решетки минералов, в целом вплотную подойти к изучению вещества на атомарном уровне. Длина волны электронных лучей, Å :

$$\lambda = 12,25/\sqrt{U}.$$

Здесь U – напряжение в вольтах. Обычно $U = 50-100$ кВ.

Это выражение все объясняет. Например, если $U = 100000$ В, то $\lambda = 12,25/\sqrt{100000} = 0,04 \text{ Å}$, 1/3 этой длины волны составляет 0,013 Å . В частности, фибриллы асбеста имеют наружный диаметр 30-40 нм, внутренний 5-7 нм, т. е. могут быть успешно изучены.

8.3.5. Химический фазовый анализ

Химический фазовый анализ (ХФА) применяется для количественного определения массовой доли минеральных фаз, предварительно установленных или диагностированных каким-либо другим методом – РКФА, ИКС, оптической микроскопией, в т. ч. люминесцентной.

Основа ХФА – селективное растворение конкретной минеральной фазы с последующим расчетом на основе идеализированной химической формулы. Селективные растворители подбираются на мономинеральных фракциях. Как правило, растворители и методики растворения подбираются для конкретных рудных объектов индивидуально (рис. 8.8) [67].

Особенностью ХФА является его высокая точность определения элемента в растворе, но точность определения минеральной фазы не так высока, так как при растворении растворяются все минеральные фазы (хотя бы немного), а не только определяемая; растворение также может быть неполным. Методики

ХФА не универсальны и требуют методических разработок или доработок для каждого типа минерального сырья. При этом сохраняется высокая чувствительность метода, превышающая чувствительность других физических методов. Это позволяет использовать ХФА для бедных продуктов. Точность около 10 %.

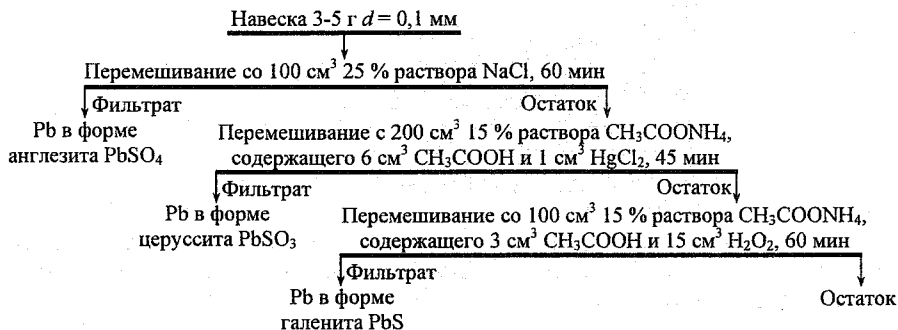


Рис. 8.8. Схема химического фазового анализа на минералы свинца

Продолжительность фазового анализа 1-3 дня.

Методика ХФА разработана практически для всех руд.

8.3.6. Погрешности минералогического анализа

Количественное определение минералов связано с достаточно большой относительной погрешностью. В п. 8.3.1 было показано, что относительная погрешность приближенно-количественного минералогического анализа начинается с величины около 10 %, составляя для массовых долей менее 5 % 30 % и более. Меньшие, но тоже значительные погрешности имеет полный количественный минералогический анализ (табл. 8.2, рис. 8.9) [68].

Таблица 8.2

Допустимые относительные отклонения определения массовой доли минерала (ВИМС)

$\alpha_m, \%$	$S_{\text{доп}} = \frac{S_{\alpha_m}}{\alpha_m} \cdot 100, \%$	$P_{\text{доп}} = \frac{2S_{\alpha_m}}{\alpha_m} \cdot 100, \%$
> 70	4	8
40 - 70	5	10
20 - 40	8	16
10 - 20	10	20
5 - 10	12	24
1,5 - 5	13	26
0,5 - 1,5	15	30
0,15 - 0,5	18	36
0,05 - 0,15	25	50

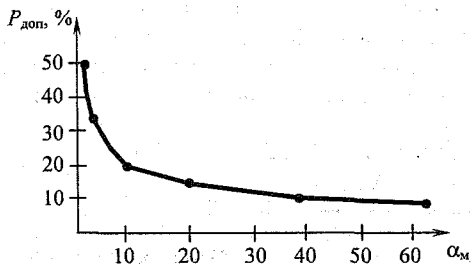


Рис. 8.9. Зависимость $P_{доп}$ от α_m (по табл. 8.2)

Ранее было сказано, что проверка качества минералогического анализа выполняется по балансу элементов. Если баланс не сходится, следует привлекать дополнительные виды минералогического анализа.

8.4. Составляющие погрешности анализа проб

Подготовленный материал поступает в аналитическую лабораторию в так называемом пакете (это может быть и мешок, и ящик в зависимости от вида материала и анализа). При этом масса материала в пакете превышает массу, необходимую для анализа, во много раз. Это приводит к необходимости выполнения уже в аналитической лаборатории операций сокращения для отбора навески. При этом степень сокращения очень большая: $l = 50 - 1000$.

Анализ выполняется после отбора навески, обычно на нескольких навесках.

Сам анализ выполняется с погрешностью, предопределяемой методикой анализа или аппаратурной погрешностью прибора, анализирующего навеску.

Анализ, включающий как отдельные технологические операции – отбор навески и собственно анализ, сопровождается также всеми видами погрешностей, а именно:

- систематической;
- случайной;
- вероятной систематической;
- методической.

Эти погрешности присущи как элементному, так и минералогическому анализу.

В итоге погрешность анализа $\Delta\alpha_{ан}$:

$$\Delta\alpha_{ан} = \Delta\alpha_{ан\ сис\т} + \Delta\alpha_{ан\ сл} + \Delta\alpha_{ан\ всп} + \Delta\alpha_{ан\ мет.}$$

Систематическая погрешность анализа возникает, если отбор навески осуществляется с систематической погрешностью и если сам анализ сопровождается систематической погрешностью:

$$\Delta\alpha_{ан\ сис\т} = \Delta\alpha_{ан\ нав} + \Delta\alpha_{ан\ метода}$$

Установлено, что сухие пробы в естественном виде подвержены сегрегации в течение всего времени уплотнения материала, а также, если материал подвержен механическим воздействиям, например, находится на вибрирующем основании. В промышленных условиях вибрации подвержен каждый элемент конструкции здания, поэтому пробы всегда подвержены воздействию вибрации. Это значит, что нет оснований полагать, что проба в пакете, от которого отбирается навеска, всегда хорошо (тщательно) перемешана.

С целью определения фактической картины распределения зерен минерала в навеске выполнен опыт [10], состоящий в том, что пробу помещали в кювету и получали радиографию предварительно радиоактивированных частиц золота. На рис. 8.10 приведены зарисовки этих радиографий. Видим, как неравномерно распределилось золото в кювете, наполненной дробленным до 1 мм материалом. Но и кювета с материалом аналитической крупности (-0,071 мм) также заполнена золотиной неравномерно. Такое заполнение кюветы отражает исходную неравномерность материала и его сегрегацию уже в процессе формирования навески.

Вероятная систематическая погрешность возникает только в процессе отбора навески и связана с тем, что в навеску отбирается небольшое число микрпорций.

Методическая погрешность возникает вследствие отбраковки результатов, выходящих за допустимые пределы.

Распределения же массовой доли в навесках могут быть такими, что значительная часть анализов будет в соответствии с методикой анализа забракована. Было установлено, что в параллельных навесках одной и той же пробы на благородные металлы отдельные определения превышали средние значения более чем в 3 раза, а в балансе металлов при обогащении руды обнаруживались систематические плюсовые невязки [22]. По нормам допустимых расхождений (10 % относительных) результаты ураганных определений считаются ошибками анализа и исключаются из дальнейших расчетов. Мы же, зная асимметричность распределений, должны сделать вывод, что именно такое исключение является ошибкой.

Случайная погрешность анализа также сложится из двух составляющих: погрешности отбора навески $S_{\text{нав}}^2$ и погрешности метода анализа $S_{\text{М}}^2$:

$$S_{\text{ан}}^2 = S_{\text{нав}}^2 + S_{\text{М}}^2.$$

Если анализ выполняется на $n_{\text{нав}}$, результат которых усредняется, а измерение на приборе массовой доли одной навески выполняется $n_{\text{М}}$ раз, результаты которых также усредняются, то случайная погрешность анализа, выдаваемого аналитической лабораторией, будет такой:

$$S_{\text{ан}}^2 = \frac{1}{n_{\text{нав}}} \cdot \left(S_{\text{нав}}^2 + \frac{1}{n_{\text{М}}} \cdot S_{\text{М}}^2 \right).$$

Соотношение между двумя составляющими погрешностей может быть самым различным.

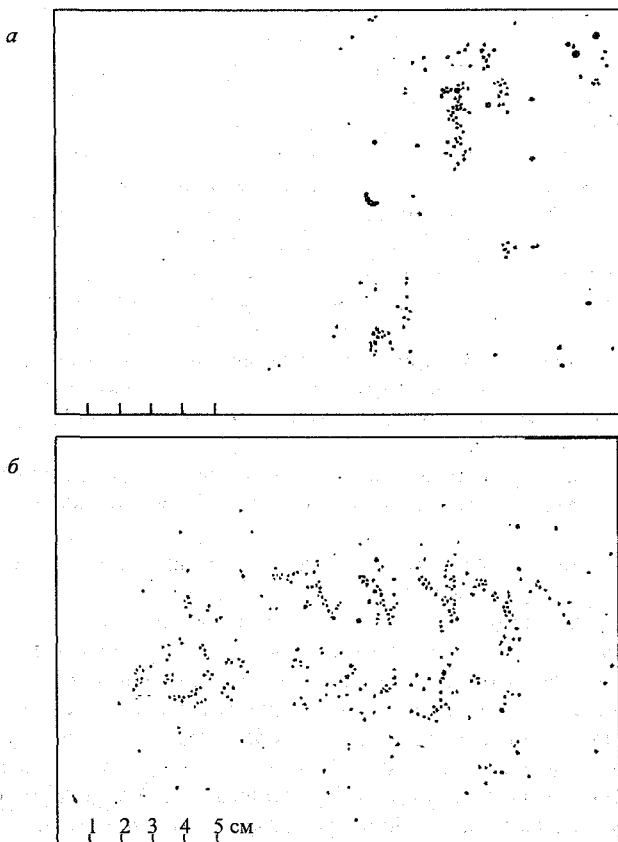


Рис. 8.10. Распределение золотин в материале обработанной пробы жильного кварца (зарисовка радиографии):
а – дробление (-1 мм); *б* – измельчение (-200 меш.)

Но, естественно, если метод анализа или прибор очень точен, то погрешность анализа будет предопределяться погрешностью отбора навески.

Более того, в связи с асимметрией распределения массовой доли в пробах (а навеска, направляемая на анализ, – это проба), в процессе анализа появляется вероятная систематическая погрешность, а также методическая погрешность как обязательная в связи со стандартизацией методик анализа и обработки результатов.

Относительная погрешность анализа:

$$P_{\text{ан}} = \frac{t \cdot S_{\text{ан}}}{\alpha} \cdot 100$$

обычно включает в себя все составляющие формулы $S_{\text{ан}}$.

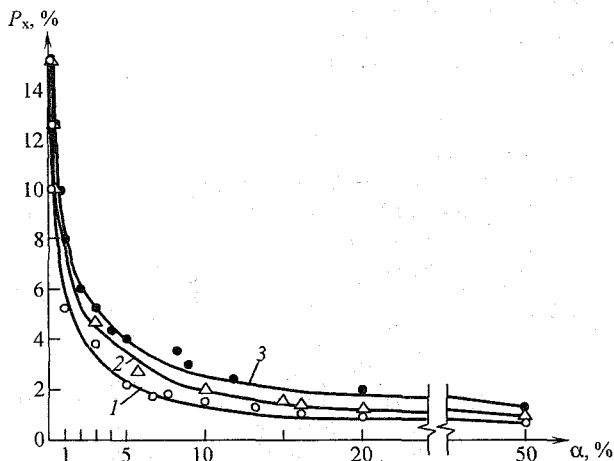


Рис. 8.11. Относительная случайная погрешность P_x химических методов анализа массовой доли α металлов в рудах и концентратах цветных металлов:
1 – медь; 2 – свинец; 3 – цинк

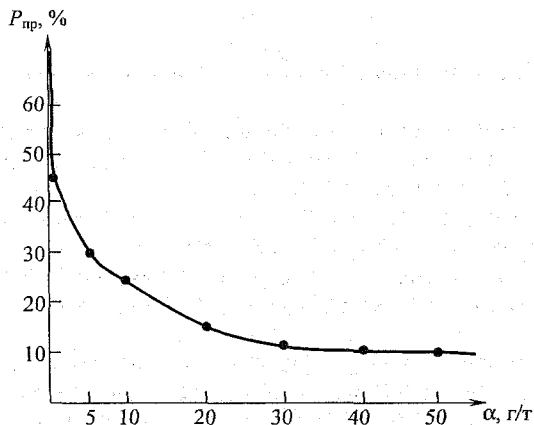


Рис. 8.12. Относительная случайная погрешность $P_{пр}$ пробирных методов при определении массовой доли α золота в продуктах обогащения

Зависимость реальных относительных погрешностей химических методов анализа от массовой доли компонента в продуктах обогащения приведена в работе [6] (рис. 8.11 и 8.12).

Эти зависимости отражают предел погрешности, получаемой при анализе. Фактическая погрешность конкретного анализа, как правило, меньше.

В работе [69] приведены среднеквадратичные погрешности анализа S_{p-x} проб технологической крупности 30-99 % класса $-0,044$ мм и проб, измельченных до 90 % класса $-0,044$ мм (табл. 8.3).

Таблица 8.3

Среднеквадратичные погрешности S_{p-x}
(разности между рентгеноспектральным и химическим анализами)
для проб, анализируемых рентгеноспектральным анализом,
различной крупности: технологической и измельченных

α_{Cu} , %	Технологическая крупность $S_{\alpha_{Cu}}$, %	Измельченная проба $S_{\alpha_{Cu}}$, %	α_{Mo} , %	Технологическая крупность $S_{\alpha_{Mo}}$, %	Измельченная проба $S_{\alpha_{Mo}}$, %
0,15	0,02	0,01	0,007	0,001	0,001
0,9	0,04	0,02	0,020	0,002	0,001
3,5	0,20	0,10	0,090	0,010	0,010
10,0	0,45	0,35	0,160	0,020	0,020
16,0	0,55	0,35	4,000	0,240	0,240
34,0	0,70	0,70	0,070	0,010	0,010

Достигнутые относительные погрешности на рентгеноспектральных анализаторах: $\alpha < 1$ %, $P_\alpha > 12$ %; $\alpha = 1-6$ %, $P_\alpha = 8$ %; $\alpha = 6-20$ %, $P_\alpha = 6$ %; $\alpha > 20$ %, $P_\alpha = 4$ %.

8.5. Систематическая погрешность анализа

Анализ является такой составляющей опробования, которая представляется максимально изученной и контролируемой. Однако это относится в основном к составляющей метода анализа S_m .

С целью исключения систематической погрешности (проверки правильности анализа) развито применение стандартных образцов.

Так, существуют стандартные образцы на цинковый, медный, свинцовый, пиритный концентраты и даже на хвосты, приготовленные для конкретного предприятия.

Правильность анализов определяется также с помощью внешнего контроля. Для этого пробы направляют на анализ в лаборатории других организаций.

Систематическая погрешность анализов связана с качеством реактивов и субъективными погрешностями в работе лаборантов, в том числе при использовании градуировочных графиков [6].

С систематической погрешностью может быть связана операция отбора навески от пакета. Так, как бы ни был тонко измельчен материал для анализа, он состоит из зерен различной крупности и плотности и, следовательно, подвержен сегрегации. Сегрегация материала, подлежащего анализу, происходит в процессе его пересыпания, а также в процессе пребывания на столе при отборе навески за счет микровибраций стола, даже если они кажутся неощутимыми. Если эта неравномерность носит постоянный характер, например, за счет вер-

тикальной составляющей сегрегации, то получим систематическую погрешность анализа, возникшую на этапе отбора навески.

8.6. Случайная погрешность анализа

8.6.1. Случайная погрешность отбора навески для анализа

Случайная погрешность отбора навески для анализа определяется по формуле сокращения массы пакета до массы навески:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2f \cdot S_{\text{к нав}}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{нав}}} - \frac{1}{q_{\text{пак}}} \right).$$

В этой формуле известными являются все величины, кроме массы навески $q_{\text{нав}}$.

Масса навески, используемой для анализа, не всегда является известной величиной.

Можно считать, что масса навески является известной величиной при химических методах анализа, в том числе при пробирном анализе, активационном анализе, при методах анализа с полным извлечением определяемого компонента из навески (асбест, драгоценные камни).

Менее определенной является масса навески при рентгенофлуоресцентном анализе, так как масса материала, возбуждаемая рентгеновскими лучами, а также генерирующая вторичное флуоресцентное излучение, обычно может быть оценена лишь ориентировочно.

Значительно меньшей, чем считается, может быть навеска при спектральных методах анализа, так как атомизируется небольшая часть помещаемой в атомизатор массы, но она может быть установлена. Тогда в расчет погрешности навески следует вводить массу этой, *реально анализируемой части* навески.

Масса навески при аппаратурных методах опробования

Формулы, представленные в п. 8.4, справедливы при всех видах опробования, в том числе и при методах, при которых навеска не отбирается, в частности, при многих определениях массовой доли в потоках сыпучих и пульпообразных материалов, при рентгеноспектральном анализе и т. п. Во всех этих случаях анализируемая навеска представляет собой часть материала, формирующего сигнал, трактуемый как результат анализа.

Так, известно, что проникающая способность рентгеновского флуоресцентного излучения невелика и может составлять доли миллиметра. Вычислим массу навески для рентгеноспектрального анализатора. Диаметр активной части кюветы $d = 10$ мм. Если активная толщина облучаемого материала будет $h = 0,5$ мм и его объемная плотность $\rho_{\text{н}} = 1,5$ г/см³, то масса навески:

$$q_{\text{н}} = \rho_{\text{н}} \cdot h \cdot \pi \cdot d^2 / 4 = 1,5 \cdot 0,05\pi \cdot 1,0^2 / 4 = 0,06 \text{ г.}$$

Эта навеска меньше навесок для химического анализа многих продуктов. И это в предположении, что все части слоя в 0,5 мм в кювете играют одинаковую роль в формировании флуоресцентного излучения.

В общем случае масса навески при всех видах аппаратурного опробования равна массе материала, активно формирующего полезный сигнал прибора. Так, при непрерывных методах анализа для всех анализаторов в потоке масса навески:

$$q_n = h \cdot b \cdot \vartheta \cdot \tau \cdot \rho_n = V_a \cdot \rho_n,$$

где h – активная толщина облучаемого материала;
 b – активная ширина облучаемого материала;
 ϑ – скорость перемещения материала в зоне экспозиции;
 τ – продолжительность экспозиции;
 ρ_n – объемная плотность потока по твердому материалу;
 V_a – активный объем материала.

Для неподвижного материала, например, при использовании накладных датчиков, масса навески также зависит от активного объема материала, т. е. объема, подвергающегося облучению и испускающего характеризующее массовую долю компонента излучение.

Расчеты могут показать, что при использовании методов, казалось бы, обеспечивающих высокую представительность, например при использовании радиоизотопных зондов, масса навески для анализа может быть небольшой, что непосредственно будет сказываться на результатах опробования.

В некоторых случаях, например, в устройствах определения массовой доли в потоке материала в вагонетках, на конвейере, поток облучения пробы прерывается, и за время экспозиции τ излучение на пробу поступает порциями.

Тогда формула q_n примет вид:

$$q_n = h \cdot b \cdot \vartheta \cdot \tau \cdot \rho_n \cdot \frac{\Delta\tau_{из}}{\Delta\tau_{из} + \Delta\tau_n},$$

где $\Delta\tau_{из}$ – длительность одной порции излучения;

$\Delta\tau_n$ – длительность паузы между порциями.

При использовании проникающих излучений масса навески будет больше.

Так как при аппаратурных методах опробования проба не отбирается, то активный объем следует рассматривать как точечную пробу, которая анализируется без подготовки.

8.6.2. Расчет случайной погрешности отбора (выделения) навески для анализа

Относительная случайная погрешность отбора навески (или ее выделения чувствительным полем датчика) определяется по следующей схеме.

– Определяем покусковую дисперсию:

$$S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha) \text{ – для бедных продуктов}$$

$$\text{или } S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_m} + \frac{\alpha \cdot \rho_n}{\beta_m \cdot \rho_m} \right)^2 \text{ – для богатых продуктов.}$$

– Определяем среднюю крупность материала навески:

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \frac{d_{\text{max}}}{2}$$

– Определяем среднеквадратичную случайную погрешность отбора навески:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2f \cdot S_{\text{к нав}}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{нав}}} - \frac{1}{q_{\text{пак}}} \right)$$

Таблица 8.4

Условия для расчета погрешности отбора навески и ответы

Варианты	Тип руды	Массовая доля		Плотности		Масса		$d_{\text{нав max}}$ мм	Ответ $P_{\text{нав}}, \%$
		α	$\beta_{\text{м}}$	$\rho_{\text{п}}$	$\rho_{\text{м}}$	$q_{\text{пак}}$	$q_{\text{нав}}$		
а	Медная	0,8 %	34,6 %	3000	4200	100 г	1 г	0,1	0,94
б	Цинковая	56 %	67,1 %	3000	4100	50 г	0,5 г	0,1	0,078
в	Железная	3 %	72,3 %	3000	5200	250 г	1 г	0,05	0,28
г	Золотая	0,5 г/т	100 %	2600	18000	5 кг	100 г	0,08	30
д	Алмазная	1,5 кар/т	100 %	2600	3500	100 кг	1 кг	4	1920
е	Уголь	10 %	80 %	2000	1400	500 г	1 г	0,2	0,66
ж	Магnezит	30 %	100 %	2900	3100	3 кг	100 г	3	3,13
з	Асбест	2,5 %	100 %	2700	2700	150 кг	20 кг	6	2,24
и	Золото	7 г/т	100 %	3000	18000	300 кг	500 г	2	453,14
к	Кварц	0,01 г/т	100 %	2650	4000	5 кг	100 г	0,2	400

Для бедных продуктов $\rho \approx \rho_{\text{п}}$, для богатых продуктов следует определять ρ . Считаем, что материал навески для анализа раскрыт, т. е. не имеет сrostков. Относительная случайная погрешность отбора навески для анализа, %:

$$P_{\text{нав}} = \frac{2S_{\text{нав}}}{\alpha} \cdot 100.$$

В табл. 8.4 приведены данные для расчета погрешностей отбора навесок и даны ответы.

Пример 8.1. Рассчитать относительную случайную погрешность отбора навески.

Дано: данные табл. 8.4.

Решение:

Для варианта а.

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4200}{3000} \cdot 0,8 \cdot (34,6 - 0,8) = 37,856 \%^2;$$

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \frac{0,1}{2} = 0,05 \text{ мм};$$

$$S_{\text{нав}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 37,856 \cdot 3000 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,1} \right) = 0,000014 \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{нав}} = 0,00375 \text{ \%};$$

$$P_{\text{нав}} = \frac{2 \cdot 0,00375}{0,8} \cdot 100 = 0,94 \text{ \%}.$$

То есть относительная погрешность результата анализа, связанная только с операцией отбора навески, равняется 0,94 %.

Для варианта б.

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4100}{3000} \cdot 56 \cdot (67,1 - 56) \cdot \left(1 - \frac{56}{67,1} + \frac{56 \cdot 3000}{67,1 \cdot 4100} \right)^2 = 511,65 \text{ \%}^2;$$

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \frac{0,1}{2} = 0,05 \text{ мм};$$

$$\rho_{\text{нав}} = \frac{\rho_{\text{п}} \cdot \rho_{\text{м}} \cdot \beta_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}} \cdot \alpha + \rho_{\text{м}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha)} = \frac{3000 \cdot 4100 \cdot 67,1}{3000 \cdot 56 + 4100 \cdot (67,1 - 56)} = 3865 \text{ кг/м}^3;$$

$$S_{\text{нав}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 511,65 \cdot 3865 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,5 \cdot 10^{-3}} - \frac{1}{50 \cdot 10^{-3}} \right) = 4,8 \cdot 10^{-4} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{нав}} = 2,2 \cdot 10^{-2} \text{ \%};$$

$$P_{\text{нав}} = \frac{2 \cdot 2,2 \cdot 10^{-2}}{56} \cdot 100 = 0,078 \text{ \%}.$$

Для варианта г.

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{18000}{2600} \cdot 0,5 \cdot (10^6 - 0,5) = 3,46 \cdot 10^6 \text{ (г/т)}^2;$$

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \frac{0,08}{2} = 0,04 \text{ мм};$$

$$S_{\text{нав}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 3,46 \cdot 10^6 \cdot 2600 \cdot (0,04 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,1} - \frac{1}{5} \right) = 0,0056 \text{ (г/т)}^2;$$

$$S_{\text{нав}} = 0,075 \text{ г/т};$$

$$P_{\text{нав}} = \frac{2 \cdot 0,075}{0,5} \cdot 100 = 30 \text{ \%}.$$

В этом варианте относительная погрешность только операции отбора навески для анализа составляет 30 %.

8.6.3. Об объективных отличиях навесок друг от друга

Понятие «параллельные навески для анализа» является практически синонимом «одинаковости» навесок, или, другими словами, подразумевают, что они содержат в себе одинаковую массовую долю определяемого компонента.

Считается также, что наблюдаемые различия в результатах их анализа являются следствием случайных погрешностей при реализации анализа. Это относится и к стандартным образцам (СО), предназначенным для проверки качества выполнения анализа.

Стандартные образцы готовятся из материала заказчика [71].

Подготовка включает измельчение материала СО до крупности $-0,074$ мм и усреднение (гомогенизацию) на специальном оборудовании с последующим квартованием и отбором проб для исследования однородности материала. Оценку однородности материала СО проводят по ГОСТ 8.531-2002, метрологическую аттестацию – по ГОСТ 8.532-2002. Так, в междулабораторном эксперименте по аттестации государственного стандартного образца участвовали 11 аналитических лабораторий.

Однако практически всегда остается за пределами внимания тот факт, что любые навески еще до начала анализа отличаются друг от друга, а стандартные образцы – от материала, из которого они получены.

Это отличие является следствием ограниченной массы навески ($q_{нав}$), а закономерности отличия подчиняются биномиальному распределению массовой доли в навесках, а для малых массовых долей – закону Пуассона.

С помощью этих распределений можно заранее для конкретной ситуации установить возможные априорные расхождения между параллельными навесками и не удивляться впоследствии неожиданно большим различиям в результатах. Знание того, что отличия могут меняться с изменением характеристик навески, а именно ее крупности и массы, позволяет подобрать приемлемые характеристики.

В связи с тем, что анализы во всем мире выполняются в большом количестве, в большинстве случаев неожиданностей не наблюдается, за исключением различного количества бракуемых анализов, так как характеристики навесок более или менее правильно подобраны.

Неожиданности возникают при попытках использовать недостаточно хорошо подобранные характеристики навесок для новых продуктов, а также при использовании одних и тех же характеристик во всем диапазоне изменения массовой доли определяемого элемента (от 0 до 100 %) для постоянно анализируемых продуктов.

Рассмотрим случайные погрешности навесок с изменениями их крупности и массы.

Для бедных продуктов, полагая $q_{нав} \ll q_{пак}$:

$$S_{нав}^2 = 2f \cdot \alpha \cdot \beta_M \cdot \rho_M \cdot (\bar{d}_{нав})^3 \cdot \frac{1}{q_{нав}};$$
$$P_{нав}^2 = \frac{8f \cdot \rho_M \cdot \beta_M \cdot (\bar{d}_{нав})^3}{q_{нав} \cdot \alpha} \cdot 10^4.$$

Отсюда можно вывести связь массы навески с погрешностью и крупностью:

$$q_{\text{нав}} = \frac{8f \cdot \rho_M \cdot \beta_M \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3}{\alpha \cdot P_{\text{нав}}^2} \cdot 10^4;$$

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \sqrt[3]{\frac{P_{\text{нав}}^2 \cdot q_{\text{нав}} \cdot \alpha}{8f \cdot \rho_M \cdot \beta_M \cdot 10^4}}$$

Для того чтобы оценить характер этих связей, примем $f = 0,5$; $\rho_M = 5000 \text{ кг/м}^3$; $\beta_M = 100 \%$ и $P_{\text{нав}} = 1 \%$.

$$q_{\text{нав}} = \frac{2 \cdot 10^{10} \cdot (\bar{d}_{\text{нав}})^3}{\alpha};$$

$$\bar{d}_{\text{нав}} = \sqrt[3]{\frac{q_{\text{нав}} \cdot \alpha}{2,71 \cdot 10^3}}$$

Приняв стандартные: $d_{\text{нав}} = 0,08 \text{ мм}$, т. е. $\bar{d}_{\text{нав}} = 0,04 \text{ мм}$ и $q_{\text{нав}} = 1 \text{ г}$, получим связь $P_{\text{нав}}$ с α (рис. 8.13).

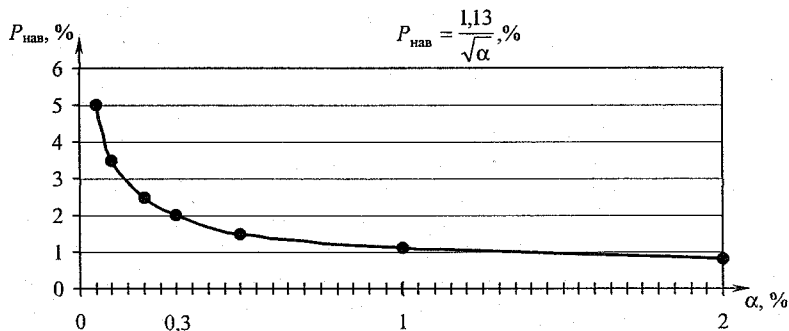


Рис. 8.13. Относительная случайная погрешность отбора навески как функция массовой доли

Если полагать допустимым различие навесок друг от друга до анализа не более 2%, то указанные характеристики навесок пригодны для анализа продуктов не беднее чем 0,3%.

Примем это условие и найдем связь массы навески с массовой долей при погрешности отбора навески 2%, г:

$$q_{\text{нав}} = \frac{0,32}{\alpha}$$

или

$$\lg q_{\text{нав}} = \lg 0,32 - \lg \alpha = -0,5 - \lg \alpha.$$

Эта зависимость представлена на рис. 8.14.

Конечно, такие массы навесок, которые требуются для обеспечения погрешности 2% для массовых долей меньше 10 г/т, непривычны. Обычно пытаются использовать гораздо меньшие массы. Общепринято проводить анализ на золото, платину и др. на навесках 50 и 30 г.

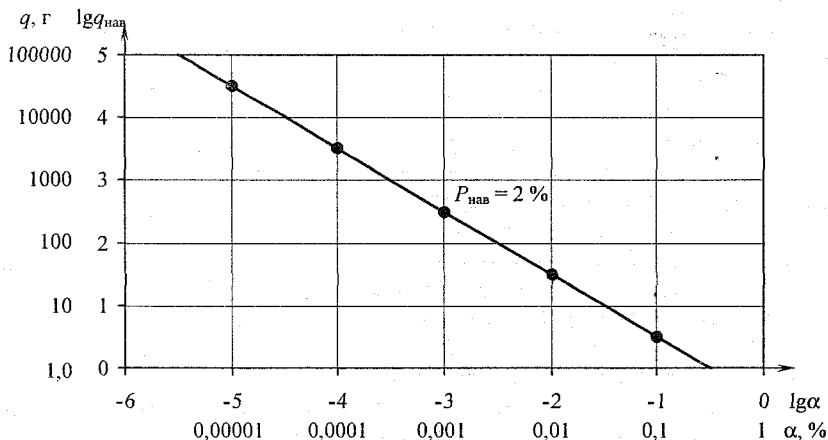


Рис. 8.14. Зависимость массы навески от массовой доли определяемого компонента в диапазоне 0,00001–1,0 %, обеспечивающей случайную погрешность отбора навески $\pm 2\%$

Покажем, какие случайные погрешности несут в себе такие навески (в том числе стандартные образцы) (рис. 8.15).

Так как во многих случаях в рудах массовая доля золота находится в диапазоне 1-5 г/т, то следует ожидать при анализе навесок 50 г появление относительных случайных погрешностей 16-7 %. При анализе хвостов с массовой долей золота 0,1-1 г/т следует ожидать погрешности в диапазоне 50-16 %. И это при условии полного истирания пакета до крупности 0,08 мм, тщательного выполнения всех операций отбора и анализа навески.

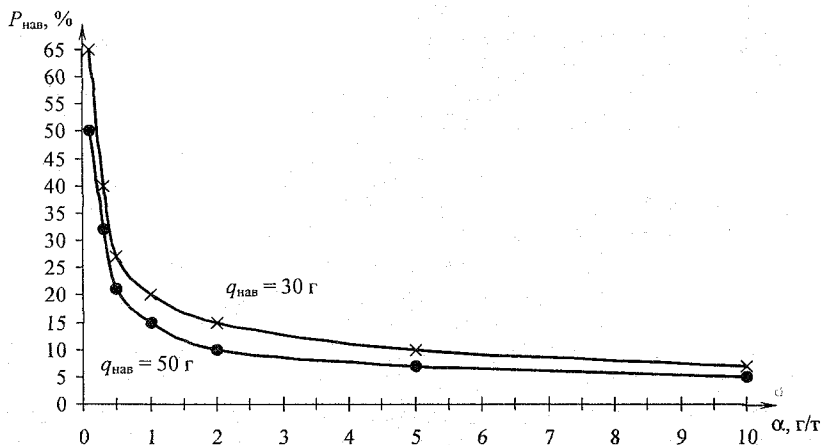


Рис. 8.15. Относительные случайные погрешности отбора навесок массой 30 и 50 г для продуктов с массовой долей менее 10 г/т

Такие погрешности отбора навесок обеспечит разрабатываемый дисковый сократитель проб. При ручном сокращении проб (отбора навесок) погрешности увеличиваются.

8.6.4. О результатах межлабораторного эксперимента

В № 3 за 2009 г. журнала «Руды и металлы» опубликована информация И. А. Кубанцева «Определение Au, Pt и Pd в стандартных образцах состава руд: результаты межлабораторного эксперимента в США» по итогам публикации [72].

В США с целью проверки качества работы аналитических лабораторий под видом обычных заказов от рядового потребителя было направлено в каждую лабораторию по 60-100 г материала стандартных образцов с разной массовой долей от кларкового до рудного золота. Пробирный анализ в США и Канаде традиционно выполняется на навесках 30 г.

Для стандартных образцов установлены пределы массовых долей (min и max) во многих арбитражных лабораториях. Эти пределы в относительном виде составляют допустимую относительную случайную погрешность для трех видов проб: 3,5 %; 17,1 % и 12,7 %. Эти погрешности в 2-3 раза меньше допустимых погрешностей отдельных результатов, даже для навесок 50 г.

Основным результатом работы, на которую было затрачено около 50 тыс. долл. США, явился вывод о ненадежности результатов анализа проб на благородные металлы в подавляющем большинстве аналитических лабораторий.

По нашему мнению, представленные результаты не позволяют сделать такой вывод, а свидетельствуют, прежде всего, о непродуманном и дорогостоящем эксперименте, который и не мог привести к другим, более конструктивным выводам. Дело в том, что авторы, сами того не ведая, поставили аналитические лаборатории в такие условия, которые и привели к подобным результатам.

Как мы уже знаем, анализируемые навески не идентичны, даже если их называть стандартными образцами.

Среднеквадратичное отклонение массовой доли золота в навесках $S_{\text{нав}}$ можно определить по формуле:

$$S_{\text{нав}} = \sqrt{\rho_{\text{м}} \cdot \alpha \cdot \beta_{\text{м}} \cdot \bar{d}^3 / q_{\text{нав}}}$$

Здесь $\rho_{\text{м}}$ — плотность золота, примем 18000 кг/м³;

α — средняя массовая доля золота в пробе (навеске);

$\beta_{\text{м}}$ — массовая доля золота в золотинке, примем 100 %, или 10⁶ г/г;

\bar{d} — средняя крупность навески, 0,074/2 = 0,037 мм;

$q_{\text{нав}}$ — масса навески для анализа 30 г.

Тогда для проб NBMG-2b $S_{\text{нав}} = 0,487$ г/т, для NBMG-4b — 0,111 г/т и для NBMG-6b — 0,155 г/т.

Если навески с такими среднеквадратичными отклонениями массовой доли анализировать даже на идеальном анализаторе (погрешность методики анализа равна нулю), то в указанные диапазоны массовой доли для проб

NBMG-2b попадет только 22 % результатов анализа, для проб NBMG-4b – 24 % и для проб NBMG-6b – 25 % результатов анализа. Другими словами, в указанные в статье [72] интервалы по какой-либо одной пробе могли попасть лишь 9-10 лабораторий из 41.

Вероятность попадания одновременно во все три интервала, т. е. для трех проб:

$$P = P_1 \cdot P_2 \cdot P_3 = 0,22 \cdot 0,24 \cdot 0,25 = 0,0132, \text{ или } 1,32 \%$$

Это значит, что теоретически для указанных условий дать правильные результаты (с точки зрения организаторов работы) могло только $41 \times 0,0132 = 0,54$ лабораторий, т. е. не более одной, что и зафиксировали организаторы.

Сложнее с пробой СВ (холостая), для которой не указана средняя массовая доля. Приняв ее 0,005 г/т (что близко к кларку), найдем, что в навеске 30 г может оказаться в среднем 0,329 золотинок, так что при описании распределения массовой доли законом Пуассона приходим к выводу, что 72 % навесок должны дать значение массовой доли золота, равное нулю. Это значит, что из 41 лаборатории 29,5 должны были показать отсутствие золота. Фактически таких оказалось 16 и, вероятно, больше, но у них нижний предел обнаружения не приведен. 11,5 лабораторий должны были показать результат, в три раза превышающий кларковый.

Близкие к кларку (оценки близости не указаны) дали две лаборатории, что полностью укладывается в наши достаточно приблизительные расчеты.

Сведем полученные оценки в таблицу.

Проба	Массовая доля Au, г/т		Среднее, г/т	Допустимое отклонение, \pm Δс, г/т	P _α доля, %	Доверительный интервал массовой доли в навеске 30 г	Доля лабораторий, могущих попасть в допустимое отклонение, %	Число таких лабораторий из 41	Число лабораторий, попавших одновременно в допустимые пределы во всех пробах
	min	max							
NBMG-2b	7,54	8,09	7,8	$\pm 0,275$	3,5	$\pm 0,974$	22	9	0,54 ≈ 1
NBMG-4b	0,34	0,48	0,41	$\pm 0,07$	17,1	$\pm 0,222$	24	10	
NBMG-6b	0,69	0,89	0,79	$\pm 0,1$	12,7	$\pm 0,31$	25	10	
СВ (холостая)	—	—	0,005	—	—	—	Ненульвые результаты 28	11	—

В расчете доверительных интервалов принято, что в лабораториях анализировали навески 30 г. Если анализ выполняли на меньших по массе навесках, то полученные расчетные результаты будут еще хуже.

Представленные расчеты приводят к таким выводам:

1. Организаторы эксперимента получили плохие, но объективные результаты, которые ни в коей мере не зависят от качества работы отдельных лабораторий.

2. Неудовлетворительные результаты, в том числе фантастические, являются следствием неудовлетворительных методических установок, в частности вследствие объективной невозможности попасть в заданные интервалы массовой доли.

3. Ожидаемые результаты могут быть заранее рассчитаны, но это обычно не делается. В частности, анализ на благородные металлы в указанных пробах необходимо выполнять на навесках, значительно превышающих назначенные 30 граммов.

8.7. Допустимые отклонения результатов анализа

8.7.1. Назначаемые отклонения

Во всех стандартах, инструкциях и других документах, регламентирующих выполнение анализов, указываются допустимые расхождения между результатами параллельных определений.

Так, для цинковых концентратов установлены следующие допустимые отклонения для результатов анализов трех навесок массой 0,5 г, высушенных до постоянной массы при температуре 105-110 °С и имеющих крупность -0,071 мм (табл. 8.5).

Таблица 8.5

Допустимые отклонения $\Delta\alpha$ между результатами анализа трех навесок цинкового концентрата

Компонент	Диапазон массовой доли	Допускаемое абсолютное отклонение	Допускаемое относительное отклонение для середины диапазона, %
Цинк	40-45 %	0,50 %	1,18
	45-55 %	0,60 %	1,26
	> 55 %	0,70 %	1,22
Железо	< 3 %	0,12 %	4,0
	3-5 %	0,20 %	5,0
	5-8 %	0,25 %	3,88
	8-12 %	0,30 %	3,5
	12-16 %	0,35 %	2,5
Золото (навеска 50 г)	< 1 г/г	0,4 г/г	> 40
	1-2 г/г	0,6 г/г	40
	2-5 г/г	1 г/г	28,6
	5-10 г/г	2 г/г	26,3
	10-20 г/г	3 г/г	20,0
	20-40 г/г	4 г/г	13,3
	40-80 г/г	5 г/г	8,3
80-100 г/г	6 г/г	6,7	

Обычно допускаемые отклонения превышают отклонения, вызванные только отбором навески для анализа. Это естественно, так как существуют еще и погрешности метода анализа, т. е. погрешности, связанные с выполнением отдельных операций анализа.

Возможное соотношение погрешностей отбора навески и собственно метода анализа дает табл. 8.6, приведенная в работе [73].

Из таблицы, результаты в которой получены по 30 повторным измерениям, следует, что погрешность метода анализа составляет небольшую долю погрешности отбора (и упаковки в кювету) навески.

В некоторых случаях возможны разделение и оценка погрешности отбора навески и собственно метода анализа.

В работе [74] приведены результаты анализа 47 параллельных навесок на олово, при этом получена средняя массовая доля олова $\bar{\alpha} = 0,008\%$ и среднеквадратичная погрешность определения массовой доли в навеске $S_{\alpha} = 0,0009\%$.

Определим погрешность отбора навески, полагая стандартные значения крупности материала навески 0,1 мм и массы навески 1 г. Получим $P_{нав} = 21,25\%$ и $P_{мет} = 5,5\%$, т. е. основной вклад в погрешность определения массовой доли олова в этом примере вносит процедура отбора навески для анализа.

$$P_{нав} \text{ найдена по формуле } P_{нав} = \sqrt{P_{PCA}^2 - P_M^2}.$$

Таблица 8.6

Воспроизводимость рентгеноспектрального анализа (РСА)

Продукт	Массовая доля α , %	Допуск химанализа $P_{доп}$, %	Аппаратная и статистическая погрешность P_M , %	Рассчитанная погрешность навески $P_{нав}$, %	Достигнутые погрешности РСА, %		
					засыпка разными лабораторными	засыпка одним лабораторным	прессование
Свинцовый концентрат							
Pb	76,60	0,8	0,32	0,82	3,60	1,80	0,88
Zn	2,31	7,0	0,72	2,48	5,16	3,38	2,58
Cu	1,12	6,0	0,90	2,22	5,10	2,92	2,40
Цинковый концентрат							
Pb	0,72	7,0	1,80	3,57	8,34	4,28	4,00
Zn	60,30	1,0	0,39	0,92	2,54	1,24	1,00
Cu	0,20	20,0	1,53	3,91	7,90	5,34	4,20
Медный концентрат							
Pb	1,70	8,0	1,01	3,91	6,94	4,14	4,04
Zn	3,53	5,0	0,62	2,19	4,16	2,50	2,28
Cu	27,10	1,0	0,48	0,9	2,00	1,64	1,02

Таблица 8.7

Воспроизводимость РСА при ручной засыпке и прессовании навесок

Концентрат, входящие в него минералы	Массовая доля, %	Допуск химанализа $\Delta_{\text{хим}}$, % (отн.)	Средние квадратические отклонения результатов РСА, % (отн.)		
			засыпка разных лаборантов	засыпка одного лаборанта	прессование
Свинцовый концентрат					
Pb	76,6	0,8	1,80	0,90	0,44
Zn	2,31	7	2,58	1,69	1,29
Cu	1,12	6	2,55	1,46	1,20
Цинковый концентрат					
Pb	0,72	7	4,17	2,14	2,00
Zn	60,3	1	1,27	0,62	0,50
Cu	0,20	20	3,95	2,67	2,10
Медный концентрат					
Pb	1,70	8	3,47	2,07	2,02
Zn	3,53	5	2,08	1,25	1,14
Cu	27,1	1	1,00	0,82	0,51

Условия засыпки и уплотнения проб в кюветах существенно влияют на воспроизводимость рентгенофлуоресцентного анализа [73] (табл. 8.7).

Для свинцового, цинкового и медного концентратов, измельченных до -150 меш. (-100 мкм), определялись средние квадратические отклонения результатов рентгеноспектрального анализа Pb, Zn, Cu при ручной засыпке и прессовании для 30 повторных измерений (см. табл. 8.7).

Прессование порошковых проб концентратов, измельченных до -100 мкм, позволяет значительно снизить погрешность анализа. Воспроизводимость результатов РСА основного элемента в концентратах при этом становится соизмеримой с $S_{\text{хим}}$, равной $\approx \frac{\Delta_{\text{хим}}}{2}$.

8.7.2. Обоснование допустимых отклонений результатов анализа и методическая погрешность

Роль допустимых отклонений результатов анализа неоднозначна.

По определению они задают границы качественной и некачественной работы при выполнении анализа, и с целью повышения качества могут устанавливаться предельно малыми. Однако браковка результатов анализов проб, выходящих за пределы допустимых отклонений, приводит к необходимости выполнять новые дополнительные анализы, а также к появлению методической погрешности, которая в связи с принципиальной асимметрией распределения массовой доли в навесках возникает при введении любых допустимых отклонений с целью отбрасывания (браковки) результатов анализа.

Так, практикой анализа пробирной лаборатории [22] установлено, что возникают весьма существенные расхождения в двух параллельных навесках одной и той же пробы намного выше предельных, при которых качество пробирного анализа может считаться удовлетворительным.

В главе 4 приведена формула приближенной оценки величины методической погрешности, а именно:

$$\Delta\alpha_{\text{мет}} = -P_+ \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} - \bar{\alpha}) + P_- \cdot (\bar{\alpha} - \bar{\alpha}_{\text{min}}),$$

а если отбрасываются одновременно максимальное и минимальное значения массовой доли, то

$$\Delta\alpha_{\text{мет}} = -P \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} + \bar{\alpha}_{\text{min}} - 2\bar{\alpha}).$$

В этих формулах:

P — доля бракуемых результатов анализа, т. е. рассчитанных по медиане;
 P_+ и P_- — доля бракуемых результатов анализа по верхней и нижней границам;
 $\bar{\alpha}_{\text{max}}$ и $\bar{\alpha}_{\text{min}}$ — среднее максимальное и среднее минимальное по абсолютной величине значения массовой доли в бракуемых результатах.

В связи с большим разнообразием условий анализа следует допустимые отклонения устанавливать таковыми, в которые *полностью* укладываются распределения массовой доли, связанные с отбором навесок.

Для этого следует для конкретных условий построить распределения массовой доли в навесках. Следовательно, нужно отобрать от одного и того же материала большое число навесок и проанализировать их в условиях повторяемости, после чего и построить распределение (рис. 8.16). При его асимметричности за доверительный интервал следует принять отклонение в большую сторону $\Delta\alpha_{\text{доп}}$. В эту величину войдет и аппаратурная погрешность метода.

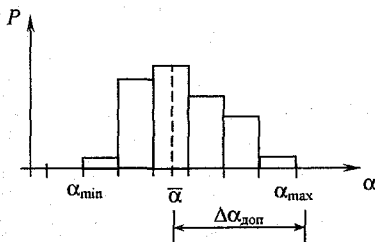


Рис. 8.16. Экспериментальная гистограмма распределения массовой доли в навесках, анализируемых в условиях повторяемости, и назначение допустимой погрешности анализа

Теоретически, с использованием биномиального распределения, следует найти границы, в которые укладываются традиционно 99,7 % массовых долей навесок.

Воспользуемся распределением Пуассона. Для него при среднем числе зерен в навеске \bar{m} дисперсия также равна \bar{m} . Тогда граница интервалов, в которых будет находиться 99,7 % результатов:

$$\Delta m = 3 \cdot \sqrt{\bar{m}}.$$

Относительная минимально допустимая погрешность анализа, связанная с отбором навески:

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{\Delta m}{\bar{m}} \cdot 100 = \frac{3}{\sqrt{\bar{m}}} \cdot 100 \%$$

Зависимость $P_{\text{нав.мин}}$ от \bar{m} приведена на рис. 8.17.

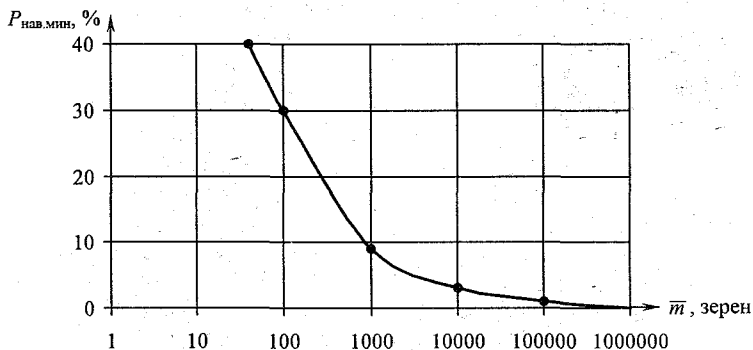


Рис. 8.17. Зависимость минимально допустимых отклонений результатов параллельных анализов, связанных только с отбором навески, от среднего числа зерен определяемого компонента в навеске

Таким образом, для проверки минимально допустимых относительных отклонений результатов анализов параллельных навесок следует найти среднее число зерен компонента в навеске \bar{m} .

Пример 8.2. Найти минимально допустимые отклонения анализов на золото.

Дано: масса навески $q = 30$ г,
 максимальная крупность навески $d_{\text{max}} = 0,1$ мм,
 массовая доля золота $\alpha = 1$ г/г = 10^{-6} д. е.,
 примем $f = 0,5$; $\rho = 18000$ кг/м³; $\beta_M = 1$ д. е.

Решение:

Находим среднее число золотин в навеске:

$$\bar{m} = \frac{q \cdot \alpha}{2 \cdot f \cdot \rho \cdot (\bar{d})^3 \cdot \beta_M} = \frac{30 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{-6}}{2 \cdot 0,5 \cdot 18000 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot 1} = 13,3.$$

Следовательно, минимально допустимая погрешность анализа таких навесок:

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{3}{\sqrt{13,3}} \cdot 100 = 82,2 \%$$

Для концентратов, в которых массовая доля золота составляла бы 100 г/т, среднее число золотин в тех же условиях составило бы 1330 и минимально допустимая погрешность:

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{3}{\sqrt{1330}} \cdot 100 = 8,2 \%$$

Пример 8.3. Найти минимально допустимую погрешность анализа хвостов медной флотации на медь.

Дано: масса навески $q = 0,5$ г;

$d_{\text{max}} = 0,1$ мм;

$\alpha = 0,2$ %;

примем $f \approx 0,5$; $\rho = 4200$ кг/м³; $\beta_m = 34,6$ %.

Решение:

$$\bar{m} = \frac{0,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,2}{2 \cdot 0,5 \cdot 4200 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot 34,6} = 5504;$$

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{3}{\sqrt{5504}} \cdot 100 = 4,05 \%$$

Мы уже показывали, что при использовании порошкового рентгеновского флуоресцентного анализатора масса навески может составить 0,06 г, тогда $\bar{m} = 660$ и $P_{\text{нав.мин.}} = 11,7$ %.

Это приближенная минимально допустимая оценка погрешности анализа, вызываемая только фактом отбора навески.

Для общего вывода используем формулу погрешности отбора навески, приняв $q_{\text{пак}} \gg q_{\text{нав}}$:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2f \cdot \rho \cdot S_{\text{к}}^2 \cdot (\bar{d})^3 \cdot \frac{1}{q_{\text{нав}}}$$

Для бедных продуктов $S_{\text{к}}^2 = (\rho_m / \rho_{\text{п}}) \cdot \alpha \cdot \beta_m$,

и

$$S_{\text{нав}} = \sqrt{2f \cdot \alpha \cdot \rho_m \cdot \beta_m \cdot (\bar{d})^3 \cdot \frac{1}{q_{\text{нав}}}}$$

Тогда минимально допустимое относительное отклонение, предопределяемое фактом отбора навески, %:

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{3S_{\text{нав}}}{\alpha} \cdot 100 = \frac{3 \cdot 100}{\sqrt{\frac{q_{\text{нав}} \cdot \alpha}{2f \cdot \rho_m \cdot \beta_m \cdot (\bar{d})^3}}}$$

Т. е. получили ту же формулу, что и при использовании распределения Пуассона.

В общем случае минимально допустимую погрешность анализа следует определять с использованием полной формулы дисперсии.

Пример 8.4. Найти минимальную допустимую погрешность при анализе железного концентрата.

Дано: $\alpha = 62\%$; $\beta_M = 72,6\%$; $\rho_M = 5000 \text{ кг/м}^3$; $\rho_{II} = 3000 \text{ кг/м}^3$;
 $d_{\max} = 0,044 \text{ мм}$; $q_{\text{нав}} = 0,5 \text{ г}$; $f = 0,5$.

Решение:

Находим покусковую дисперсию:

$$S_K^2 = \frac{\rho_M}{\rho_{II}} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha) \cdot \left(1 - \frac{\alpha}{\beta_M} + \frac{\alpha \cdot \rho_{II}}{\beta_M \cdot \rho_M} \right)^2 =$$

$$= \frac{5000}{3000} \cdot 62 \cdot (72,6 - 62) \cdot \left(1 - \frac{62}{72,6} + \frac{62 \cdot 3000}{72,6 \cdot 5000} \right)^2 = 474,8 \text{ \%}^2;$$

$$\bar{d} = 0,044/2 = 0,022 \text{ мм.}$$

Примем $\rho = \rho_M = 5000 \text{ кг/м}^3$. Вычислим $S_{\text{нав}}$:

$$S_{\text{нав}}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 5000 \cdot 474,8 \cdot (0,022 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \frac{1}{0,5 \cdot 10^{-3}} = 50,3 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{нав}} = 7,1 \cdot 10^{-3} \text{ \%}.$$

Найдем минимально допустимую погрешность:

$$P_{\text{нав.мин}} = \frac{3 \cdot S_{\text{нав}}}{\alpha} \cdot 100 = \frac{3 \cdot 7,1 \cdot 10^{-3}}{62} \cdot 100 = 0,034 \text{ \%}.$$

Видим, что при малой крупности и большой массовой доле масса навески не оказывает заметного влияния на допустимую погрешность. Это позволяет в конкретных условиях определять погрешность метода анализа.

В общем виде допустимая погрешность анализа будет складываться из минимально допустимой из условий отбора навески $P_{\text{нав.мин}}$ и погрешности метода анализа P_M :

$$P_{\text{доп.ан}}^2 = P_{\text{нав.мин}}^2 + P_M^2.$$

В целом складывающаяся ситуация представлена на рис. 8.18. При больших массовых долях α определяемого компонента допустимую погрешность анализа предопределяет погрешность метода, а при малых массовых долях — погрешность отбора навески.

Так, известен факт, что анализ с помощью рентгеновских флуоресцентных анализаторов концентратов оказывается более точным, чем химический анализ, а руды и хвостов — наоборот.

У рентгеновских анализаторов, в частности AP-31H, аппаратурная погрешность невелика (0,4%), и при малой величине анализируемых навесок погрешность анализа концентратов в целом оказывается такой небольшой, потому что концентраты — богатые продукты.

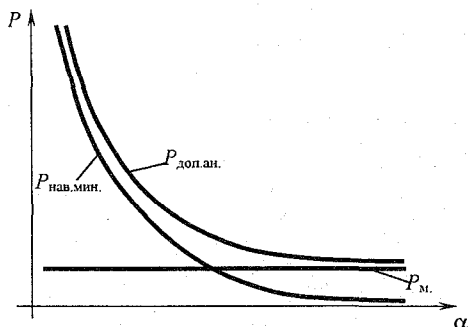


Рис. 8.18. Соотношение между погрешностью метода (аппаратурной погрешностью) анализа и минимально допустимой погрешностью отбора навески и допустимой погрешностью анализа

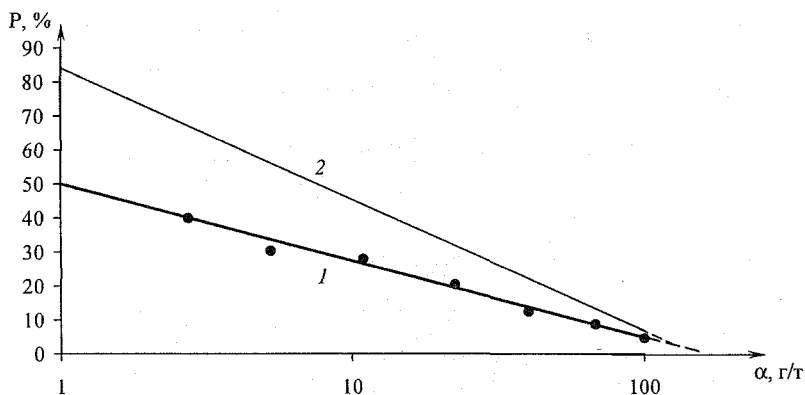


Рис. 8.19. Зависимость допустимой погрешности от массовой доли золота по стандарту для цинкового концентрата (1) и минимально допустимая погрешность из условий отбора навески массой 30 г (2). Ось абсцисс – логарифмическая

При анализе же руды и в особенности хвостов преимущество анализаторов по сравнению с химическими методами анализа исчезает, так как начинает влиять погрешность отбора навески, а масса навески у рентгеновских флюоресцентных анализаторов существенно меньше.

Из изложенного следует: погрешность метода P_m должна быть установлена на навесках с большой массовой долей определяемого компонента, например на железном концентрате, а затем, после расчета $P_{нав.мин.}$, по представленным формулам можно найти допустимую погрешность анализа.

Если допустимая погрешность анализа будет установлена меньше, чем $P_{доп.ан.}$, то будет возникать методическая погрешность опробования.

В качестве примера приведем рис. 8.19, на котором, по данным табл. 8.5, показана зависимость допустимой погрешности анализа по стандарту, линия 1. Там же приведена рассчитанная минимально допустимая погрешность, связанная с отбором навески для анализа массой 30 г, линия 2. Эта линия проходит выше, что означает появление методической погрешности при выполнении анализов строго по стандарту.

8.8. Анализ с использованием корреляции компонентов

Если не удастся измерить массовую долю непосредственно, используются корреляционные связи с компонентами, которые могут быть измерены.

Такая ситуация сложилась на калийных фабриках, где нужно измерять количество нерастворимого остатка в руде и продуктах обогащения. Нерастворимый остаток имеет сложный и переменный состав, массовая доля его невелика, и измерение массовой доли какого-либо элемента в нем не приводит к решению задачи. Было найдено, что существует достаточно тесная связь массовой доли нерастворимого остатка $\alpha_{\text{но}}$ и массовой доли калия $\alpha_{\text{К}}$ и кальция $\alpha_{\text{Са}}$ [75].

Обосновано, что уравнение корреляции должно иметь вид:

$$\alpha_{\text{но}} = a_0 + a_1\alpha_{\text{К}} + a_2\alpha_{\text{Са}} + a_{12}\alpha_{\text{К}}\alpha_{\text{Са}}$$

Расчет $\alpha_{\text{но}}$ по этому уравнению дает расхождение с результатами химического анализа $\pm 0,5\%$ при абсолютном значении $\alpha_{\text{но}} = 6 \div 9\%$.

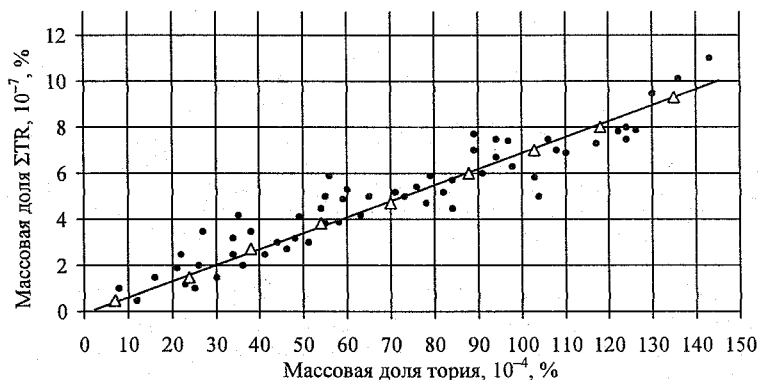


Рис. 8.20. Пример корреляционных связей между массовой долей тория и ΣTR

На рис. 8.20 приведены поля корреляции между массовой долей тория, легко измеряемой по его естественной радиоактивности, и суммарной массовой долей редких земель ΣTR .

8.9. Вероятная систематическая погрешность анализа

То, что при опробовании с изменением параметров меняется не только случайная погрешность, но и проявляют себя другие погрешности, не всегда очевидно. Поэтому прямые подтверждения этих фактов необходимы.

Анализ может быть выполнен на навесках разной массы. Если массу можно выбирать, то стремятся выполнять анализ на навесках максимально большой массы. Так, в карьере «Мурунтау» перешли к анализу на золото навесок 0,5 кг.

Однако с целью снижения затрат на анализ стремятся выбрать для анализа минимально приемлемые массы навесок.

С появлением многочисленных приборов масса навески всегда определяется конструкцией прибора и может быть весьма малой. Так, при спектральном анализе реально сжигается небольшая часть материала навески, т. е. анализируемая навеска имеет весьма малую массу.

Прямое экспериментальное подтверждение наличия вероятной систематической погрешности имеется в работе [77]. Были выполнены определения массовой доли золота в навесках 50 г (пробирный анализ) и 5 г (атомно-абсорбционный анализ) (табл. 8.8).

Таблица 8.8

Результаты анализа навесок 50 г и 5 г одного и того же материала

Номер пробы	Средняя массовая доля золота по 5 навескам, г/г		Отклонение, %		Коэффициент вариации, %	
	навеска 50 г	навеска 5 г	абсолютное $\Delta\alpha$	относительное P	навеска 50 г	навеска 5 г
1	25,44	19,08	-6,36	-25,00	11,72	11,73
2	36,08	24,85	-11,23	-31,12	2,31	16,02
3	24,20	45,85	+21,65	+89,46	4,43	61,98
4	10,60	5,90	-4,70	-44,34	9,32	39,78
5	19,40	16,21	-3,19	-16,44	1,63	4,38
6	25,20	23,18	-2,02	-8,02	5,75	1,85
7	3,40	3,46	+0,06	+1,76	4,86	16,91
8	3,40	3,15	-0,25	-7,35	5,88	4,83

Если за истину принять результаты пробирного анализа на навесках 50 г, то относительное отклонение при анализе существенно меньших навесок 5 г составляет от -7,35 до -44,34 %. Наличие двух плюсовых значений отклонений подтверждает вероятный характер систематической погрешности, тем более одно высокое плюсовое значение +89,46 %, подтверждая правило: отрицательная вероятная систематическая погрешность компенсируется более редкими, но большими значениями положительной погрешности.

Из полученных отклонений не выделена случайная погрешность, поэтому полученные результаты не являются оценками только вероятной систематической погрешности, но наглядно демонстрируют ее наличие.

8.10. Использование операций обогащения проб

Эффект обогащения проб показан в работе [78], где предложены две схемы использования операций обогащения проб (рис. 8.21 и 8.22), а результаты анализа с их использованием – в табл. 8.9.

Таблица 8.9

Сравнительные результаты анализа навесок, отобранных от необогащенного материала, и анализа продуктов обогащения

Номер пробы	Результаты анализа без обогащения пробы, г/т		Результат анализа с обогащением пробы, г/т		«Истинная» массовая доля золота, г/т, навеска 4000 г	Отклонение от «истины», г/т		Относительное отклонение от истины, %	
	навеска 5 г	навеска 50 г	по схеме № 1	по схеме № 2		навеска 5 г	навеска 50 г	навеска 5 г	навеска 50 г
1	19,10	25,44	23,90	23,91	23,90	-4,80	+1,54	-20,10	+6,40
2	24,85	36,08	32,62	33,00	32,81	-7,96	+3,27	-24,30	+10,00
3	45,85	24,16	30,71	32,86	31,78	+14,07	-7,62	+44,30	-24,00
4	5,90	10,56	12,80	–	12,80	-6,90	-2,24	-53,90	-17,50

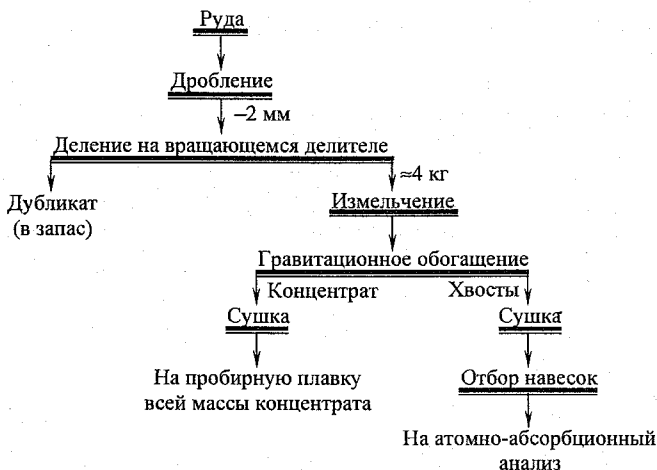


Рис. 8.21. Простая схема подготовки проб на центробежном концентраторе

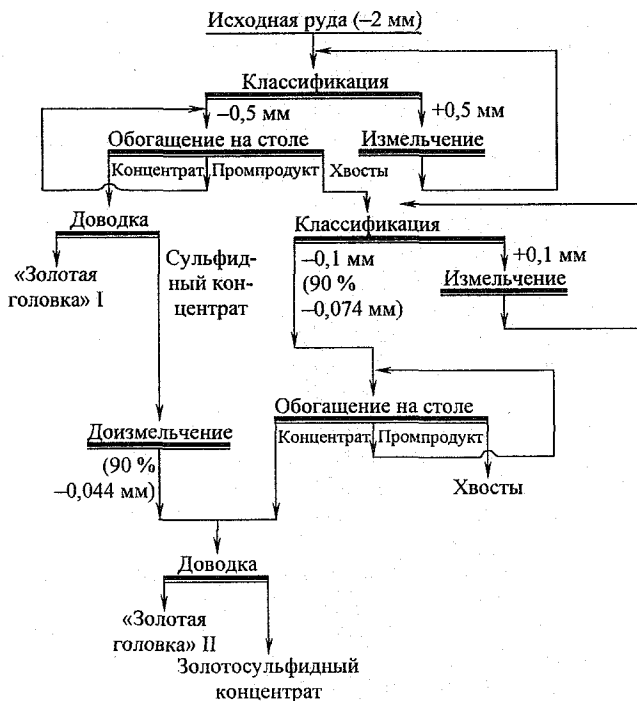


Рис. 8.22. Схема стадийного обогащения пробы на концентрационном столе

«Истинную» массовую долю золота нашли путем обогащения проб большой массы (4000 г) и раздельного анализа концентрата, куда перешло крупное золото, и хвостов.

Можно видеть, что результаты анализа навесок массой 5 г связаны с большими погрешностями, чем результаты анализа навесок массой 50 г. Кроме того, они отягчены заметной вероятной систематической погрешностью: отрицательные погрешности преобладают над положительными.

Особую ценность эксперименту придает выполнение обогащения с помощью двух различных схем и с помощью различных аппаратов. Получены параллельные и очень близкие результаты.

ОАО «Тулское НИИТ» выпускает универсальный обогатительный прибор ПОУ4-3М, содержащий импеллерный дезинтегратор пробы, барабан-грохот со скрубберной головной частью, делящий пробу на 3 фракции. Фракция -2 мм направляется на основной и контрольный центробежные концентраторы, фракция $-8+2$ мм поступает на эфельный шлюз, а $+8$ мм на лоток-шлюз. Масса пробы 50-800 г, время обработки пробы 5-20 минут. Прибор может быть использован как для выделения благородных металлов, так и для других

минералов (соответствующей модификации), находящихся в продуктах во вскрытом состоянии, т. е. в россыпях, хвостохранилищах и т. п. Масса прибора 1,1 т, расход воды до 8 м³/ч, установленная мощность 8,5 кВт.

Использованное оборудование позволяет выполнить анализ бедных проб, для которых масса навески может составить указанные величины: 100 и более килограммов.

8.11. Автоматизированные системы аналитического контроля (АСАК)

Внедрение автоматизированных систем аналитического контроля (АСАК) и управления технологическими процессами (АСУ ТП) на флотационных обогатительных фабриках обусловило необходимость опробования большого количества пульповых, как правило, тонкоизмельченных продуктов обогащения.

Используемые комплексы технических средств объединяются в автоматические системы технологического опробования. Системой опробования обеспечивается отбор точечных проб (пульповых отсечек) от опробуемого продукта, накопление отсечек за контролируемый интервал времени и отправка объединенной пробы с помощью пневмотранспорта в экспресс-лабораторию, прием и сокращение пробы для выделения экспрессной пробы и накопления сменной пробы. В состав комплекса средств входят пробоотбиратель, устройство накопления и отправки проб (накопитель), трубопровод, воздухоотделитель и сократитель (формирователь) проб.

При соблюдении требований ГОСТ 14180-80 к пробоотбирателям автоматические системы опробования используются как для технологического оперативного (для контроля и управления процессами обогащения), так и для технологического балансового опробования (для расчета технологических балансов металлов).

Получаемые в автоматических системах технологического балансового опробования сменные пробы рудного слива и отвальных хвостов, как правило, передаются на химический анализ, результаты которого используются при составлении товарных балансов металлов.

Сравнительные данные погрешностей рентгеноспектрального анализа (РСА) и химанализа приведены в табл. 8.10 [79, 80].

Автоматизированная система аналитического контроля (АСАК) – это технические средства, а также методическое, математическое и программное обеспечение для получения, обработки и предоставления результатов анализа продуктов обогащения технологическому персоналу.

Впервые в отечественной практике НПП «Буревестник» осуществляет комплексную поставку серийно выпускаемых АСАК «под ключ» [81].

Таблица 8.10

**Сравнительные данные погрешностей
рентгеноспектрального и химанализа**

Тип анализатора	Массовая доля меди α , %	Относительная допустимая погрешность химанализа	Фактическая погрешность РСА от химанализа	Кратность $k = \frac{P_{p-x}}{P_x}$
		P_x , % ($t = 1,645$)	P_{p-x} , %	
Курьер 300 (пульповый)	0,05	28,0	14,4	0,51
	2,00	3,2	12,0	3,30
	10,00	1,06	6,0	5,60
АРЛ (пульповый)	0,04	35,00	20,0	0,59
	0,30	9,20	20,0	2,00
	28,00	0,60	4,0	6,66
СРМ-13 (пульповый)	0,03	20,00	50,0	2,50
	0,65	7,20	20,0	3,84
	5,00	5,00	8,0	5,00
	27,50	0,60	4,6	7,60
СРМ-18 (порошковый)	0,014	24,20	14,1	0,58
	0,27	10,60	12,4	1,16
	1,86	3,44	12,0	3,50
	27,9	0,70	3,2	4,57

Примечание. Суточная производительность по числу проб 900-2400, число одновременно анализируемых элементов – 16-12, фактически – 2-4.

В состав полномасштабной АСАК входят:

1) базовый комплект:

- автоматическая система пробоотбора, пробоподготовки и пробообработки;
- анализатор рентгеновский АР-3 ИН (один или несколько);
- автоматизированное рабочее место (АРМ) оператора;
- АРМ аналитика (вариант – АРМ аналитика-наладчика);
- АРМ наладчика;
- блок бесперебойного питания;
- сетевые средства;

2) расширенный комплект:

- порошковый рентгеновский спектрометр СРМ-25;
- рентгеновский дифрактометр ДРОН-7;
- АРМ администратора.

В комплект АСАК включено оборудование пробоотбора, пневмотранспортировки и подачи проб на анализ с системой управления пробоотбором и пробоподготовкой, которая выполнена на базе программируемого контроллера, синхронизируемого с движением спектрометрического блока (каретки) анализатора.

В состав оборудования пробоотбора, прободоставки и пробоподготовки входят следующие устройства:

- пробоотборники различного типа (ножевые, пересечные, вакуумные);
- блоки отправки проб (пневмотрассы);
- блоки приема проб;
- формирователи проб;
- циркуляционные контуры с насосом ГДН-1;
- установка обезвоживания проб.

Программное обеспечение АСАК выполняет следующие основные функции:

- управление системами пробоотбора и прободоставки;
- управление спектрометрами, диагностика;
- учет аппаратурного дрейфа и фона;
- расчет массовых долей определяемых элементов;
- сбор, накопление, обработка и передача данных аналитического контроля потребителям.

Предусмотрены циклический и ручной режимы функционирования АСАК.

В циклическом режиме АСАК без вмешательства оператора непрерывно с периодичностью 15 мин. выполняет измерения на каждом спектрометре в соответствии с циклограммой работы. После завершения измерений на последней (15-й) кювете следует возврат спектрометрического блока на первое гнездо системы калибровки и ожидание начала следующего цикла. Сначала измеряются фоновый и/или реперные образцы, а затем следует переход к измерению на той кювете, которая соответствует текущему времени цикла.

В состав АСАК входят две основные базы данных:

- база данных коэффициентов (содержит аналитические и приборные коэффициенты, используется в АРМ оператора и АРМ аналитика);
- база данных измерений (включает в себя таблицы результатов измерений и расчетов, а также таблицу химических анализов; используется и модифицируется в АРМ оператора и АРМ аналитика).

Для обеспечения контроля работы пульповых анализаторов АР-31Н в составе АСАК целесообразно иметь порошковый спектрометр СРМ-25, заменяющий трудоемкий химический анализ контрольных и сменных проб.

Для качественного и количественного фазового анализа руды и технологических продуктов обогащения рекомендуется применять современный рентгеновский дифрактометр ДРОН-7.

8.12. Уравнения для рентгеновского флюоресцентного анализа

В настоящее время рентгеновский флюоресцентный анализ выполняется по единым, универсальным уравнениям для любого диапазона изменения массовой доли основного компонента [82].

При этом расчет массовых долей определяемых элементов в порошковых пробах различных типов руд и продуктов их переработки производится по единым уравнениям связи общего вида:

$$\alpha_i = \frac{N_i}{N_p - N_{po}} \cdot (a_o + a_i N_i + \sum a_j N_j + a_p C).$$

Здесь N_i – интенсивность аналитической линии определяемого элемента;

N_j – то же мешающих элементов;

N_p – рассеянное на пробе первичное излучение;

N_{po} – поправка на рассеяние деталями прибора;

C – подбираемое соотношение различного вида рассеянных излучений;

a_o, a_i, a_j, a_p – коэффициенты уравнения регрессии.

Богатый опыт рентгенофлюоресцентного анализа как порошковых, так и пульсовых проб накоплен в ЗФ ГМК «Норильский никель». Авторами работы [83] предложен и внедрен новый алгоритм измерения массовой доли на основе модифицированного уравнения способа стандарта-фона. Для любых продуктов (руды, хвостов, концентратов и т. п.) для определения массовой доли элемента используется одно уравнение.

При этом в качестве внутреннего стандарта используется рассеянное на пробе первичное излучение анода $N_{нк}$, измеряется интенсивность рентгеновской флюоресценции определяемого элемента N_3 , а массовая доля элемента определяется по соотношению $N_3 / N_{нк}$ по формуле:

$$\alpha_3 = k_3 \cdot \frac{N_3}{N_{нк}}$$

Здесь $k_3 = \alpha_3^{oc} \cdot \frac{N_3^{oc}}{N_{нк}^{oc}}$ – коэффициент, определяемый с использованием образцов

сравнения анализируемого материала с массовой долей определяемого компонента в максимально широком диапазоне.

Так как это реально анализируемый материал, то в коэффициенте учитывается избирательное поглощение флюоресцентного излучения материалом пробы и вторичное возбуждение (матричный эффект). В итоге получают нелинейное уравнение множественной регрессии, которое удобно получать как знаменатель, а формула расчета массовой доли элемента приобретает вид:

$$\alpha_3 = \frac{N_3}{N_{нк} - N_o} \cdot \frac{1}{a_o + a_3 \cdot N_3 + \sum b_m \cdot N_m + b_{нк} \cdot N_{нк} + d_{нк} \cdot N_{нк}^2 + d_3 \cdot N_3^2 + \sum d_m \cdot N_m^2},$$

где N_0 – поправка, учитывающая рассеяние на деталях измерительного устройства;

N_m – интенсивность рентгеновской флюоресценции мешающих компонентов.

Коэффициенты нелинейного уравнения рассчитывают по твердофазным образцам сравнения, охватывающим весь диапазон изменений массовой доли определяемых элементов, методом наименьших квадратов. Получены такие уравнения для меди и никеля:

$$\alpha_{Cu} = \frac{N_{Cu}}{(N_{нк} + 4,45) \cdot (1,3588 + 0,00087823 \cdot N_{Cu} + 0,000730839 \cdot N_{Ni} + 0,034153 \cdot N_{нк} + 1,05799 \cdot 10^{-7} \cdot N_{Cu}^2 - 4,14616 \cdot 10^{-8} \cdot N_{Ni}^2 - 2,7263 \cdot 10^{-4} \cdot N_{нк}^2)}$$

$$\alpha_{Ni} = \frac{N_{Ni}}{(N_{нк} + 5,87) \cdot (1,22 + 0,001289 \cdot N_{Ni} + 0,0010749 \cdot N_{Cu} + 0,0137 \cdot N_{Co} + 0,051237 \cdot N_{нк} - 1,64 \cdot 10^{-7} \cdot N_{Ni}^2 + 3,72 \cdot 10^{-7} \cdot N_{Cu}^2 - 9,092 \cdot 10^{-6} \cdot N_{Co}^2 - 3,9975 \cdot 10^{-4} \cdot N_{нк}^2)}$$

Аналогичные уравнения получены для кобальта и железа.

Уравнения получают один раз, что занимает 1-2 часа, и распространяют на все спектрометры, как порошковые, так и пульповые. В дальнейшем выполняют, в случае необходимости, проверку стабильности каждого спектрометра на 10-15 реперных образцах. Используются спектрометры AP-31H для анализа 30 потоков пульпы (четыре анализатора). Время измерения для каждой кюветы 40 с (4 раза по 10 с) через каждые 15 мин. Порошковые пробы анализируются на спектрометрах ARL-9800.

Правильность результатов анализа на пульповых спектрометрах проверяется с помощью порошковых спектрометров, а порошковых – другими методами анализа и с помощью стандартных образцов.

Корреляция результатов анализа на порошковых спектрометрах со значениями массовой доли меди в стандартных образцах приведена на рис. 8.23, а результатов анализа на пульповых спектрометрах с результатами атомно-эмиссионного анализа на медь – на рис. 8.24. Эти рисунки иллюстрируют высокую эффективность и точность универсальных уравнений [83].

В серийно выпускаемой автоматической системе опробования для поддержания постоянства объема отправляемой экспрессной пробы (требование пульпового спектрометра) накопитель после каждой отправки заполняется водой с переливом, а отсечки поступают в нижнюю часть накопителя, постепенно вытесняя излишки воды и образуя на дне его пульповую «пробку».

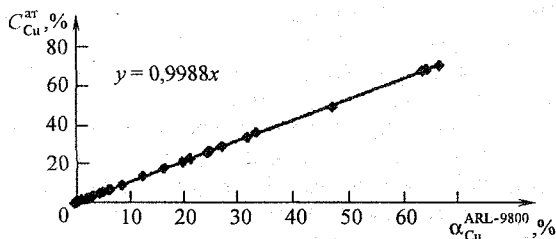


Рис. 8.23. Корреляция результатов РФА с аттестованными значениями их содержаний в стандартных ОС для меди

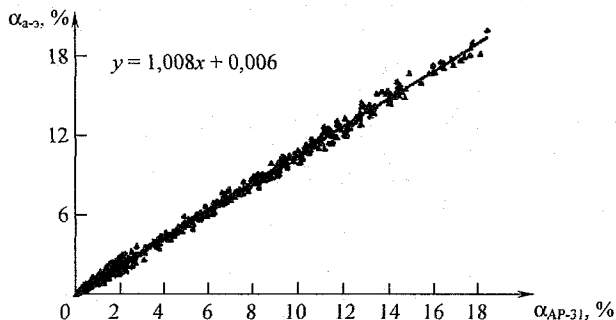


Рис. 8.24. Корреляция результатов РФА в пульпе с результатами атомно-эмиссионного анализа на медь

При отправке содержимого накопителя с помощью сжатого воздуха вслед за пульповой «пробкой» транспортируются остатки воды, которые обеспечивают автоматическую промывку трассы и, объединяясь с пульповой пробой, ее разбавляют.

Это обстоятельство вызывает необходимость проведения несложных дополнительных расчетов для обеспечения рабочего режима. Практика показывает, что содержание твердого в отправляемой пульповой пробе из накопителя должно быть не более 25 % – для надежной доставки – и не ниже 8 % – для надежного анализа на пульповом спектрометре.

Для пульп по полученным формулам определяют массовые доли элементов в массе пульпы, поэтому нужен пересчет на сухую массу (твердое):

$$\alpha_3^{тв} = \alpha_3^{пульпа} / T,$$

где T – массовая доля твердого в пульпе. Эта величина также определяется анализатором по формуле:

$$T = \frac{k}{a_0 + a_1 \cdot N_{нк} + a_2 \cdot N_{нк}^2}.$$

Знаменатель – это уравнение регрессии, получаемое при разбавлении твердой фазы образца сравнения сухой борной кислотой (это модель жидкой фазы), а k определяется на неразбавленной твердофазной порошковой пробе после установления коэффициентов a_0 , a_1 и a_2 .

Колебания массовой доли твердого пульповых проб в производственных условиях велики: 10-300 г/л, при уменьшении доли твердого снижается число импульсов аналитического сигнала, тем более что анализируемая твердая часть пробы в пульповых анализаторах составляет примерно 0,1 г (а в порошковых пробах примерно 1 г). В итоге случайная погрешность анализа пульповых проб больше, чем при анализе порошковых.

Целесообразно, чтобы эта погрешность была не более одного допуска для анализа твердофазных проб для хвостов и не более 3-5 допусков для питания и концентратов.

ОРГАНИЗАЦИЯ ОПРОБОВАНИЯ И ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТА

9.1. Организация опробования

Организация опробования на обогатительных фабриках возлагается на отдел технического контроля (ОТК).

Задачи ОТК:

- отбор, подготовка и передача на анализ или выполнение анализа проб руды и продуктов обогащения – хранение контрольных и арбитражных проб;
- обработка результатов опробования и передача этих результатов в соответствующей форме заинтересованным лицам;
- составление технологического и товарного балансов;
- обеспечение необходимой информацией руководства предприятия, участие в оформлении документов, в т. ч. сертификатов, рассмотрение претензий;
- составление схемы опробования и контроля, составление инструкций по отбору и подготовке проб для каждой точки опробования;
- контроль за обеспеченностью опробования необходимыми техническими средствами, контроль за их состоянием, совершенствование системы и средств опробования;
- организация хранения готовой продукции.

Все инструкции ОТК составляются на основе действующих нормативных документов: государственных стандартов (ГОСТ), отраслевых стандартов (ОСТ), технических условий (ТУ), правил безопасности (ПБ) и т. п., с учетом особенностей каждой обогатительной фабрики. Инструкции должны быть исчерпывающими и содержащими требования правил безопасности и утверждены главным инженером предприятия.

На обогатительных фабриках в ОТК должны быть следующие документы:

- схема опробования;
- журнал опробования;
- инструкции по выполнению всех работ, связанных как с отбором и подготовкой (и анализом) проб, так и с расчетами при подготовке всех документов;
- формы документов, выпускаемых ОТК.

Схема опробования изображается условными значками на действующей технологической схеме и задает точки отбора проб и виды анализа этих проб, исходя из задач, решаемых опробованием (рис. 9.1). Условные значки не регламентируются. Точки отбора проб на схеме нумеруются.

Журнал опробования дополняет схему опробования. В него вносится вся необходимая информация по отбору проб в каждой точке, в том числе:

- назначение пробы;
- номер точки и ее название;
- вид отбора проб, ручной или механический;
- тип пробоотбирателя;

- масса точечной пробы;
- периодичность отбора или число точечных проб;
- масса объединенной пробы;
- вид доставки пробы, ручной или механический;
- периодичность передачи на подготовку и анализ объединенных проб.

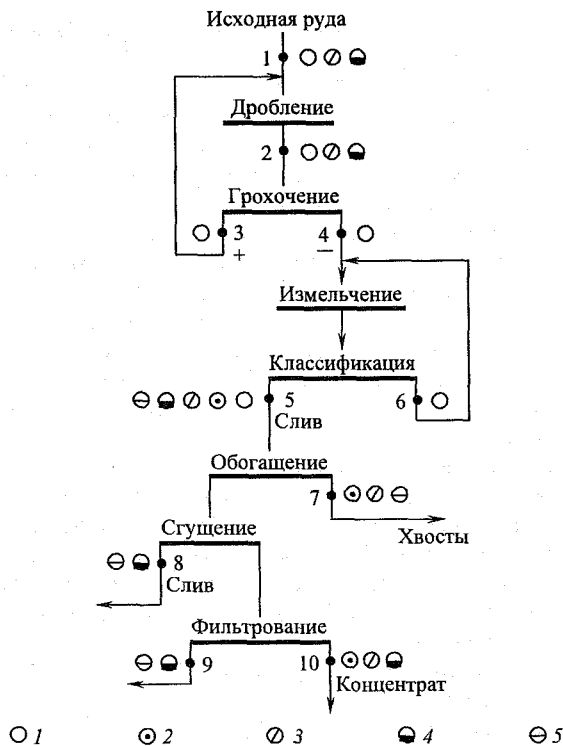


Рис. 9.1. Схема опробования:

- 1 – ситовый анализ; 2 – элементный анализ; 3 – минералогический анализ;
4 – влажность или плотность; 5 – концентрация реагентов

Контроль технологического процесса – это оценка состояния процесса путем сопоставления полученной опробованием или измеренной другим путем величины с заданным, допустимым или экстремальным значением этой величины.

По назначению и требованиям выделяют такие виды контроля:

– *оперативный контроль* и *оперативное опробование* служат для текущей оценки состояния технологического процесса и оборудования. Основное требование – минимальное запаздывание получения результатов и максимальная частота их появления даже в ущерб точности. Считается, что при оператив-

ном опробовании результирующая погрешность может быть в 2 раза выше, чем при товарном;

– *приемо-сдаточный контроль и товарное опробование* служат для итоговой оценки качества готовой продукции и качества работы обогатительной фабрики. Основное требование – минимальная погрешность результатов. Частота и запаздывание информации предопределяются характером отгрузки продукции. Товарный баланс вообще составляется один раз в месяц.

9.2. Систематическая погрешность результата опробования

Первый и главный вопрос, который возникает при получении и использовании результата опробования, – а правильно ли оно? Иногда можно поверить, что опробование правильно; иногда нужно доказать, что опробование правильно; иногда нужно доказать, что опробование неправильно.

Поверить, что опробование правильно, можно в случае, если нет никаких вопросов и проблем при использовании результатов опробования. Это значит, что соблюдены принципы опробования и не возникает разногласий.

Доказать, что опробование правильно, необходимо при внедрении методик и средств опробования, при проверке отсутствия в работе неконтролируемых трендов.

Так, ОТК постоянно сдает контрольные пробы анализируемых продуктов в химическую лабораторию. Объем контрольной выборки 8-10 %.

Наконец, доказать, что опробование неправильно, необходимо при наличии явных разногласий.

Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, погрешность измерений предопределяется случайными причинами – это характеризует *прецизионность* измерений, и систематическими причинами – это характеризует *правильность* измерений.

Для оценки этих погрешностей используется *принятое опорное значение* измеряемой величины. Это может быть согласованное (аттестованное) значение для стандартных образцов или методов измерения. Если же их нет – то математическое ожидание измеряемой характеристики.

Тогда систематическая погрешность – это разность между математическим ожиданием результатов измерений и принятым опорным значением.

Так как при опробовании минерального сырья не существует стандартных образцов опробуемых массивов, то величина систематической погрешности устанавливается именно так.

В качестве примера приведем результат проверки правильности работы механического пробоотбирателя, установленного в ОАО «Сильвинит». Принятым опорным значением является результат ручного опробования. Проверка проведена на потоке концентрата хлористого калия одновременным отбором проб механическим пробоотбирателем и ручным пробником.

Отбор проб проводился при загрузке одного вагона с формированием объединенной пробы. Опробованы 20 вагонов. В табл. 9.1 приведены полученные результаты.

Таблица 9.1

**Определение погрешности механического пробоотборника
по массовой доле хлористого калия**

Номер пробы	α_1 (руч. отбор)	α_2 (мех. отбор)	$\Delta = \alpha_2 - \alpha_1$
1	95,975	95,375	-0,600
2	95,205	95,505	0,300
3	95,440	95,400	-0,040
4	95,405	95,585	0,180
5	95,435	95,435	0,000
6	95,350	95,330	-0,020
7	95,425	95,220	-0,205
8	95,190	95,565	0,375
9	95,590	95,350	-0,240
10	96,005	95,745	-0,260
11	95,370	95,560	0,190
12	95,400	95,525	0,125
13	95,585	95,655	0,070
14	95,050	95,220	0,170
15	95,435	95,005	-0,430
16	95,245	95,120	-0,125
17	95,170	95,430	0,260
18	95,585	95,195	-0,390
19	95,555	95,055	-0,500
20	95,435	95,265	-0,170
Среднее Δ			-0,06550
Среднеквадратичное отклонение			0,28014
$t_p = \Delta \cdot \frac{\sqrt{20}}{S_\Delta}$			1,04564
t_r			2,09
Мех. способ отбора проб может быть использован, так как $t_p < t_r$.			

Систематическая погрешность должна быть предельно малой: $\Delta\alpha_{\text{сист}} \rightarrow 0$. Это обеспечивается «правильным» выполнением всех операций отробования, а именно:

– при отборе проб – равнопредставительностью элементов отробуемого массива в пробе и непредпочтительностью отбора кусков в точечную пробу;

– при подготовке проб – использованием операций с наименьшей систематической погрешностью, а также отсутствием засорения и потерь пробы. Это выражается в том, что инструменты подготовки проб тщательно очищают от остатков материалов, с которыми взаимодействовал инструмент (дробилка, грохот, сократитель и т. п.), а также собирают весь материал пробы для последующей операции. Должны быть исключены как самопроизвольное, так и преднамеренное засорение либо потери пробы;

– при анализе пробы – использованием методик и аппаратов с наименьшей систематической погрешностью, а также отсутствием засорения и потерь пробы и проверкой метода анализа по эталонным пробам.

Систематическую погрешность следует устранять, исключая вызвавшую ее причину. Для этого нужно высказать предположение о возможной причине появления систематической погрешности, устранить эту причину и получить новый результат.

Формальную проверку того, что эта причина действительно вызывает систематическую погрешность, можно выполнить по критерию Стьюдента:

$$t_p = \frac{\bar{\alpha}_1 - \bar{\alpha}_2}{S_{\Delta\bar{\alpha}}} \geq t_r.$$

Здесь $\bar{\alpha}_1$ и $\bar{\alpha}_2$ — среднее значение массовой доли до и после устранения предполагаемой причины возникновения систематической погрешности;

$S_{\Delta\bar{\alpha}}$ — среднеквадратическое отклонение разности средних;

t_p и t_r — расчетное и табличное значения критерия Стьюдента.

Если $t_p > t_r$, то предполагаемая причина действительно вызывает систематическую погрешность, и ее нужно устранить.

Лучше всего, если результат α_1 сравнивается с заранее известным — эталонным. Но опробование руд и продуктов обогащения отличается тем, что эталоны можно использовать только на заключительной операции опробования.

Выявление и устранение систематической погрешности покажем на примере медно-никелевого продукта [84].

Требование равенства нулю систематической погрешности не означает, что оно фактически выполняется. Возможных причин возникновения систематической погрешности очень много. Единственная возможность устранить систематическую погрешность — это найти и устранить вызывающую ее причину.

При производстве и приобретении медно-никелевого продукта опробование проводят у поставщика (ПС) и потребителя (ПТ). В результате обработки большого массива данных получено, что между массовой долей, зафиксированной у потребителя $\alpha_{пт}$ и у поставщика $\alpha_{пс}$, имеется систематическое расхождение: по массовой доле никеля $\alpha_{пт} - \alpha_{пс} = -0,34$ % и по массовой доле меди $+0,36$ %.

Для выявления причин этих расхождений были изучены условия и методики опробования и у поставщика, и у потребителя. Было установлено, что у потребителя истирание пробы на дисковом истирателе связано с удалением образующейся пыли через аспирационную систему.

Были взяты пробы пыли, в результате чего установлено, что удаляемая пыль обогащена никелем и обеднена медью (табл. 9.2).

Установлено также, что у потребителя после истирания проба пропусклась через контрольное сито с размером ячеек 0,071 мм. При этом 1-2 % массы пробы оказывались недробимыми и через сито не проходили, оставаясь в большей крупности, чем это допускается методикой. Анализ недробимого остатка показал, что он также обогащен никелем и обеднен медью (см. табл. 9.2). Недробимая часть добавлялась в измельченную пробу, но при отборе навесок такие

частицы в навески обычно не попадают, что в итоге также приводит к систематической погрешности (точнее – к вероятной систематической погрешности).

Таблица 9.2

Результаты анализа продуктов подготовки пробы

Продукты и массовые доли в них	Массовая доля, %					
	после измельчения на дисковом истирателе		в пыли, удаляемой в аспирационную систему		Разность	
	Ni	Cu	Ni	Cu	Ni	Cu
Массовая доля в продуктах подготовки пробы (истирания)	42,35	29,65	44,62	27,30	-2,27	+2,35
Продукты просеивания	Просеянная часть пробы		Непросеянная часть пробы		Разность	
Массовая доля в продуктах подготовки пробы (просеивания)	42,46	29,85	47,70	28,68	-5,44	+1,17

Выполненная работа позволила выявить причины систематической погрешности и устранить их. Для этого

- дисковые истиратели заменены на виброистиратели закрытого типа, что исключило пыление и удаление пыли;
- недобимый остаток стали стремиться доистирать до полного прохождения через сито, а если это не удастся, просеянную пробу и остаток взвешивают и анализируют отдельно, а результат находят как средневзвешенный.

Аналогичная работа была выполнена на пробах благородных металлов [22].

С целью изучения причин появления погрешностей, руда крупностью $-100+0$ мм была раздроблена до крупности $-2+0$ мм. Распределение металлов по классам крупности оказалось следующим (табл. 9.3).

Таблица 9.3

Распределение платины и золота в продуктах дробления

Класс, мм	Выход, %	Массовая доля, г/т	
		Pt	Au
+1,25	6,63	5,70	3,48
-1,25+0,50	31,67	22,20	6,53
-0,50+0,10	33,08	5,80	3,19
-0,10	28,62	3,70	1,14
Итого:	100,00	10,40	3,68

Из табл. 9.3 следует, что платина и золото при подготовке пробы крайне неравномерно распределяются по классам крупности. Класс $-0,1$ мм существенно обеднен металлами.

Попытки измельчать пробы (навески) до крупности $-0,1$ мм в механической ступке и виброистирателе показали, что выход класса $+0,1$ мм не снижался ниже 2,5 %, даже измельчение в мельницах в течение 210-240 мин приводило к наличию класса $+0,1$ мм в количестве 0,01-0,07 %, но с массовой долей платины 1874-10571 г/т.

Распределение платины по классам крупности составило:

Класс, мм	Выход, %	Массовая доля, г/т
+0,10	0,02	10571,0
-0,10+0,08	0,21	190,5
-0,08+0,05	3,71	85,0
-0,05	96,06	8,1
Итого:	100,00	13,45

В итоге было предложено: класс $+0,1$ мм анализировать отдельно от класса $-0,1$ мм с последующим расчетом массовой доли в навеске по уравнению баланса.

9.3. Случайная погрешность результата опробования

9.3.1. Полная формула случайной погрешности результата опробования

Опробование как технологическая процедура получения результата (массовой доли компонента) состоит из ряда последовательных операций, при выполнении каждой из которых неизбежно возникает случайная погрешность.

Особенностью случайной погрешности является то, что погрешности последовательно выполняемых операций могут только складываться. Обычно складывают квадраты среднеквадратичных отклонений погрешностей. В итоге среднеквадратичная погрешность результата опробования S_{α} :

$$S_{\alpha}^2 = S_{от}^2 + S_{под}^2 + S_{ан}^2$$

Здесь $S_{от}$ – случайная погрешность отбора пробы;

$S_{под}$ – то же подготовки пробы;

$S_{ан}$ – то же анализа.

Дополнительной особенностью случайной погрешности опробования является специфическая причина ее возникновения. Если при выполнении какого-либо измерения полагают, что причиной случайной погрешности являются небольшие неточности при выполнении измерения и случайная погрешность подчиняется нормальному закону распределения, то при опробовании случайная погрешность возникает, прежде всего, вследствие изменения массы материала, состоящего из различных по качеству кусочков, и не подчиняется нормальному закону распределения. Закон распределения случайной погрешности определения массовой доли при опробовании – асимметричный – биномиальный или Пуассона. Распределения по этим двум законам вытекают из физической сущности распределения кусков руды (см. главу 3).

В предыдущих главах были описаны указанные составляющие погрешности:

$$S_{от}^2 = \frac{S_T^2}{N_T};$$

$$S_{под}^2 = \sum_{j=1}^k \left[2f \cdot S_{к_j}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right) + S_j^2 \right];$$

$$S_{ан}^2 = \frac{1}{n_{нав}} \left[2f \cdot S_{к_{нав}}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_{нав})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{нав}} - \frac{1}{q_{пак}} \right) + \frac{1}{n_M} S_M^2 \right].$$

Здесь S_T^2 — дисперсия точечных проб для выбранного опробуемого массива либо контрольного периода;

N_T — число точечных проб;

f — коэффициент формы кусков $0,3 \div 0,5$;

$S_{к_j}^2$ — покусковая дисперсия для кусков j -й крупности;

ρ — плотность пробы;

\bar{d}_j — средний размер кусков j -й крупности;

$q_{j \text{ кон}}$ и $q_{j \text{ нач}}$ — конечная и начальная массы при сокращении кусков j -й крупности;

S_j^2 — дополнительная случайная погрешность при выполнении j -й операции сокращения;

$n_{нав}$ — число навесок, результаты которых усредняются при расчете результата анализа;

n_M — число повторных измерений при неразрушающих методах анализа;

$n_{нав, пак}$ — индексы, относящиеся к навеске и пакету, от которого отбирают навеску;

S_M — среднеквадратичная погрешность метода анализа.

Неопределенность в расчет вносят величины S_j^2 и S_M^2 .

S_j^2 — дополнительная случайная погрешность, не устанавливаемая расчетом.

Ее можно попытаться оценить как долю от погрешности подготовки в виде коэффициента качества подготовки пробы $K_{под}$. Тогда

$$S_{под}^2 = K_{под} \cdot \sum_{j=1}^k \left[2f \cdot S_{к_j}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_j)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{j \text{ кон}}} - \frac{1}{q_{j \text{ нач}}} \right) \right].$$

$K_{под}$ имеет наименьшее значение, равное единице. Это соответствует идеальному качеству выполнения всех операций подготовки пробы. Реальное значение $K_{под}$ следует устанавливать экспериментально.

Ориентировочно, по результатам испытаний Кипниса Ш. Ш. на угле, $K_{под} \approx 1,3$.

S_M^2 – погрешность метода анализа обычно представляется известной заранее. Но это не всегда оказывается так.

Это должна быть величина, называемая в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 пределом повторяемости. Но под повторяемостью понимается процедура, выполняемая в одних и тех же условиях. Но, если анализ выполняется на разных навесках, – это уже разные условия. Поэтому обычно S_M^2 находят не в чистом виде, а смешанной с погрешностью отбора навески.

Современные методы и приборы для анализа должны иметь высокую точность, в то же время декларируемые допустимые погрешности анализа связывают с массовой долей определяемого компонента, а это значит, что в допустимую погрешность включена и погрешность отбора навески.

Рекомендуемая в работе [85] типовая схема отбора и подготовки проб дробленой руды на обогатительной фабрике представлена на рис. 9.2.

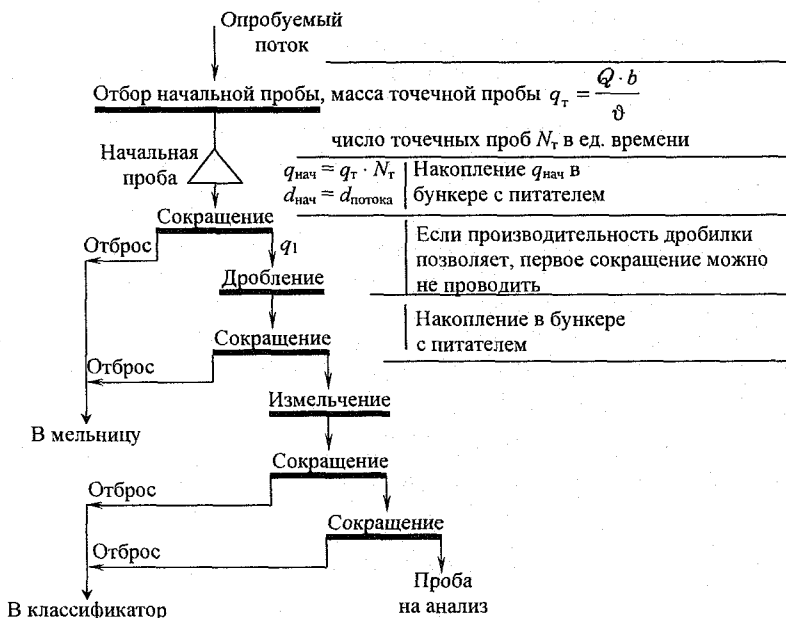


Рис. 9.2. Рекомендуемая типовая схема отбора и подготовки пробы дробленой руды

Последовательность расчета характеристик и погрешностей точки опробования.

1. Описываем известные характеристики опробуемого массива Q или M , d , $\bar{\alpha}$.
2. Назначаем контрольный период T или величину опробуемой массы M .
3. Задаемся допустимой относительной погрешностью результата опробования $P_{\alpha \text{ доп}}$.

4. Определяем дисперсию точечных проб S_T^2 для назначенного контрольного периода T или опробуемой массы M .

5. Выбираем пробоотбиратель и определяем массу точечной пробы q_T .

6. Определяем число точечных проб N_T , приняв $P_{от} \approx 0,5 P_{\alpha доп}$ или $P_{от} = 0,3 P_{\alpha доп}$, по формуле:

$$N_T = S_T^2 / S_{от}^2.$$

7. Определяем начальную массу пробы $q_{нач}$:

$$q_{нач} = q_T \cdot N_T.$$

8. Составляем предварительную схему подготовки проб, руководствуясь производительностью и степенью дробления возможных для использования дробилок, доведя начальную пробу до характеристик пакетов, например, 3 пакета массой по 100 г, крупностью 0,071 мм.

9. Указываем массу и количество навесок для анализа и метод расчета результата опробования.

10. Указываем погрешность метода анализа.

11. Рассчитываем погрешность точки опробования, записывая погрешности всех операций.

12. Анализируя составляющие погрешности, изменяем параметры схемы с целью рационализации этих параметров либо с целью достижения заданной погрешности.

9.3.2. Расчет случайной погрешности результата опробования

Пример расчета случайной погрешности результата опробования руды, концентрата и хвостов для данных, представленных в табл. 9.4.

Схемы опробования приведены на рис. 9.3 и 9.4. На рисунках C – операция сокращения и D – дробления. Не показанные на схемах после знаков равенства результаты следует найти.

Пример 9.1. Найти относительную погрешность результата опробования для трех точек фабрики: руды, концентрата и хвостов. Контрольный период – смена.

Таблица 9.4

Необходимые для расчета величины

Известные данные	Руда	Концентрат	Хвосты
1	2	3	4
Q , т/ч	300	13	287
α , %	1,8	20	0,2
S_T , %	0,11	0,7	0,04
$P_{от доп}$, %	2	0,5	3
$\beta_{ст}$, %	34,6	34,6	34,6
$d_{а max}$, мм	1,5	1,5	1,5
$d_{нач max}$, мм	20	0,3	1,0

1	2	3	4
$\rho_m, \text{кг/м}^3$	4100	4100	4100
$\rho_{\text{пл}}, \text{кг/м}^3$	3000	3000	3000
Вкрапленность	неравномерная	раскрыт	раскрыт
$n_{\text{нав}}$	2	2	3
n_m	1	2	1
$P_m, \%$	1,5	1,0	3,0

Пробоотбиратели ковшовые
ширина щели $b \geq 10 \text{ мм}$

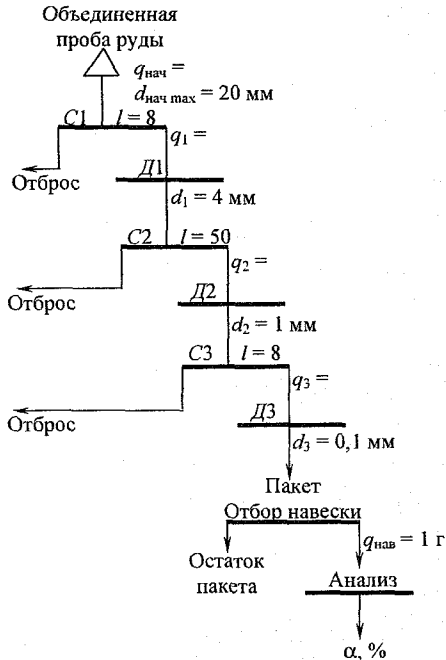


Рис. 9.3. Схема опробования руды:
 l – степень сокращения

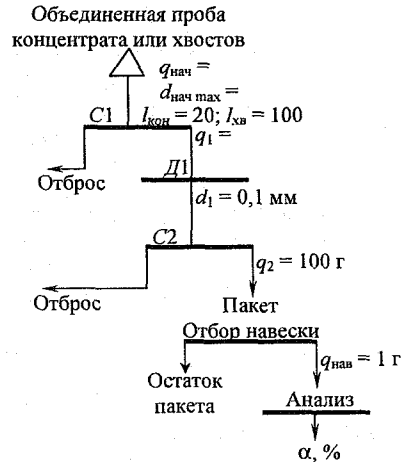


Рис. 9.4. Схема опробования концентрата или хвостов:
 l – степень сокращения

Решение:

Для точки опробования руды

Находим допустимую среднеквадратичную погрешность отбора проб:

$$S_{\text{от доп}} = \frac{P_{\text{от доп}} \cdot \alpha}{2 \cdot 100} = \frac{2 \cdot 1,8}{2 \cdot 100} = 0,018 \%$$

Находим число точечных проб:

$$N_T = \frac{S_T^2}{S_{от доп}^2} = \frac{0,11^2}{0,018^2} = 37,3.$$

Округляем N_T до 40.

Находим массу точечной пробы, приняв ширину шели ковша $b \geq 3d_{\max} = 60$ мм и скорость ковша 0,5 м/с:

$$q_T = \frac{Q \cdot b}{\vartheta} = \frac{\left(300 \cdot \frac{1000}{3600}\right) \text{ кг/с} \cdot (60 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{0,5 \text{ м/с}} = 10 \text{ кг}.$$

Находим начальную массу пробы:

$$q_{\text{нач}} = q_T \cdot N_T = 10 \cdot 40 = 400 \text{ кг}.$$

Находим случайную фактическую погрешность отбора:

$$S_{от}^2 = \frac{S_T^2}{N_T} = \frac{0,11^2}{40} = 0,0003 \text{ \%}^2.$$

Для расчета погрешности подготовки проб найдем покусковые дисперсии для сростков по формуле:

$$S_K^2(d) = S_K^2 \cdot \left(\frac{d_3 \text{ max}}{d_{\max}}\right)^b;$$

$$S_K^2 = \frac{\rho_M}{\rho_n} \cdot \alpha \cdot (\beta_M - \alpha) = \frac{4100}{3000} \cdot 1,8 \cdot (34,6 - 1,8) = 80,7 \text{ \%}^2.$$

Для $d_{\max} = 20$ мм и 4 мм:

$$S_K^2(20) = 80,7 \cdot \left(\frac{1,5}{20}\right)^{1,5} = 1,66 \text{ \%}^2;$$

$$S_K^2(4) = 80,7 \cdot \left(\frac{1,5}{4}\right)^{1,5} = 18,53 \text{ \%}^2;$$

$$S_K^2(0,1) = S_K^2 = 80,7 \text{ \%}^2, \text{ так как } 0,1 \text{ мм} < d_3 \text{ max}.$$

Находим $q_1 = 400 / 8 = 50$ кг; $q_2 = 50 / 50 = 1$ кг; $q_3 = 1 / 8 = 0,125$ кг.

Тогда погрешность подготовки:

$$\begin{aligned} S_{\text{под}}^2 &= 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 1,66 \cdot 3000 \cdot (10 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{50} - \frac{1}{400}\right) + \right. \\ &\quad \left. + 2 \cdot 0,5 \cdot 18,53 \cdot 3000 \cdot (2 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{1} - \frac{1}{50}\right) + \right. \\ &\quad \left. + 2 \cdot 0,5 \cdot 80,7 \cdot 3000 \cdot (0,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,125} - \frac{1}{1}\right) \right] = \\ &= 1,3 \cdot [87,15 \cdot 10^{-6} + 435,8 \cdot 10^{-6} + 211,8 \cdot 10^{-6}] = 955,2 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2. \end{aligned}$$

Погрешность метода анализа:

$$S_M = \frac{1,5 \cdot 1,8}{2 \cdot 100} = 0,0135 \%$$

Погрешность анализа:

$$S_{\text{ан}}^2 = \frac{1}{2} \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 80,7 \cdot 3000 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,125} \right) + \frac{1}{1} \cdot 0,0135^2 \right] = 106,1 \cdot 10^{-6} \%^2.$$

Погрешность результата опробования:

$$S_{\text{рез}}^2 = 300 \cdot 10^{-6} + 955,2 \cdot 10^{-6} + 106,1 \cdot 10^{-6} = 1361,3 \cdot 10^{-6} \%^2;$$

$$S_{\text{рез}} = 36,9 \cdot 10^{-3} \%.$$

Относительная случайная погрешность результата опробования:

$$P_{\text{рез}} = \frac{2S_{\text{рез}}}{\alpha} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 36,9 \cdot 10^{-3}}{1,8} \cdot 100 = 4,1 \%$$

Это приемлемая для руды погрешность результата опробования.

Если же желательно снизить $P_{\text{рез}}$, то нужно выполнить анализ слагаемых $S_{\text{рез}}^2$. Наибольшее слагаемое $955,2 \cdot 10^{-6}$ появилось в процессе подготовки пробы. Следовательно, следует воздействовать на технологию подготовки пробы.

Рассмотрим составляющие погрешности подготовки. Видим, что наибольший вклад в погрешность вносит вторая операция сокращения (в 50 раз!). Уменьшим степень сокращения в 5 раз, т.е. примем $l_2 = 10$. Тогда второе слагаемое в $S_{\text{под}}^2$ уменьшится в 5 раз.

Погрешность результата станет меньше:

$$S_{\text{под}}^2 = 1,3 \cdot \left[87,15 \cdot 10^{-6} + \frac{435,8}{5} \cdot 10^{-6} + 211,8 \cdot 10^{-6} \right] = 501,9 \cdot 10^{-6} \%^2.$$

$$S_{\text{рез}}^2 = 300 \cdot 10^{-6} + 501,9 \cdot 10^{-6} + 106,1 \cdot 10^{-6} = 908 \cdot 10^{-6} \%^2;$$

$$P_{\text{рез}} = \frac{2 \cdot 30,1 \cdot 10^{-3}}{1,8} \cdot 100 = 3,35 \%$$

Анализируя слагаемые погрешности, можно находить дополнительные решения по снижению погрешности результата опробования.

Для точки опробования хвостов

$$S_{\text{от доп}} = \frac{3 \cdot 0,2}{2 \cdot 100} = 0,003 \%;$$

$$N_T = \left(\frac{0,04}{0,003} \right)^2 = 177.$$

Принимаем 160 проб.

$$q_T = \frac{\left(\frac{287 \cdot 1000}{3600} \right) \cdot 10 \cdot 10^{-3}}{0,5} = 1,6 \text{ кг};$$

$$q_{\text{нач}} = 1,6 \cdot 160 = 256 \text{ кг}; \quad q_1 = 2,56 \text{ кг};$$

$$S_{\text{от}}^2 = \frac{0,04^2}{160} = 0,00001 \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4100}{3000} \cdot 0,2 \cdot (34,6 - 0,2) = 9,46 \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{под}}^2 = 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 9,46 \cdot 3000 \cdot (0,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{2,56} - \frac{1}{256} \right) + \right. \\ \left. + 2 \cdot 0,5 \cdot 9,46 \cdot 3000 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,1} - \frac{1}{2,56} \right) \right] = \\ = 1,3 \cdot [1,37 \cdot 10^{-6} + 0,034 \cdot 10^{-6}] = 1,82 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{м}} = \frac{3 \cdot 0,2}{2 \cdot 100} = 0,003 \text{ \%};$$

$$S_{\text{ан}}^2 = \frac{1}{3} \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 9,46 \cdot 3000 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,1} \right) + \frac{1}{1} \cdot (3 \cdot 10^{-3})^2 \right] = \\ = 4,17 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{рез}}^2 = 10 \cdot 10^{-6} + 1,82 \cdot 10^{-6} + 4,17 \cdot 10^{-6} = 15,99 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{рез}} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ \%};$$

$$P_{\text{рез}} = \frac{2 \cdot 4 \cdot 10^{-3}}{0,2} \cdot 100 = 4 \text{ \%}.$$

Анализируя составляющие $S_{\text{рез}}^2$, видим, что нужно снижать погрешность отбора пробы. Но это можно сделать, лишь увеличивая число точечных проб, а оно и так велико. Погрешность $P_{\text{рез}} = 4 \text{ \%}$ для хвостов – это вполне приемлемая погрешность. Можно даже уменьшить число точечных проб, например, до 80.

Тогда

$$S_{\text{от}}^2 = \frac{0,04^2}{80} = 0,00002 \text{ \%}^2;$$

$$q_{\text{нач}} = 1,6 \cdot 80 = 128 \text{ кг}.$$

Погрешности $S_{\text{под}}$ и $S_{\text{ан}}$ почти не изменяются, следовательно:

$$S_{\text{рез}}^2 = 20 \cdot 10^{-6} + 1,82 \cdot 10^{-6} + 4,17 \cdot 10^{-6} = 25,99 \cdot 10^{-6} \text{ \%}^2;$$

$$S_{\text{рез}} = 5,1 \cdot 10^{-3} \text{ \%};$$

$$P_{\text{рез}} = \frac{2 \cdot 5,1 \cdot 10^{-3}}{0,2} \cdot 100 = 5,1 \text{ \%}.$$

Это тоже весьма приемлемый для опробования хвостов результат: при анализе расчетов можно не только снизить, но и увеличить погрешность, выиграв в других параметрах опробования. В приведенном случае можно снизить число точечных проб вдвое, снизив вдвое при этом и начальную массу пробы.

Для точки опробования концентрата

$$S_{\text{от}} = \frac{0,5 \cdot 20}{2 \cdot 100} = 0,05 \%;$$

$$N_{\text{т}} = \left(\frac{0,7}{0,05} \right)^2 = 196.$$

Принимаем 120 проб.

$$q_{\text{т}} = \frac{\left(13 \cdot \frac{1000}{3600} \right) \cdot 10 \cdot 10^{-3}}{0,5} = 0,072 \text{ кг};$$

$$q_{\text{нач}} = 0,072 \cdot 120 = 8,64 \text{ кг};$$

$$q_1 = 8,64 / 20 = 0,432 \text{ кг};$$

$$S_{\text{от}}^2 = \frac{0,7^2}{120} = 0,00408 \%;$$

$$S_{\text{к}}^2 = \frac{4100}{3000} \cdot 20 \cdot (34,6 - 20) \cdot \left(1 - \frac{20}{34,6} + \frac{20 \cdot 3000}{34,6 \cdot 4100} \right)^2 = 284,9 \%;$$

$$\rho = \frac{3000 \cdot 4100 \cdot 34,6}{20 \cdot 3000 + (34,6 - 20) \cdot 4100} = 3550,6 \text{ кг/м}^3;$$

$$S_{\text{под}}^2 = 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 284,9 \cdot 3550,6 \cdot (0,15 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,432} - \frac{1}{8,64} \right) + \right.$$

$$\left. + 2 \cdot 0,5 \cdot 284,9 \cdot 3550,6 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,1} - \frac{1}{0,432} \right) \right] =$$

$$= 1,3 \cdot [7,51 \cdot 10^{-6} + 0,97 \cdot 10^{-6}] = 10,673 \cdot 10^{-6} \%;$$

$$S_{\text{м}} = \frac{1,0 \cdot 20}{2 \cdot 100} = 0,1 \%;$$

$$S_{\text{ан}}^2 = \frac{1}{2} \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 284,9 \cdot 3550,6 \cdot (0,05 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,1} \right) + \frac{1}{2} \cdot 0,1^2 \right] =$$

$$= 2562,5 \cdot 10^{-6} \%;$$

$$S_{\text{рез}}^2 = 4080 \cdot 10^{-6} + 10,673 \cdot 10^{-6} + 2562,5 \cdot 10^{-6} = 6710 \cdot 10^{-6} \%;$$

$$S_{\text{рез}} = 81,9 \cdot 10^{-3} \%;$$

$$P_{\text{рез}} = \frac{2 \cdot 81,9 \cdot 10^{-3}}{20} \cdot 100 = 0,82 \%.$$

Погрешность опробования концентрата приемлема.

Расчет случайной погрешности с накоплением проб

Накопление проб в схеме опробования следует учитывать при расчете случайной погрешности, а именно: дисперсия точечных проб за период накопления (другой контрольный период) изменится, а остальные погрешности уменьшатся.

На рис. 9.5 представлена схема получения результата опробования мелкозернистого хлористого калия. Пробы отбирают один раз в час (число точечных проб – одна), получая анализ за час, остаток проб накапливают за смену (12 проб), получая сменный анализ, остаток проб накапливают за декаду (20 проб), получая анализ за декаду.

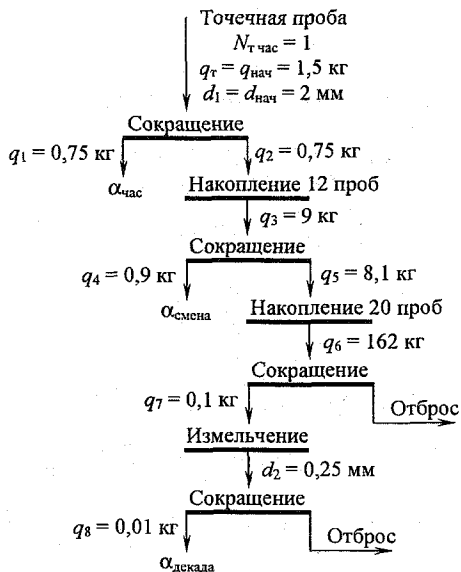


Рис. 9.5. Схема подготовки с накоплением проб

Соответственно в формуле для расчета погрешности отбора проб дисперсия точечных проб должна быть найдена для контрольного периода 1 час, и эта дисперсия делится на 1 пробу, для расчета за смену – дисперсия точечных проб за смену, которая делится на 12 проб. Наконец, для расчета за декаду должна быть найдена дисперсия точечных проб за декаду, в последующем делимая на $12 \times 20 = 240$ проб.

Для этого по данным предыдущих опробований получена зависимость дисперсии точечных проб от контрольного периода (рис. 9.6).

Расчет погрешности опробования за час:

$$\begin{aligned}
 S_{\alpha \text{ час}}^2 &= \frac{S_{\text{Т час}}^2}{N_{\text{Т час}}} + 2f \cdot S_{\text{к}}^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_1} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right) + S_{\text{ан}}^2 = \\
 &= \frac{0,0025^2}{1} + 2 \cdot 0,5 \cdot 238,75 \cdot 2000 \cdot (1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,75} - \frac{1}{1,5} \right) + 0,315^2 = \\
 &= 0,0996 \%^2;
 \end{aligned}$$

$$P_{\alpha \text{ час}} = \frac{2 \cdot 0,316}{95,5} \cdot 100 = 0,66 \%$$

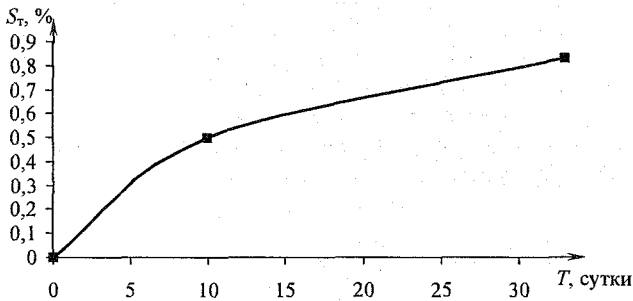


Рис. 9.6. Зависимость дисперсии точечных проб КС1 мелкозернистого от контрольного периода (T)

Расчет погрешности опробования за декаду:

$$\begin{aligned}
 S_{\alpha \text{ декада}}^2 &= \frac{S_T^2 \text{ декада}}{N_T \text{ декада}} + \left\{ 2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_1)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_2} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right) / 12 + \right. \\
 &+ 2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_1)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_5} - \frac{1}{q_3} \right) \left. \right\} / 20 + 2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_1)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_7} - \frac{1}{q_6} \right) + \\
 &+ 2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d}_2)^3 \cdot \left(\frac{1}{q_8} - \frac{1}{q_7} \right) + S_{\text{ан}}^2 = \\
 &= \frac{0,313^2}{12 \cdot 20} + \left\{ 2 \cdot 0,5 \cdot 238,75 \cdot 2000 \cdot (1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,75} - \frac{1}{1,5} \right) / 12 + \right. \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 238,75 \cdot 2000 \cdot (1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{8,1} - \frac{1}{9} \right) \left. \right\} / 20 + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 238,75 \cdot 2000 \cdot (1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,1} - \frac{1}{162} \right) + \\
 &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 238,75 \cdot 2000 \cdot (0,125 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,01} - \frac{1}{0,1} \right) + 0,315^2 = 0,105 \text{ \%}^2; \\
 P_{\alpha \text{ декада}} &= \frac{2 \cdot 0,323}{95,5} \cdot 100 = 0,68 \%.
 \end{aligned}$$

Этот пример характерен тем, что в связи с изменением дисперсии точечных проб, а также в связи с малой погрешностью отбора проб погрешности опробования в целом для контрольных интервалов 1 час и 1 декада практически совпадают. Фактически сказывается лишь погрешность анализа.

9.3.3. Расчет случайных погрешностей реализованных систем отробования

Отробование руды на асбестообогатительной фабрике

Условия отробования: производительность конвейера 2000 т/ч, крупность руды $d_{\max} = 130$ мм, крупность пробы для анализа $d = 15$ мм, масса пробы для анализа 12 кг, периодичность отбора проб каждые 10 мин. Анализируется сменная проба. Средний размер волокон асбеста 3,5 мкм.

Для отбора проб установлен лотковый пробоотбиратель с шириной щели лотка $b = 3d_{\max} = 3 \cdot 130 = 390$ мм и со скоростью пересечения потока 0,37 м/с. Пробоотбиратель отбирает точечную пробу массой:

$$q_{\tau} = \frac{Q \cdot b}{v} = \frac{\left(\frac{2000 \cdot 1000}{3600} \right) \text{ кг/с} \cdot (390 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{0,37 \text{ м/с}} = 586 \text{ кг.}$$

Число точечных проб:

$$N_{\tau} = 480 \text{ мин} / 10 \text{ мин} = 48.$$

Начальная масса пробы:

$$q_{\text{нач}} = 586 \cdot 48 = 28128 \text{ кг.}$$

По предварительным оценкам потока руды в точечных пробах такой массы возможна массовая доля асбеста максимальная $\alpha_{\max} = 3$ % и минимальная $\alpha_{\min} = 0,8$ %. Отсюда

$$S_{\tau} = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{4} = \frac{3 - 0,8}{4} = 0,55 \text{ \%}.$$

Схема механизированной подготовки пробы представлена на рис. 9.7.

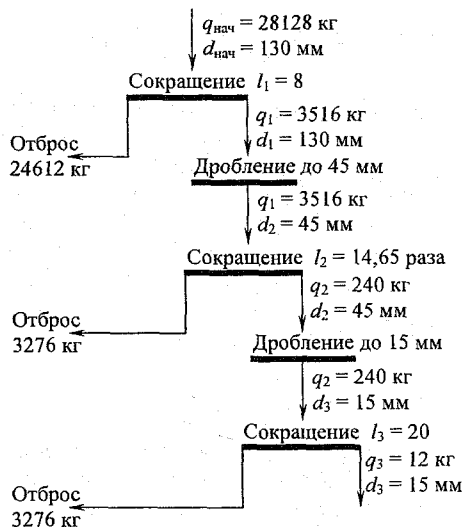


Рис. 9.7. Схема и расчетные величины подготовки пробы асбестовой руды

Дробление проводится в щековых дробилках, сокращение производится непрерывно вращающимися секторными сократителями, делающими 6-12 отсечек в минуту.

Перед каждым сократителем имеется бункер с питателем.

Расчет случайной погрешности:

$$S_{от}^2 = \frac{0,55^2}{48} = 0,0063 \%^2.$$

Покусковая дисперсия найдена по формуле $S_K^2(d) = \frac{\rho_M}{\rho_{II}} \cdot \alpha \cdot \beta_M \cdot \left(\frac{\bar{d}_3}{d}\right)^{3-b}$.

Для асбестовой руды $\rho_M \approx \rho_{II}$ и $b = 2$ (слоистая вкрапленность). Следовательно,

$$S_K^2(d) = \alpha \cdot \beta_M \cdot \left(\frac{\bar{d}_3}{d}\right).$$

Численные значения приведены в табл. 9.5.

Таблица 9.5

К расчету покусковых дисперсий

Максимальная крупность $d_{max}, \text{мм}$	Средняя крупность $\bar{d}, \text{мм}$	Покусковая дисперсия $S_K(d), \%^2$
130	65	10,2
45	22,5	29,5
15	7,5	88,7

$$\begin{aligned} S_{под}^2 &= 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 10,2 \cdot 2600 \cdot (65 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{3516} - \frac{1}{28128} \right) + \right. \\ &+ 2 \cdot 0,5 \cdot 29,5 \cdot 2600 \cdot (22,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{240} - \frac{1}{3516} \right) + \\ &\left. + 2 \cdot 0,5 \cdot 88,7 \cdot 2600 \cdot (7,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{12} - \frac{1}{240} \right) \right] = \\ &= 1,3 \cdot [1777 \cdot 10^{-6} + 3360 \cdot 10^{-6} + 7686 \cdot 10^{-6}] = 0,017 \%^2. \end{aligned}$$

Анализ подготовленной пробы крупностью 15 мм и массой 12 кг выполняется по специфической для асбеста методике анализа, предусматривающей многократное дробление и извлечение волокон асбеста с последующим их взвешиванием.

Декларируемая относительная погрешность метода анализа $P_\alpha = 10\%$, тогда

$$\begin{aligned} S_{ан} &= \frac{P \cdot \alpha}{2 \cdot 100} = \frac{10 \cdot 1,9}{2 \cdot 100} = 0,095 \% \\ &\text{или } S_{ан}^2 = 0,009 \%^2. \end{aligned}$$

Здесь α – средняя массовая доля асбеста в руде.

В итоге получим:

$$S_{\text{рез}}^2 = 0,0063 + 0,017 + 0,009 = 0,0323 \%^2;$$

$$S_{\text{рез}} = 0,18 \%;$$

$$P_{\text{рез}} = \frac{2 \cdot 0,18}{1,9} \cdot 100 = 18,95 \%.$$

Т. е. такая система опробования позволяет оценить сменную массовую долю асбеста в руде со случайной относительной погрешностью 18,95 %.

Опробование золотосодержащей руды

Схема подготовки золотосодержащей руды [57] показана на рис. 9.8. Флюсовая руда – золото мелкое $d_3 = 0,1$ мм, вкрапленность – редкая равномерная, массовая доля золота 2 г/т.

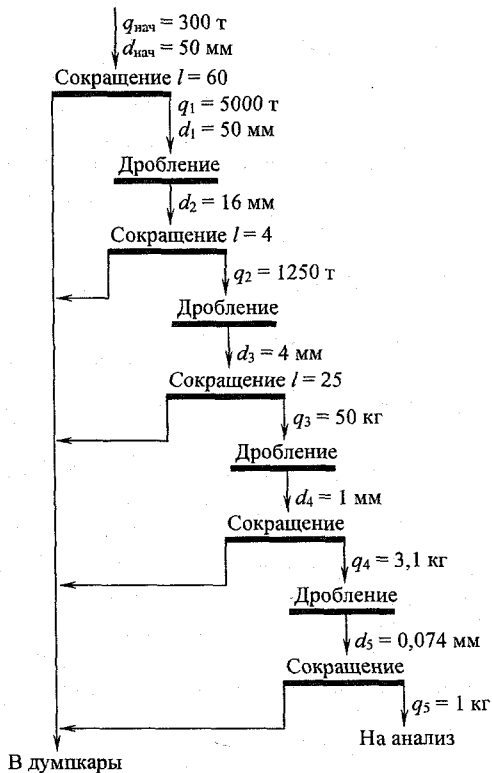


Рис. 9.8. Схема опробования золотосодержащей руды

Для всех значений крупности руды, указанных на рис. 9.8, находим покусковую дисперсию (табл. 9.6):

$$S_k^2 = \frac{\rho_M}{\rho_{II}} \cdot \alpha \cdot \beta_M = \frac{18000}{2650} \cdot 2 \cdot 10^6 = 13,6 \cdot 10^6 \text{ (г/т)}^2;$$

$$S_k^2(d) = S_k^2 \cdot \left(\frac{d_3}{d}\right)^{3-b}; \quad b = 0.$$

Таблица 9.6

К расчету покусковой дисперсии

d_{\max} , мм	\bar{d} , мм	Условие	$S_k^2(d)$, (г/т) ²
0,074	0,037	$d < d_3$	$13,6 \cdot 10^6$
1,0	0,5	$d > d_3$	$10^{-3} \cdot 13,6 \cdot 10^6$
4,0	2,0	— « —	$15,6 \cdot 10^{-6} \cdot 13,6 \cdot 10^6$
16,0	8,0	— « —	$244 \cdot 10^{-9} \cdot 13,6 \cdot 10^6$
50,0	25,0	— « —	$8 \cdot 10^{-9} \cdot 13,6 \cdot 10^6$

Расчет погрешности подготовки:

$$\begin{aligned} S_{\text{под}}^2 = & 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot (8 \cdot 10^{-9} \cdot 13,6 \cdot 10^6) \cdot 2650 \cdot (25 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{5000} - \frac{1}{300000} \right) + \right. \\ & + 2 \cdot 0,5 \cdot (244 \cdot 10^{-9} \cdot 13,6 \cdot 10^6) \cdot 2650 \cdot (8 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{1250} - \frac{1}{5000} \right) + \\ & + 2 \cdot 0,5 \cdot (15,6 \cdot 10^{-6} \cdot 13,6 \cdot 10^6) \cdot 2650 \cdot (2 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{50} - \frac{1}{1250} \right) + \\ & + 2 \cdot 0,5 \cdot (10^{-3} \cdot 13,6 \cdot 10^6) \cdot 2650 \cdot (0,5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{3,1} - \frac{1}{50} \right) + \\ & \left. + 2 \cdot 0,5 \cdot (13,6 \cdot 10^6) \cdot 2650 \cdot (0,037 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{1} - \frac{1}{3,1} \right) \right] = \\ = & 1,3 \cdot [9 + 27 + 900 + 13515 + 12778] \cdot 10^{-7} = 0,00354 \text{ (г/т)}^2; \end{aligned}$$

$$S_{\text{под}} = 0,06 \text{ г/т};$$

$$P_{\text{под}} = \frac{2 \cdot 0,06}{2} \cdot 100 = 6 \text{ \%}.$$

Для золотосодержащей руды это очень хороший результат подготовки пробы.

Система опробования железной руды

Схема цепи аппаратов системы опробования представлена на рис. 9.9.

При работе конвейеров № 17 и 18 пробоотборники пересекают потоки руды с периодичностью шесть раз в час. Ширина щели пробоотборника 80 мм. Заполнение пробоотборников пробой производится при их ходе вперед и назад. При каждом ходе отбирается одна проба. Отобранная проба, проходя через грохот, разделяется на надрешетный и подрешетный продукт.

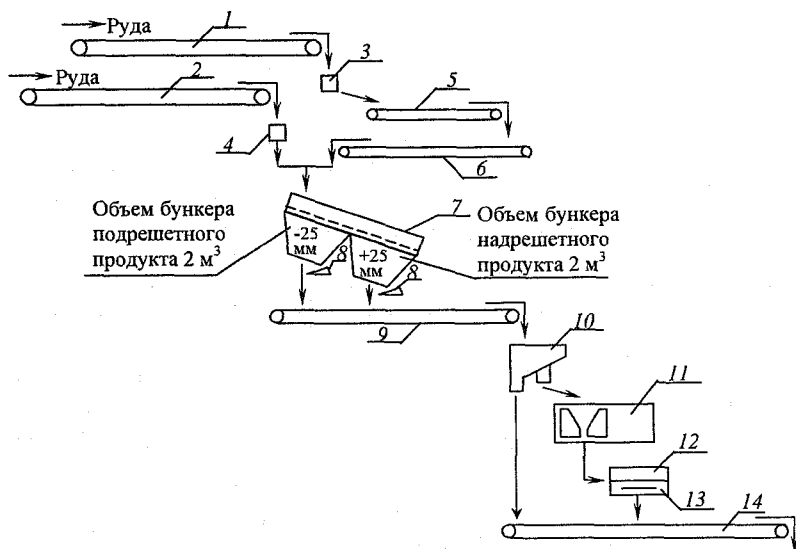


Рис. 9.9. Схема цепи аппаратов системы опробования руды:

1 – конвейер № 17; 2 – конвейер № 18; 3 – пробоотборник № 1; 4 – пробоотборник № 2; 5 – конвейер № 16 ($B = 500$ мм, $L = 6,9$); 6 – конвейер № 26 ($B = 500$ мм, $L = 7,5$); 7 – грохот вибрационный ГИЛ-11; 8 – шибер; 9 – конвейер № 3 ($B = 500$ мм); 10 – сократитель № 1; 11 – дробилка «Бойд»; 12 – сократитель № 2; 13 – ящик для проб; 14 – конвейер № 4

Каждая фракция попадает в свой бункер, где ее масса определяется системой взвешивания, состоящей из весового терминала ТВ-009 с четырьмя тензодатчиками, при этом система учитывает массу налипшей на бункер руды. Информация о массе взвешенной фракции передается терминалом по интерфейсу RS-485 в контроллер. Результаты опробования отображаются на дисплее ЭВМ, установленном в операторской цеха дробления, в виде графиков и таблиц, с указанием времени отбора проб и выхода класса крупности свыше 25 мм.

После взвешивания в бункерах открываются шиберы, и руда сбрасывается на конвейер № 3.

С конвейера № 3 через пересыпное устройство проба попадает в секторный сократитель № 1, где происходит сокращение пробы в 15 раз. Сокращенная проба дробится в дробилке «Бойд» до крупности менее 2 мм, затем вновь подвергается сокращению в 40-50 раз в сократителе.

Конечная проба направляется на пробоподготовку к химическому анализу на железо общее и магнитное.

Расчетная схема системы опробования руды представлена на рис. 9.10.

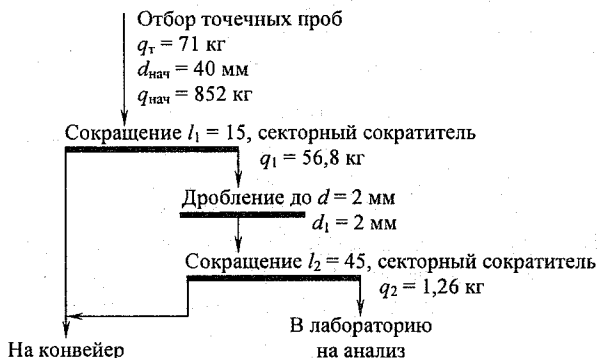


Рис. 9.10. Расчетная схема опробования руды на Качканарском ГОКе

Производительность конвейера 4000 т/ч, ширина щели лотка $b = 80$ мм, скорость пересечения потока $\vartheta = 1,25$ м/с. Пробоотборник лотковый:

$$q_{\text{т}} = \frac{\left(4000 \cdot \frac{1000}{3600}\right) \text{ кг/с} \cdot (80 \cdot 10^{-3}) \text{ м}}{1,25 \text{ м/с}} = 71 \text{ кг.}$$

Число точечных проб – 3 пробы в час.

Анализируется двухчасовая проба.

Дисперсия точечных проб $S_{\text{т}}^2 = 0,16 \%$. Тогда погрешность отбора двухчасовой пробы:

$$S_{\text{от}}^2 = \frac{S_{\text{т}}^2}{N_{\text{т}}} = \frac{0,16}{6} = 0,027 \%$$

Так как производительность фабрики высокая, подача руды осуществляется двумя конвейерами и отбор проб осуществляется двумя пробоотбирателями, в итоге начальная масса двухчасовой пробы:

$$q_{\text{нач}} = 2 \cdot q_{\text{т}} \cdot N_{\text{т}} = 2 \cdot 71 \cdot 6 = 852 \text{ кг.}$$

Покусковую дисперсию определяли по формулам:

$$S_{\text{к}} = \frac{\alpha_{\text{max}} - \alpha_{\text{min}}}{4},$$

где α_{max} и α_{min} – максимальная и минимальная массовые доли в кусках крупностью 40 мм.

$$S_{\text{к}}(40) = \frac{20 - 0}{4} = 5 \%$$

Для кусков крупностью 2 мм:

$$S_{\text{к}}(2) = \frac{70 - 0}{4} = 17,5 \%$$

Плотность руды была определена экспериментально и составила $\rho = 3410 \text{ кг/м}^3$.

В итоге погрешность подготовки проб:

$$S_{\text{под}}^2 = 1,3 \cdot \left[2 \cdot 0,5 \cdot 5^2 \cdot 3410 \cdot (20 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{56,8} - \frac{1}{852} \right) + 2 \cdot 0,5 \cdot 17,5^2 \cdot 3410 \cdot (1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{1,26} - \frac{1}{56,8} \right) \right] = 0,0156 \%^2.$$

Проба массой 1,26 кг каждые два часа направляется в лабораторию на анализ. Погрешность пробы массой 1,26 кг крупностью 2 мм:

$$S_{\text{пробы}}^2 = S_{\text{от}}^2 + S_{\text{под}}^2 = 0,027 + 0,0156 = 0,0426 \%^2;$$

$$S_{\text{пробы}} = 0,206 \%;$$

$$P_{\text{пробы}} = \frac{2 \cdot 0,206}{15,76} \cdot 100 = 2,6 \%.$$

Здесь 15,76 – средняя массовая доля железа в руде.

В технологическую схему опробования встроена система определения грансостава по сити 25 мм.

Погрешность оценки грансостава в точечной пробе можно оценить по формуле:

$$S_R^2 = \frac{f \cdot \rho \cdot d_c}{4q} \left(d_{\text{max}}^2 - \frac{d_c^4}{d_{\text{max}}^2} \right).$$

Здесь f – коэффициент формы, $f = 0,5$;

ρ – плотность руды, $\rho = 3410 \text{ кг/м}^3$;

d_{max} – максимальный размер кусков, $d_{\text{max}} = 40 \text{ мм}$;

d_c – размер ячеек сита, на котором выполняется рассев, $d_c = 25 \text{ мм}$;

q – масса пробы, $q = 71 \text{ кг}$.

$$S_R^2 = \frac{0,5 \cdot 3410 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{4 \cdot 71} \cdot \left[(40 \cdot 10^{-3})^2 - \frac{(25 \cdot 10^{-3})^4}{(40 \cdot 10^{-3})^2} \right] = 2,02 \cdot 10^{-4} \text{ (д. е.)}^2;$$

$$S_R = 0,0142 \text{ д. е., или } 1,42 \%,$$

т. е. абсолютная погрешность оценки грансостава по сити 25 мм с 95 % доверительной вероятностью $\Delta R = 2 \cdot 1,42 = 2,84 \%$. Так как за два часа выполняется 12 измерений, то для средних двухчасовых результатов $S_R = 0,004$, а $\Delta R = \pm 0,8 \%$.

9.3.4. Экспериментальное определение случайных погрешностей операций отбора, подготовки и анализа проб

Оценка случайных погрешностей технологических операций опробования основывается на многократном их выполнении и вычислении среднеквадратичного отклонения результатов от среднего.

Если на различных пробах, подготовленных к анализу (их число n), выполнить по два одинаковых анализа (рис. 9.11, а), то погрешность анализа можно будет найти по формуле:

$$S_{\text{ан}} = \frac{\bar{R}_{\text{ан}}}{1,13}.$$

Средний размах:

$$\bar{R}_{\text{ан}} = \sum_{i=1}^n R_i.$$

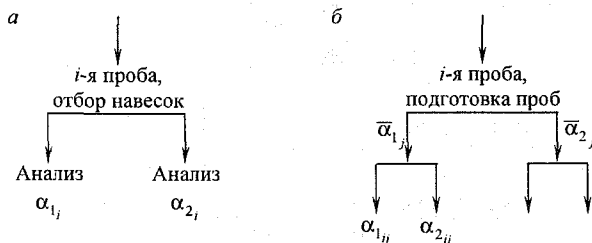


Рис. 9.11. Схемы:

а – параллельных анализов; б – параллельной подготовки и анализов

Размах:

$$R_i = |\alpha_{1i} - \alpha_{2i}|.$$

Если включить в эту цепочку подготовку проб (рис. 9.11, б), можно найти погрешность подготовки совместно с погрешностью анализа:

$$S_{\text{под+ан}} = \frac{\bar{R}_{\text{под+ан}}}{1,13};$$

$$\bar{R}_{\text{под+ан}} = \sum_{j=1}^m R_j;$$

$$R_j = |\bar{\alpha}_{1j} - \bar{\alpha}_{2j}|.$$

Погрешность подготовки можно найти по формуле сложения дисперсий:

$$S_{\text{под+ан}}^2 = S_{\text{под}}^2 + \frac{S_{\text{ан}}^2}{2}.$$

Отсюда

$$S_{\text{под}}^2 = S_{\text{под+ан}}^2 - \frac{1}{2} S_{\text{ан}}^2.$$

Погрешность анализа разделена на два, так как дисперсия $S_{\text{под+ан}}^2$ найдена по средним значениям результатов двух анализов.

Такая процедура предписывается ГОСТ 14180-80. При этом отбирать одинаковые пробы предлагается не менее чем на 10 разных партиях одного и

того же вида продукции, близких по массовой доле контролируемого компонента (различие должно быть не более чем в два раза). Но в ГОСТ 14180-80 погрешность подготовки проб названа погрешностью опробования.

По схеме, изложенной в стандарте, от каждой партии отбирают две объединенные пробы, тогда $m = 20$ и $n = 40$.

Если включить в эту цепочку отбор проб (рис. 9.12), то можно найти погрешность отбора совместно с погрешностью подготовки и анализа:

$$S_{\text{от+под+ан}} = \frac{R_{\text{от+под+ан}}}{1,13};$$

$$\bar{R}_{\text{от+под+ан}} = \sum_{l=1}^k R_l;$$

$$R_l = |\bar{\alpha}_{1l} - \bar{\alpha}_{2l}|.$$

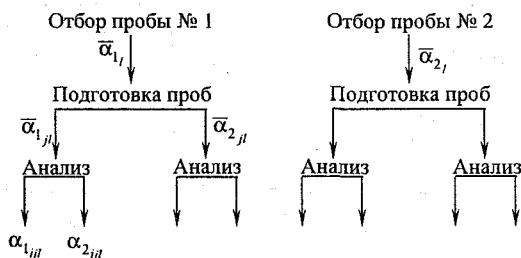


Рис. 9.12. Схема получения погрешностей отбора, подготовки и анализа

Погрешность отбора пробы можно найти по формуле:

$$S_{\text{от}}^2 = S_{\text{от+под+ан}}^2 - \frac{1}{2} S_{\text{под+ан}}^2.$$

Так как обычно рассматривается связь поставщик – потребитель, то предлагается такую работу выполнять на одной и той же партии, как у поставщика, так и у потребителя, с получением погрешностей анализа и опробования по изложенной схеме.

Дополнительно в этом случае находят размах результатов между анализами у поставщика и потребителя по опробованию десяти партий:

$$\bar{R}_{\text{пост+потр}} = \frac{1}{10} \sum_{l=1}^{10} R_l;$$

$$R_l = |\bar{\alpha}_{l\text{пост}} - \bar{\alpha}_{l\text{потр}}|;$$

$$S_{\text{пост+потр}}^2 = \left(\frac{\bar{R}_{\text{пост+потр}}}{1,13} \right)^2 - \frac{1}{2} \left[\frac{S_{(\text{под+ан})\text{пост}}^2 + S_{(\text{под+ан})\text{потр}}^2}{2} \right].$$

Одновременно предлагается определить (оценить) отсутствие систематических расхождений в результатах опробования поставщика и потребителя. Это

определение ГОСТ 14180-80 предлагает оценивать по критерию перемены знаков: разность между $\bar{\alpha}_{\text{пост}}$ и $\bar{\alpha}_{\text{потр}}$ не должна иметь постоянного знака на 10 партиях (достаточно иметь хотя бы одну разницу результатов противоположного знака для того, чтобы полагать, что систематическая погрешность отсутствует).

В целом это первое указание в стандартах по отбору проб о необходимости определения систематической погрешности.

Однако это положение стандарта не является обоснованным, так как нельзя заранее принять в качестве *принятого опорного значения* ни результаты поставщика, ни результаты потребителя. А это значит, что отсутствие систематических погрешностей следует устанавливать как у поставщика, так и у потребителя, анализируя технологии опробования.

9.3.5. Пример экспериментального определения случайных погрешностей опробования

В работе [86] с помощью дисперсионного анализа найдены погрешности сокращения проб слива гидроциклона. Эксперимент проводился по схеме, представленной на рис. 9.13.

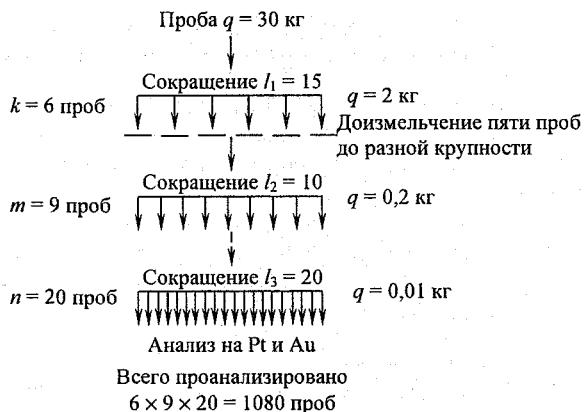


Рис. 9.13. Схема эксперимента

По формуле

$$S_3^2 = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m \sum_{v=1}^n (\alpha_{ijv} - \bar{\alpha}_{ij})^2}{km(n-1)} = 0,64 \text{ (г/т)}^2$$

найдена суммарная погрешность третьей операции сокращения и пробирно-спектрального анализа.

По формуле

$$S_{c2}^2 = S_2^2 - \frac{S_3^2}{n} = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m (\bar{\alpha}_{ji} - \bar{\alpha}_j)^2}{k(m-1)} - \frac{1}{20} S_3^2 = 0,53 - \frac{0,64}{20} = 0,5 \text{ (г/г)}^2$$

по формуле найдена погрешность второй операции сокращения,
по формуле

$$S_{c1}^2 = \frac{\sum_{i=1}^k (\bar{\alpha}_i - \bar{\alpha})^2}{k-1} - \frac{1}{180} S_2^2 = 0,269 - \frac{0,53}{180} = 0,266 \text{ (г/г)}^2$$

– погрешность первой операции сокращения.

В итоге среднеквадратичная погрешность, г/г:

первого сокращения – 0,51

второго сокращения – 0,7

третьего сокращения вместе с анализом – 0,8.

Отметим, что первому сокращению подвергался материал исходной крупности, а на последующих операциях сокращения – измельченный.

В итоге получены результаты, приведенные в табл. 9.7.

Таблица 9.7

**Среднеквадратичные экспериментальные погрешности сокращения
и пробирно-спектрального анализа проб на Pt и Au**

Операции	q _{нач} , кг	q _{кон} , кг	Крупность	Сокращение с помощью механических сократителей, г/г		Сокращение вручную, г/г		Расчетные значения, г/г	
				Pt	Au	Pt	Au	Pt	Au
Первое сокращение	30	2	Исходная Слив гидроциклона	0,51	0,092	–	–	0,274	0,125
Второе сокращение	2	0,2	От исходной до 100 % класса –0,044 мм	0,7	0,171	3,01	0,84	0,2	0,086
Третье сокращение	0,2	0,01	То же	0,8	0,151	2,45	0,5	0,87 без анализа	0,396
Все операции	–	–	–	1,157	0,246	3,88	0,977	0,934 без анализа	0,424 без анализа
Относительные итоговые погрешности, %				28,8	26,6	96,6	105,6	23,3	45,8

В статье не приводятся данные, достаточные для количественного выделения погрешности анализа, но эти данные показательны тем, что показывают

соизмеримость и даже преобладание погрешностей подготовки проб над погрешностью метода анализа.

Массовая доля платины 8,03 г/г, золота 1,85 г/г.

Для изложенных условий найдены теоретические расчетные погрешности сокращения для платины.

Для первого сокращения (принимаям крупность $d_{\max} = 0,2$ мм):

$$S_c^2 = 2f \cdot S_k^2 \cdot \rho \cdot (\bar{d})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right) = 2f \cdot \rho_M \cdot \alpha \cdot \beta_M \cdot (\bar{d})^3 \cdot \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right);$$

$$S_{c1}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 20000 \cdot 8,03 \cdot 10^6 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{2} - \frac{1}{30} \right) = 0,0752 \text{ (г/г)}^2;$$

$$S_{c1} = 0,274 \text{ г/г.}$$

Для второго сокращения (крупность $d_{\max} = 0,074$ мм):

$$S_{c2}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 20000 \cdot 8,03 \cdot 10^6 \cdot (0,037 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,2} - \frac{1}{2} \right) = 0,036 \text{ (г/г)}^2;$$

$$S_{c2} = 0,2 \text{ г/г.}$$

Для третьего сокращения (крупность $d_{\max} = 0,074$ мм):

$$S_{c3}^2 = 2 \cdot 0,5 \cdot 20000 \cdot 8,03 \cdot 10^6 \cdot (0,037 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,01} - \frac{1}{0,2} \right) = 0,76 \text{ (г/г)}^2;$$

$$S_{c3} = 0,87 \text{ г/г.}$$

Аналогичные расчеты выполнены и по золоту. В табл. 9.7 эти результаты приведены в колонке «Расчетные значения». Отметим, что относительные погрешности определения массовой доли в отдельных пробах велики, особенно при ручном выполнении работ.

Таблица 9.8

Среднеквадратичные абсолютные погрешности опробования сливов классификаторов за смену (S), а также их относительные значения (P)

Элемент	Случайные погрешности, %							
	опробования за смену		в том числе					
			отбор проб		подготовка проб		анализ проб	
S_α	P_α	$S_{от}$	$P_{от}$	$S_{под}$	$P_{под}$	$S_{ан}$	$P_{ан}$	
Никель	0,025	9,1	0,0082	3,0	0,0100	3,6	0,0217	7,9
$\alpha_{Ni} = 0,55$ %								
Медь	0,012	10,4	0,0017	1,5	0,0051	4,4	0,0108	9,4
$\alpha_{Cu} = 0,23$ %								
Кобальт	0,003	26,1	0,0008	7,0	0,0020	17,4	0,0025	21,7
$\alpha_{Co} = 0,023$ %								

Экспериментальная работа по определению случайных погрешностей опробования была выполнена на контрольном периоде одна смена [87]. Для такого малого контрольного периода были получены небольшие коэффициенты вариации: по никелю – 6,2 %; по меди – 6,5 % и по кобальту – 7,3 %. Число точечных проб за смену должно составлять 24-32, т. е. отбор точечных проб сле-

дует выполнять с интервалом 15-20 минут. Полученные результаты представлены в табл. 9.8.

Из табл. 9.8 следует, что условия отбора и подготовки проб определены лучше, чем анализ, погрешность которого по всем металлам заметно превышает погрешности отбора и подготовки проб. Очевидно, в этих условиях следует улучшить технологию анализа. Что конкретно следует делать, можно предложить после расчета погрешности отбора навески и оценки других составляющих методики анализа.

ПОСТАВЩИК-ПОТРЕБИТЕЛЬ

10.1. О взаимоотношениях поставщика
с потребителем минерального сырья

Взаимоотношения поставщика с потребителем, и наоборот, всегда связаны с погрешностями опробования.

Так как при этом обсуждается разность получаемых результатов, то для выводов следует привлечь погрешность этой разности.

Среди трех входящих в расчет количества ценного компонента величин – сырой массы M , влажности W и массовой доли α – наибольшее влияние на погрешность определения количества ценного компонента оказывает α – массовая доля.

Наиболее распространенные относительные случайные погрешности определения массы $P_m = 0,5-1\%$; влажности (в диапазоне 10-5%) – 5-10% и массовой доли – 2-5% показывают, что именно погрешность массовой доли определяет погрешность расчета количества ценного компонента. Для указанных пределов погрешностей вклад погрешности определения массовой доли в погрешность расчета количества ценного компонента составляет 88-95%.

При опробовании у поставщика – горного предприятия или обогатительной фабрики – и любого потребителя измеренное значение массовой доли:

$$\alpha_{\text{изм}} = \alpha_{\text{ист}} + (-)\Delta\alpha_{\text{сист}} \pm \Delta\alpha_{\text{сл}} - \Delta\alpha_{\text{всп}} - \Delta\alpha_{\text{мет}},$$

где $\Delta\alpha_{\text{сист}}$ – систематическая погрешность как принципиально устранимая должна быть равна нулю;

$\Delta\alpha_{\text{сл}} = \Delta\alpha_{\text{сл отбора}} + \Delta\alpha_{\text{сл подготовки}} + \Delta\alpha_{\text{сл анализа}}$ – рассчитываемая на основе теории опробования величина;

$\Delta\alpha_{\text{всп}}$ – не устранимая, но рассчитываемая вероятная систематическая погрешность, имеющая одинаковый знак у поставщика и потребителя;

$\Delta\alpha_{\text{мет}}$ – погрешность одного знака, зависящая от методики анализа, как у поставщика, так и у потребителя.

Возможное расхождение в результатах анализа:

$$\Delta\alpha_{\text{рез}} = \alpha_{\text{изм потр}} - \alpha_{\text{изм пост}} = \Delta\alpha_{\text{сист}} \pm \Delta\alpha_{\text{рез сл}} - \Delta\alpha_{\text{рез всп}} - \Delta\alpha_{\text{рез мет}}.$$

Вероятная систематическая и методическая погрешности изучены недостаточно и обычно в расчет не принимаются, но их существование может оказывать существенное влияние на выводы. Недостаточная изученность сказывается и на том, что стандарты и инструкции опробования не предусматривают их учет.

10.2. Установление допустимых пределов случайных погрешностей

Случайные погрешности при опробовании неизбежны. И хотя они могут быть изменены изменением методик и параметров опробования, их в любом случае следует установить экспериментальным или расчетным методом.

Если $S_{\alpha \text{ пост}}$ и $S_{\alpha \text{ потр}}$ – среднеквадратичные случайные погрешности опробования у поставщика и потребителя (опробования в целом, а не только анализа!), то случайная погрешность расхождения:

$$\Delta\alpha_{\text{случ}} = t_T \sqrt{\frac{S_{\alpha \text{ пост}}^2}{n_{\text{пост}}} + \frac{S_{\alpha \text{ потр}}^2}{n_{\text{потр}}}} = t_T \sqrt{S_{\bar{\alpha}}^2 \text{ пост} + S_{\bar{\alpha}}^2 \text{ потр}}.$$

Если случайные погрешности результатов $S_{\bar{\alpha}}^2 \text{ потр}$ и $S_{\bar{\alpha}}^2 \text{ пост}$ одинаковы, то получаем распространенную формулу для допустимого предела расхождения в результатах опробования:

$$\Delta\alpha_{\text{случ}} = t_T \sqrt{2} \cdot S_{\bar{\alpha}} \approx 2,8 S_{\bar{\alpha}}.$$

Вообще говоря, эта величина $\Delta\alpha_{\text{случ}}$ имеет символическое значение. Ясно, что 95 % результатов опробования попадут в этот диапазон. Если же отдельный результат выйдет за этот предел, то нет оснований его сразу браковать, да и для доказательства наличия систематической погрешности этот результат нельзя использовать, так как возможны отклонения как в пользу поставщика, так и в пользу потребителя. Это может быть поводом к анализу и совершенствованию методик опробования как у поставщика, так и у потребителя, как это делают в случае установления систематической погрешности.

Обычно принимают, что согласованным результатом опробования является среднее значение:

$$\bar{\alpha} = \frac{\alpha_{\text{пост}} + \alpha_{\text{потр}}}{2}.$$

Случайная погрешность $\bar{\alpha}$ будет определяться случайными погрешностями каждого из результатов $\alpha_{\text{пост}}$ и $\alpha_{\text{потр}}$, в связи с чем случайные отклонения от среднего у поставщика и потребителя будут одинаковыми, но, естественно, с разными знаками.

Доказывать на основе превышения $|\Delta\alpha|$ отдельной партии допустимого предела $|\Delta\alpha_{\text{случ}}|$ правоту поставщика или потребителя *нелогично*.

10.3. Выявление и устранение систематической погрешности

Во взаимоотношениях поставщика и потребителя доказательство наличия или отсутствия систематической погрешности играет особую роль. Если со случайной погрешностью приходится мириться, ведь она неизбежна, то наличие систематической погрешности всегда вызывает крайне отрицательную реакцию.

Однако установить наличие систематической погрешности достаточно трудно, так как при опробовании не существует эталона результата. Правильность опробования можно лишь *обеспечить* выполнением двух принципов опробования (с дополнениями).

Поэтому первый и основной путь устранения систематической погрешности при опробовании как у поставщика, так и потребителя состоит в использовании *правильных методик опробования*.

Другими словами, и у поставщика, и у потребителя должны быть разработаны методики опробования, исключающие систематические погрешности. Такие методики должны разрабатываться на основе действующих стандартов, иметь ясное теоретическое обоснование и подробное описание всех операций.

Целесообразно, чтобы методики опробования у поставщика и у потребителя были взаимно согласованы.

Такой путь, как правило, исключает большие систематические погрешности и во многих случаях вполне достаточен.

Однако технология опробования многооперационна, ее реализуют несколько работников с использованием различных инструментов и приспособлений, что вызывает на практике отклонения от выполнения принципов опробования. При оценке методики трудно установить, насколько существенны эти отклонения. А отклонения от принципов опробования могут возникнуть и при отборе, и при подготовке, и при анализе пробы. Случайная же погрешность опробования велика, и уловить на ее фоне систематическую погрешность бывает затруднительно. Но это единственный путь выявления систематической погрешности. Состоит он в применении критерия Стьюдента к оценке значимости расхождения средних результатов опробования. Расчетное значение критерия Стьюдента t_p :

$$t_p = \frac{|\Delta\alpha|}{S_{\Delta\alpha}} = \frac{|\bar{\alpha}_{\text{пост}} - \bar{\alpha}_{\text{потр}}|}{\sqrt{S_{\bar{\alpha}_{\text{пост}}}^2 + S_{\bar{\alpha}_{\text{потр}}}^2}} = \frac{|\bar{\alpha}_{\text{пост}} - \bar{\alpha}_{\text{потр}}|}{\sqrt{\frac{S_{\alpha_{\text{пост}}}^2}{n_{\text{пост}}} + \frac{S_{\alpha_{\text{потр}}}^2}{n_{\text{потр}}}}}$$

Здесь $\bar{\alpha}_{\text{пост}}$ и $\bar{\alpha}_{\text{потр}}$ — средние результаты опробования по $n_{\text{пост}}$ пробам поставщика и $n_{\text{потр}}$ пробам потребителя;

$S_{\alpha_{\text{пост}}}$ и $S_{\alpha_{\text{потр}}}$ — среднеквадратичные случайные погрешности по методикам поставщика и потребителя.

Когда t_p превысит t_t критерия Стьюдента, полученная разность $|\Delta\alpha|$ по абсолютной величине может считаться установленной систематической погрешностью. Для $n > 8$ табличное значение критерия Стьюдента можно принимать равным двум.

Заметим, что этот вывод не позволяет сказать, у кого возникает эта погрешность, — у поставщика или потребителя. В частности, если она существует и у поставщика, и у потребителя, причем равной величины и с одинаковыми знаками, то таким путем она вообще не будет обнаружена.

Но если наличие систематической погрешности установлено, то должна быть выявлена причина ее возникновения, не замеченная при составлении и утверждении методик опробования. Для этого методики как у поставщика, так и у потребителя должны быть подвергнуты тщательному профессиональному анализу, на основе чего должны быть выявлены возможные причины возникновения систематической погрешности, после чего следует внести в методики соответствующие изменения, вновь взаимно согласовав их.

Так как такая работа трудоемка и длительна, ее целесообразно начинать при заметном превышении расчетного значения критерия Стьюдента, в частности, равного двум.

При необходимости эта работа может повториться.

10.4. Выявление и учет вероятной систематической погрешности

Давным-давно я разговаривал с начальником ОТК Кентауской обогатительной фабрики. Фабрика поставляла свинцовые концентраты на завод в г. Чимкент. Я спросил:

– Бывают ли претензии от потребителя (завода) при получении концентратов?

– Бывают, – ответил начальник ОТК, – если, по мнению потребителя, качество концентрата по свинцу меньше, чем мы записали в сопроводительных документах.

– Что же Вы делаете?

– Я даю указание повторить анализы, но не только по свинцу, но и по серебру. После повторных анализов претензии, как правило, снимаются. Если я проигрываю на свинце, то выигрываю на серебре.

Этот ответ заставил задуматься. По-видимому, результаты опробования дополнительно предопределяются необычными погрешностями. А это, прежде всего, вероятная систематическая погрешность.

Вероятная систематическая погрешность становится заметной при опробовании бедных (или очень богатых) продуктов.

Так как рассматривается один и тот же продукт, опробуемый и у поставщика, и у потребителя, то следует считать, что $\Delta\alpha_{\text{всп}}$ поставщика и $\Delta\alpha_{\text{всп}}$ потребителя имеют один и тот же знак. Поэтому анализом разности результатов опробования вероятная систематическая погрешность не может быть выявлена.

Однако, в связи с тем, что ее появление связано с некоторой вероятностью, вероятную систематическую погрешность следует рассчитать и учитывать при анализе $\Delta\alpha$, увеличивая нижний предел возможного $\Delta\alpha$:

$$-\Delta\alpha_{\text{случ+всп}} = -(2,8S_{\bar{\alpha}} + 2\Delta\alpha_{\text{всп}}).$$

$$\text{Так как } P_{\text{всп}} = \frac{P_{\text{сл}}^2}{4},$$

$$\text{то } \Delta\alpha_{\text{всп}} = P_{\text{всп}} \cdot \bar{\alpha} = \frac{P_{\text{сл}}^2 \cdot \bar{\alpha}}{4} = \frac{4 \cdot S_{\bar{\alpha}}^2 \cdot \bar{\alpha}}{\bar{\alpha}^2 \cdot 4} = \frac{S_{\bar{\alpha}}^2}{\bar{\alpha}},$$

$$\begin{aligned} \text{т. е.} \quad -\Delta\alpha_{\text{случ+всп}} &= -\left(2,8S_{\bar{\alpha}} + 2\frac{S_{\bar{\alpha}}^2}{\bar{\alpha}}\right) = -S_{\bar{\alpha}}(2,8 + 2V_{\bar{\alpha}}) = -(2,8 + 2V_{\bar{\alpha}})S_{\bar{\alpha}}; \\ +\Delta\alpha_{\text{случ+всп}} &= 2,8S_{\bar{\alpha}} - 2\frac{S_{\bar{\alpha}}^2}{\bar{\alpha}} = S_{\bar{\alpha}}(2,8 - 2V_{\bar{\alpha}}) = (2,8 - 2V_{\bar{\alpha}})S_{\bar{\alpha}}. \end{aligned}$$

Здесь $V_{\bar{\alpha}}$ – коэффициент вариации в долях единицы.

Вообще, для того чтобы вероятная систематическая погрешность сказывалась как можно меньше, следует тщательно прорабатывать методические вопросы.

Так, принято выполнять пробирный анализ на навеске 50 г. В то же время число зерен определяемого компонента в навеске должно быть не менее 100.

Пусть необходим анализ материала крупностью $d = 0,1$ мм с массовой долей золота $\alpha = 0,2$ г/т. Найдем среднее число золотинок \bar{m} в $q = 1$ кг:

$$\bar{m} = \frac{q \cdot \alpha}{f \cdot \rho \cdot d^3} = \frac{1 \text{ кг} \cdot 0,2 \cdot 10^{-6} \text{ д. е.}}{0,5 \cdot 18000 \text{ кг/м}^3 \cdot (0,1 \cdot 10^{-3})^3 \text{ м}^3} = 22 \text{ зерна.}$$

Это значит, что для уменьшения влияния вероятной систематической погрешности до приемлемой величины (не более 1 %) следует выполнять анализ на навесках массой 5 кг, а не 50 г.

Так, анализ кварцевой крупки крупностью 0,2 мм проводится на навеске 0,2 кг для определения массовой доли порядка 1 г/т = 10^{-6} д. е. тяжелых по отношению к кварцу минералов средней плотностью 3000 кг/м³. Найдем среднее количество зерен тяжелых минералов:

$$\bar{m} = \frac{q \cdot \alpha}{f \cdot \rho \cdot d^3} = \frac{0,2 \cdot 10^{-6}}{0,5 \cdot 3000 \cdot (0,2 \cdot 10^{-3})^3} = 17 \text{ зерен.}$$

И в этом случае можно рекомендовать увеличение массы навески до 1-1,5 кг.

10.5. Выявление и учет методической погрешности

Методическая погрешность возникает вследствие асимметрии распределения массовой доли в точечных пробах (и в навесках для анализа), и ее величина имеет один и тот же знак как у поставщика, так и у потребителя.

Однако у нее есть особенности, отличающие ее от вероятной систематической погрешности:

1. Величина методической погрешности зависит от допустимого предела случайной погрешности (предела повторяемости или предела воспроизводимости), принятого при анализе у поставщика и потребителя.

2. Величина методической погрешности разности результатов опробования у поставщика и потребителя зависит от принятого во взаимоотношениях между ними уровня открытости и доверия. Так, если разность показателей в пользу потребителя игнорируется, а в пользу поставщика перепроверяется, то эта погрешность будет всегда работать в пользу потребителя.

С целью исключения методической погрешности мы рекомендуем:

- 1) в отличие от ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 вычислять всегда среднее арифметическое анализов и не вычислять медиану;
- 2) в необходимых случаях увеличивать число результатов опробования (всего опробования, а не только анализа) и принимать за истину среднее арифметическое поставщика и потребителя независимо от величины $\Delta\alpha$.

Другими словами, появление неприемлемых величин $\Delta\alpha$ должно приводить к улучшению взаимно согласованных методик опробования и у поставщика, и у потребителя, но не к отбрасыванию исключительных результатов.

10.6. Рекомендуемые правила

С целью лучшего согласования интересов приведем рекомендуемые правила отношений поставщика с потребителем и наоборот.

1. Разработать и взаимно согласовать методики опробования с выполнением необходимых расчетов параметров опробования.
2. Принимать за истину для расчетов среднее арифметическое всех результатов опробования у поставщика и потребителя.

Отказаться от расчета медианы, т. е. не отбрасывать никакие результаты анализа.

Пределы воспроизводимости (повторяемости) использовать не для отбрасывания результатов, а для совершенствования методик.

3. Проверять качество выполнения всех операций опробования, в т. ч. анализа, на резервном (т. е. не на том, который сейчас опробуется) материале, не связывая проверку с конкретными экономическими расчетами.

4. Обеспечить полную открытость и доступность для обсуждения и использования всех без исключения результатов опробования.

5. Накапливать все результаты для выявления возможных систематических погрешностей.

С целью снижения риска и увеличения выгоды потребителю всегда выгоднее:

1. Применять облегченные варианты опробования, а именно:
 - меньшее число точечных проб;
 - меньшие массы проб на любой из операций подготовки проб;
 - меньшие величины навесок;
 - меньшее число параллельных навесок.
2. Применять жесточенные методики оценки результатов параллельных определений при анализе и решительно браковать «плохие» результаты.

Поставщику выгоднее принимать протivotположные решения.

При привлечении к анализу арбитражной лаборатории ее анализ будет смещаться в сторону поставщика или потребителя в зависимости от степени близости ее методик и требований к методикам и требованиям поставщика или потребителя. Если методические требования арбитража по п. 1 мягче, а по п. 2 жестче, чем требования тех и других, арбитраж вынесет решение, приближающееся к зани-

жающей стороне, и, наоборот, если же у арбитра промежуточные требования, то оценку его смещения следует оценивать по конкретным условиям.

При выполнении согласованных расхождений $\Delta\alpha$ по уровню случайных погрешностей в выгоде оказывается, как правило, потребитель, так как истинное значение массовой доли будет больше на величину:

$$\Delta\alpha = \Delta\alpha_{\text{всп потр}} + \Delta\alpha_{\text{мет потр}}.$$

Это позволяет дополнительно оценить возможный риск и признать, что для потребителя приемлема разница:

$$\Delta\alpha_{\text{рез}} = \sqrt{2} \cdot t \cdot S_{\alpha} + \Delta\alpha_{\text{всп потр}} + \Delta\alpha_{\text{мет потр}}.$$

Изложенные соображения относятся к продуктам с правоасимметричным распределением массовой доли в точечных пробах, т. е. к бедным продуктам. Это типичная ситуация во взаимоотношениях «горное предприятие – обогатительная фабрика». Это типичная ситуация «обогатительная фабрика – металлургическое предприятие» по сопутствующим компонентам (золото и серебро в медном и цинковом концентрате и т. п.).

Для богатых продуктов (имеющих левоасимметричное распределение) выводы и рекомендации будут противоположными. И здесь в выгоде оказывается, как правило, поставщик. Поэтому потребителю следует руководствоваться требованием:

$$\Delta\alpha_{\text{рез}} = \sqrt{2} \cdot t \cdot S_{\alpha} - \Delta\alpha_{\text{всп потр}} - \Delta\alpha_{\text{мет потр}}.$$

Это типичная ситуация «обогатительная фабрика – потребитель готовой продукции» при весьма богатых концентратах (калийные соли, кварцевая крупка, асбест и т. п. по основному компоненту).

ИЗМЕРЕНИЕ МАСС, ВЛАЖНОСТИ, ПЛОТНОСТИ И КРУПНОСТИ

11.1. Способы измерения масс. Прямое взвешивание

Диапазон измеряемых масс при добыче и переработке минерального сырья чрезвычайно велик – от микрограммов до миллионов тонн. Сами измеряемые массы могут быть неподвижными и находящимися в движении.

Существует два способа измерения масс:

- непосредственное взвешивание;
- косвенное взвешивание.

Масса – основной измеряемый показатель опробуемого массива. Поэтому массу стремятся определить с возможно меньшей погрешностью. Однако у этого снижения есть предел, определяемый в разных ситуациях по-разному.

Так, один из стандартов ГОСТ-12166-66 Нормы точности взвешивания регламентирует погрешность взвешивания руд $\pm 1,0$ %, а концентратов $\pm 0,5$ % (нетто).

Современные весы позволяют превысить эти показатели. Так, погрешность взвешивания вагонными весами находится в диапазоне 0,1-0,25 %. Конечно, это аппаратная погрешность, погрешность взвешивания собственно руды (нетто) может быть выше, так как нужно обеспечить высокую чистоту тары.

Прямое взвешивание всех входящих продуктов и концентратов предусмотрено Правилами рациональной комплексной переработки минерального сырья (твердые полезные ископаемые), ПБ 03-234-98.

Для непосредственного взвешивания следует лишь подобрать подходящие весы.

Непосредственное взвешивание возможно для продуктов, находящихся в каких-либо емкостях либо перемещаемых конвейерами.

При взвешивании определяется влажная масса M .

Сухая масса $M_{\text{сух}}$ находится с учетом влажности W по формуле:

$$M_{\text{сух}} = M \cdot (1 - W).$$

Однако существует много ситуаций, когда продукт невозможно поместить в емкость, тогда приходится применять косвенное взвешивание.

11.2. Косвенное измерение массы

Косвенное измерение массы состоит в том, что измеряются объем V и насыпная плотность опробуемого массива $\rho_{\text{нас}}$, а масса рассчитывается по формуле:

$$M = V \cdot \rho_{\text{нас}}.$$

Так как насыпная плотность определяется для естественного состояния массива, то расчетом находится влажная масса.

Измерение объема. Опробуемые массивы обычно имеют произвольную форму, сформировавшуюся в процессе возникновения массива. Объем определяется путем измерения характерных для образовавшейся фигуры размеров с использованием для расчета формул геометрии. Так как простые формулы существуют только для простых фигур, необходимой предварительной операцией становится геометризация, т. е. разбиение сложной фигуры на несколько простых: куб, пирамида, конус, цилиндр и т. п. Характерные размеры и формулы объема этих фигур широко известны.

Однако возникают решения, несколько усложняющие эту задачу с целью получения более точного результата [88].

Традиционные геодезические методы не позволяют определить объем отвала с погрешностью менее 3 %.

Применение лазерного сканера для получения точечной модели поверхности позволяет определить объем с погрешностью 1-0,5 %.

Так, при сканировании склада руды на Качканарском ГОКе длиной 220 м, шириной 27 м и глубиной 16 м получена модель, обеспечившая указанную погрешность.

Масса сухого материала в пульпе определяется по формуле:

$$M_{\text{сух}} = V \cdot (\delta - 1000) \cdot \frac{\rho_{\text{ТВ}}}{\rho_{\text{ТВ}} - 1000}.$$

Здесь V – объем пульпы, м^3 ;

δ – плотность пульпы, $\text{кг}/\text{м}^3$;

$\rho_{\text{ТВ}}$ – плотность твердого в пульпе, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Объем пульпы, находящейся в емкости, рассчитывается как объем тела, ограничиваемого стенками сосуда и поверхностью пульпы.

Объем пульпы, протекающей по трубопроводу либо желобу, определяется по формуле:

$$V = Q \cdot T = S_{\text{п}} \cdot v \cdot T,$$

где Q – расход пульпы, $\text{м}^3/\text{с}$;

$S_{\text{п}}$ – площадь сечения потока пульпы, м^2 ;

v – скорость пульпы, $\text{м}/\text{с}$;

T – контрольный период, с.

Таким образом, для косвенного измерения массы необходимо, кроме объема, измерение таких величин, как влажность, плотность пульпы, плотность твердого и насыпная плотность.

11.3. Измерение насыпной плотности

Измерение насыпной плотности проводится экспериментально с использованием пробы, помещаемой в сосуд с известным объемом V_c . Сосуд с пробой взвешивается, и по массе пробы q находят насыпную плотность:

$$\rho_{\text{нас}} = \frac{q}{V_c}.$$

Такое определение насыпной плотности не исключает появления систематической погрешности. Дело в том, что насыпная плотность предопределяется условиями «насыпки», т. е. формирования массива, а создать полностью идентичные условия «насыпки» реального массива и пробы в измерительном сосуде невозможно. На насыпную плотность влияют продолжительность существования массива – со временем он уплотняется, а также давление отдельных частей массива на другие либо воздействие внешних сил. В методиках измерения насыпной плотности пытаются учесть эти и другие особенности массива.

В некоторых случаях, когда опробуемый массив достаточно уплотнен, из него извлекают пробу заданного объема, например, 1 м³, и взвешивают ее, исключая тем самым проблему «насыпки» пробы в сосуд.

Насыпная плотность закономерно изменяется по высоте опробуемого массива в связи с его самоуплотнением под действием давления верхних слоев на нижние. Простейший закон изменения – линейный. Насыпная плотность на глубине h :

$$\rho_{h \text{ нас}} = \frac{\rho_{H \text{ нас}} - \rho_{0 \text{ нас}}}{H} \cdot h + \rho_{0 \text{ нас}}.$$

Здесь $\rho_{0 \text{ нас}}$ и $\rho_{H \text{ нас}}$ – насыпная плотность на поверхности массива и на глубине H .

Обычно насыпная плотность составляет 0,5-0,6 плотности материала в массиве.

Конкретные примеры приведены в работе [89]. Так, показано, что насыпная плотность гранитного щебня составляет 1380-1500 кг/м³ при плотности гранита 2700 кг/м³, т. е. насыпная плотность гранита крупностью от 5 до 40 мм составляет 0,51-0,55 плотности гранита в массиве, а насыпная плотность щебня из габбро-диабазов составляет 1570-1620 кг/м³ при плотности габбро-диабазы 3050 кг/м³. Отношение насыпной плотности к плотности в массиве для габбро-диабазов составляет 0,51-0,53.

Отмечена зависимость насыпной плотности от лещадности щебня. С изменением лещадности щебня фракции 20-40 мм от 12 до 35 % насыпная плотность изменяется от 1430 до 1340 кг/м³ (снижается на 6,3 %), т. е. кубовидный щебень укладывается плотнее.

Увеличение доли мелких частиц, заполняющих пустоты между крупными зернами, приводит к увеличению насыпной плотности. Так, повышение доли зерен крупностью 5-10 мм во фракции 5-20 мм до 43,2 % приводит к увеличению насыпной плотности гранитного щебня до 1564 кг/м³, что дает коэффициент 0,58.

11.4. Погрешность косвенного измерения массы

Так как при косвенном измерении массы расчет выполняется по формулам, то и погрешности рассчитываются по соответствующим индивидуальным формулам.

Формулы погрешностей следующие:

$$\text{Для } M = V \cdot \rho_{\text{нас}} \quad P_M^2 = P_V^2 + P_{\rho_{\text{нас}}}^2.$$

Для $M = l \cdot b \cdot h \cdot \rho_{\text{нас}}$ $P_M^2 = P_l^2 + P_b^2 + P_h^2 + P_{\rho_{\text{нас}}}^2$.

Пример 11.1. Найти массу M и случайную погрешность определения массы ΔM для отвала руды.

Дано: объем $V = 12000 \text{ м}^3$;
 насыпная плотность $\rho_{\text{нас}} = 1800 \text{ кг/м}^3$;
 случайные погрешности измерения:
 относительная $P_V = 3,5 \%$;
 среднеквадратичная $S_{\rho} = 40 \text{ кг/м}^3$.

Решение:

$$M = V \cdot \rho_{\text{нас}} = 12000 \text{ м}^3 \cdot 1800 \text{ кг/м}^3 = 21600000 \text{ кг} = 21600 \text{ т.}$$

$$P_{\rho} = \frac{2 \cdot S_{\rho}}{\rho} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 40 \text{ кг/м}^3}{1800 \text{ кг/м}^3} \cdot 100 \% = 4,44 \%$$

$$P_M^2 = P_V^2 + P_{\rho_{\text{нас}}}^2 = 3,5^2 + 4,44^2 = 32 \text{ \%}^2.$$

$$P_M = 5,66 \%$$

$$\Delta M = \frac{P_M \cdot M}{100} = \frac{5,66 \cdot 21600}{100} = 1221,9 \text{ т.}$$

$$M_{\text{ист}} = M \pm \Delta M = (21600 \pm 1221,9) \text{ т.}$$

Таким образом, определяя массу 21600 т в указанных условиях, мы можем ошибиться на 1221,9 т.

Пример 11.2. Найти массу M и случайную погрешность ее определения ΔM для склада руды.

Дано: склад руды в форме параллелепипеда с размерами:

$$l = 15 \text{ м}; b = 8 \text{ м}; h = 4 \text{ м};$$

$$\text{объем } V = 12000 \text{ м}^3;$$

$$\text{насыпная плотность } \rho_{\text{нас}} = 2000 \text{ кг/м}^3;$$

относительные случайные погрешности измерения:

$$P_l = P_b = P_h = 1,6 \% \text{ и } P_{\rho} = 3 \%$$

Решение:

$$M = V \cdot \rho_{\text{нас}} = l \cdot b \cdot h \cdot \rho_{\text{нас}} = 15 \text{ м} \cdot 8 \text{ м} \cdot 4 \text{ м} \cdot 2 \text{ т/м}^3 = 960 \text{ т.}$$

$$P_M^2 = P_l^2 + P_b^2 + P_h^2 + P_{\rho}^2 = 1,6^2 + 1,6^2 + 1,6^2 + 3^2 = 16,68 \text{ \%}^2.$$

$$P_M = 4,08 \%$$

$$\Delta M = \frac{4,08 \cdot 960}{100} = 39,2 \text{ т.}$$

$$M_{\text{ист}} = (960 \pm 39,2) \text{ т.}$$

Следовательно, измеряя массу 960 т, можно ошибиться на 39,2 т.

11.5. Измерение плотности твердого

Плотности чистых минералов известны и приводятся во всех справочниках, правда, чаще всего указывается диапазон, в котором эта плотность может находиться.

Плотность сростков двух минералов можно найти по формуле:

$$\rho_{\text{ср}} = \frac{\rho_1 \cdot \rho_2 \cdot \beta_2}{\rho_1 \cdot \beta_{\text{ср}} + \rho_2 \cdot (\beta_2 - \beta_{\text{ср}})}.$$

Здесь ρ_1 и ρ_2 — плотности первого и второго минералов;

β_2 и $\beta_{\text{ср}}$ — массовая доля какого-либо компонента, находящегося только во втором минерале и в сростке.

Эту формулу применяют для определения плотности руды, приняв все породные минералы за один с плотностью $\rho_{\text{п}}$, а $\beta_{\text{ср}}$ заменяют массовой долей определяемого компонента в руде α :

$$\rho_{\text{руды}} = \frac{\rho_{\text{п}} \cdot \rho_{\text{м}} \cdot \beta_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}} \cdot \alpha + \rho_{\text{м}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha)}.$$

Если плотность руды $\rho_{1\text{руды}}$ известна для значения $\alpha = \alpha_1$, то плотность руды $\rho_{2\text{руды}}$ с массовой долей α_2 можно найти по формуле:

$$\rho_{2\text{руды}} = \frac{\rho_{1\text{руды}} \cdot \rho_{\text{м}} \cdot \beta_{\text{м}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha_1)}{\alpha \cdot \rho_{1\text{руды}} \cdot (\beta_{\text{м}} - \alpha_1) + (\beta_{\text{м}} - \alpha_2) \cdot (\rho_{\text{м}} \cdot \beta_{\text{м}} - \rho_{1\text{руды}} \cdot \alpha_1)}.$$

Плотность как отдельных кусков, так и рудной массы в целом может существенно отличаться от табличных и расчетных в связи с наличием в реальных кусках пустот, газово-жидких включений и т. п. Известно, что плотность кусков закономерно увеличивается с уменьшением их размера.

Экспериментально плотность отдельных кусков определяется путем взвешивания этих кусков в воздухе с определением его массы $m_{\text{к}}$ и измерения его объема путем погружения куска в измерительный цилиндр по объему вытесненной воды $V_{\text{к}}$. Тогда

$$\rho_{\text{к}} = \frac{m_{\text{к}}}{V_{\text{к}}}.$$

Экспериментально плотность порошкообразных продуктов определяется пикнометрическим методом. Для этого последовательно взвешивают пустой пикнометр m_1 , пикнометр с навеской m_2 , пикнометр с водой m_3 и пикнометр с навеской и водой m_4 . Плотность рассчитывают по формуле:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}}.$$

Пикнометрические измерения плотности твердой фазы наиболее распространены и точны (ГОСТ 25732-88 (СТ СЭВ 3594-88) Методы определения истинной, объемной, насыпной плотности и пористости).

Состав продуктов на обогатительных фабриках подвержен значительным изменениям. В связи с этим плотность твердого ρ может меняться в больших пределах.

С целью повышения точности расчетов массы твердого в пульпе для многих продуктов установлены достаточно тесные корреляционные связи плотности твердого с массовой долей какого-либо элемента. Для сульфидных руд это могут быть сера и железо (рис. 11.1 и 11.2). Эти зависимости получены для пирротинового концентрата Норильской обогатительной фабрики.

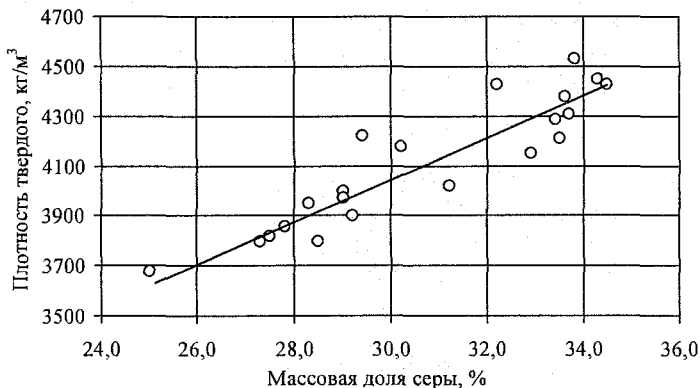


Рис. 11.1. Взаимосвязь массовой доли серы и плотности твердой фазы пирротинового концентрата

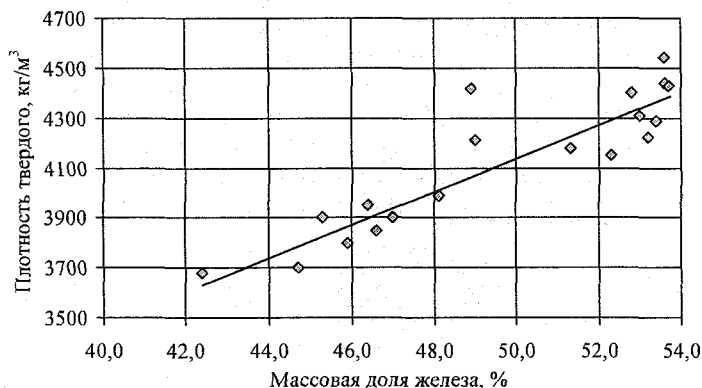


Рис. 11.2. Взаимосвязь массовой доли железа и плотности твердой фазы пирротинового концентрата

Пример 11.3. Найти плотность железной руды.

Дано: плотность магнетита $\rho_m = 5000 \text{ кг/м}^3$;
 плотность породы $\rho_n = 3000 \text{ кг/м}^3$;
 массовая доля железа в руде $\alpha = 28 \%$;
 массовая доля железа в магнетите $\beta_m = 72,6 \%$.

Решение:

$$\rho = \frac{\rho_n \cdot \rho_m \cdot \beta_m}{\rho_n \cdot \alpha + \rho_m \cdot (\beta_m - \alpha)} = \frac{3000 \cdot 5000 \cdot 72,6}{3000 \cdot 28 + 5000 \cdot (72,6 - 28)} = 3547,2 \text{ кг/м}^3.$$

Пример 11.4. Найти зависимость плотности железной руды от массовой доли железа в ней.

Дано: плотность магнетита $\rho_m = 5000 \text{ кг/м}^3$;
 плотность породы $\rho_n = 3000 \text{ кг/м}^3$;
 массовая доля железа в руде $\alpha = 40 \%$;
 $\rho_{\text{руды}} = 3547,2 \text{ кг/м}^3$ при $\alpha_1 = 28 \%$.

Решение:

$$\rho = \frac{\rho_{\text{руды}} \cdot \rho_m \cdot \beta_m \cdot (\beta_m - \alpha_1)}{\rho_{\text{руды}} \cdot \alpha \cdot (\beta_m - \alpha_1) + (\rho_m \cdot \beta_m - \rho_{\text{руды}} \cdot \alpha_1) \cdot (\beta_m - \alpha)} =$$

$$= \frac{3547,2 \cdot 5000 \cdot 72,6 \cdot (72,6 - 28)}{3547,2 \cdot 40 \cdot (72,6 - 28) + (5000 \cdot 72,6 - 3547,2 \cdot 28) \cdot (72,6 - 40)} = 3848 \text{ кг/м}^3.$$

Построим зависимость плотности железной руды от массовой доли в ней магнетитового железа (рис. 11.3). Для $\alpha = 0$ $\rho = \rho_n$; для $\alpha = \beta_m$ $\rho = \rho_m$.

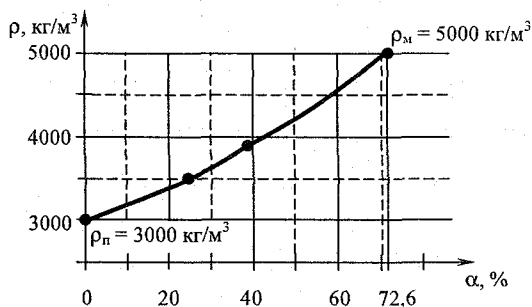


Рис. 11.3. Расчетная зависимость ρ от α

Представленная зависимость получена по полной теоретической формуле. При необходимости ее можно аппроксимировать более простым графиком.

11.6. Измерение влажности

Влажность материала – это отношение массы воды, содержащейся в материале, к влажной массе:

$$W = \frac{M_v}{M}$$

Так как массу воды во всем опробуемом массиве определить невозможно, прибегают к опробованию и определяют влажность пробы:

$$W_{\text{пр}} = \frac{q_v}{q}$$

А так как и в пробе взвесить массу воды q_v невозможно, практический расчет влажности выполняют по формуле:

$$W_{\text{пр}} = \frac{q - q_{\text{сух}}}{q},$$

т. е. необходима процедура сушки до практически сухой массы пробы $q_{\text{сух}}$.

Для достижения практически сухой массы пробы необходимо определенное время. Считается, что проба достаточно высушена, если изменение ее массы в течение последнего часа сушки составляет не более 0,05 %. Эта продолжительность сушки для конкретных условий должна быть установлена экспериментально.

Ограничениями на условия сушки являются температура сушки и состояние поверхности материала пробы.

Температура сушки должна быть такой, чтобы исключить изменения твердой части пробы под воздействием повышенной температуры, в частности возгорания. Наиболее известные ограничения: сушка сульфидов должна проводиться при температуре не выше 105 °С, угля не выше 60 °С.

Состояние поверхности должно быть таким, чтобы исключить потери массы пробы при растрескивании ее поверхности, для чего в необходимых случаях предусматривают перемешивание пробы в процессе сушки.

В настоящее время известны установки, автоматизирующие процесс определения влажности пробы благодаря совмещению нагревательной установки и весов, что позволяет получать после загрузки пробы в устройство и ее сушки непосредственный отсчет влажности.

Особенности определения влажности. Влага в опробуемом массиве может быть распределена неравномерно, а ее значение может изменяться во времени как вследствие испарения влаги, так и ее дренирования.

Влажность пробы может меняться довольно быстро как вследствие ее большой массы, так и вследствие изменения температуры ее местонахождения. Поэтому часто, но не всегда, пробу на влажность на период ее транспортировки и хранения помещают в специальный сосуд – эксикатор, имеющий герметически закрывающуюся крышку.

Нормы допустимых расхождений определения влаги в параллельных (методически равноценных) пробах велики [8].

Диапазон влажности пробы, %	1,0	1-2	2-5	5-10	10-15	> 15
Допустимое абсолютное расхождение при определении влажности на двух навесках, %	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
Допустимое относительное расхождение для середины диапазона, %	35,4	23,6	15,2	9,4	7,1	7,1

Можно лишь дополнительно напомнить, что влияние случайных погрешностей измерения влажности на погрешность определения массы ценного компонента в опробуемом массиве невелико.

11.7. Измерение плотности пульпы

Если влажность опробуемого массива велика и материал представлен пульпой, вместо влажности определяют плотность пульпы:

$$\delta = \frac{M_{\text{п}}}{V_{\text{п}}},$$

где $M_{\text{п}}$ и $V_{\text{п}}$ – масса и объем пульпы.

Размерность плотности пульпы кг/м^3 , но часто используют кг/л или т/м^3 .

Эквивалентными плотности пульпы показателями являются T – доля (процент) твердого и $Ж:Т$ – отношение массы жидкого к массе твердого:

$$T = \frac{M_{\text{сух}}}{M_{\text{п}}};$$

$$Ж:Т = \frac{M_{\text{в}}}{M_{\text{сух}}} = \lambda.$$

Между ними есть связи [90]:

$$\lambda = \frac{1}{T} - 1 = \frac{1000 \cdot (\rho_{\text{ТВ}} - \delta)}{\rho_{\text{ТВ}} \cdot (\delta - 1000)};$$

$$T = \frac{1}{1 + \lambda} = \frac{\delta - 1000}{\delta} \cdot \frac{\rho_{\text{ТВ}}}{\rho_{\text{ТВ}} - 1000};$$

$$\delta = \frac{1000 \cdot (1 + \lambda) \cdot \rho_{\text{ТВ}}}{1000 + \lambda \cdot \rho_{\text{ТВ}}} = \frac{\rho_{\text{ТВ}}}{T + (1 - T) \cdot \rho_{\text{ТВ}} / 1000}.$$

Здесь $\rho_{\text{ТВ}}$ – плотность твердого в пульпе.

Для измерения плотности обычно взвешивают на весах пробу пульпы известного объема, помещенную в кружку или цилиндр. Обычно взвешивают пробу объемом 1 дм^3 (литр) или $0,5 \text{ дм}^3$, а для пульпы с весьма малой долей твердого – 10 дм^3 .

Пример 11.5. Найти плотность пульпы δ . Записать $\lambda = Ж:T$ и процент твердого $T\%$.

Дано: масса твердого в пульпе $M_{тв} = 1,5$ т;
 масса воды $M_{в} = 3$ т;
 плотность твердого $\rho_{тв} = 3500$ кг/м³;
 плотность воды $\rho_{в} = 1000$ кг/м³.

Решение:

$$\delta = \frac{M_{пульпы}}{V_{пульпы}} = \frac{M_{тв} + M_{в}}{\frac{M_{тв}}{\rho_{тв}} + \frac{M_{в}}{\rho_{в}}} = \frac{1500 + 3000}{\frac{1500}{3500} + \frac{3000}{1000}} = 1312,5 \text{ кг/м}^3;$$

$$\lambda = Ж:T = 3000 / 1500 = 2;$$

$$T = \frac{M_{тв}}{M_{пульпы}} \cdot 100 = \frac{M_{тв}}{M_{тв} + M_{ж}} \cdot 100 = \frac{1,5}{1,5 + 3,0} \cdot 100 = 33 \%$$

$$\text{или } T = \frac{1}{1 + \lambda} = \frac{1}{1 + 2} = 0,33, \text{ или } 33 \%.$$

Пример 11.6. Найти массу ценного компонента в пульпе K и случайную погрешность определения этой массы ΔK . Что следует сделать в первую очередь для того, чтобы уменьшить ΔK в 1,5 раза?

Дано: объем пульпы $V = 800$ м³;
 плотность пульпы $\delta = 1400$ кг/м³;
 массовая доля ценного компонента $\alpha = 1,7$ г/т;
 плотность твердого $\rho_{тв} = 5000$ кг/м³;
 среднеквадратичные погрешности измерения (опробования):
 $S_V = 10$ м³; $S_\delta = 12$ кг/м³; $S_\rho = 150$ кг/м³ и $S_\alpha = 0,1$ г/т.

Решение:

$$K = M_{сж} \cdot \alpha = V \cdot (\delta - 1000) \cdot \frac{\rho}{\rho - 1000} \cdot \alpha =$$

$$= 800 \text{ м}^3 \cdot (1400 - 1000) \text{ кг/м}^3 \cdot \frac{5000 \text{ кг/м}^3}{(5000 - 1000) \text{ кг/м}^3} \cdot (1,7 \cdot 10^{-3}) \text{ г/кг} = 680 \text{ г};$$

$$P_V = \frac{2 \cdot S_V}{V} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 10}{800} \cdot 100 = 2,5 \%;$$

$$P_\delta = 1,7 \%; \quad P_\rho = 6 \%; \quad P_\alpha = 11,8 \%;$$

$$\begin{aligned}
 P_k^2 &= P_V^2 + \left(\frac{\delta}{\delta-1000}\right)^2 \cdot P_\delta^2 + \left(\frac{1000}{\rho-1000}\right)^2 \cdot P_\rho^2 + P_\alpha^2 = \\
 &= 2,5^2 + \left(\frac{1400}{1400-1000}\right)^2 \cdot 1,7^2 + \left(\frac{1000}{5000-1000}\right)^2 \cdot 6^2 + 11,8^2 = \\
 &= 6,25 + 35,4 + 2,25 + 139,24 = 183,14 \%^2; \\
 P_k &= 13,5 \%; \\
 \Delta K &= \frac{P_k \cdot K}{100} = \frac{13,5 \cdot 680}{100} = 92 \text{ г}; \\
 K_{\text{иср}} &= (680 \pm 92) \text{ г}.
 \end{aligned}$$

Для того чтобы уменьшить ΔK в 1,5 раза, нужно, чтобы P_k было в 1,5 раза меньше, т. е. 9 %. Этого можно достичь, уменьшив случайную погрешность опробования массовой доли S_α .

11.8. Измерение крупности

Продукты обогащения представляют собою массу, состоящую из отдельных кусков различной крупности. Куски опробуемого материала имеют неправильную форму. Это значит, что ни одна из простых геометрических форм, для которой можно записать расчетную формулу объема или массы, не может быть точной моделью куска.

Поэтому принимают за основу одну из простых геометрических форм, например куб, и определяют для него объем и массу куска. Если известен размер ячейки сита d_c , соответствующего рассматриваемому узкому классу крупности, то вводят так называемый коэффициент формы f , позволяющий согласовать объем и массу куска произвольной формы с кубической:

$$V_k = f \cdot d_c^3; \quad q_k = f \cdot \rho_k \cdot d_c^3,$$

где V_k , q_k , ρ_k — соответственно объем, масса и плотность куска.

Для многих продуктов $f = 0,3-0,5$. Коэффициент формы — объемный коэффициент, учитывающий в данном случае «некубичность» частицы и трудность прохождения ее через сито.

Коэффициент формы для ряда условий может быть меньше $0,3 \div 0,5$. Так, Куликов А. А. [70] принимает для россыпных месторождений золота коэффициент формы золотины $f_{Au} = 0,25$, а для коренных — $f_{Au} = 0,05$.

Общей характеристикой крупности продукта или его гранулометрического состава является кумулятивная характеристика, каждая точка которой представляет собою массовую долю, соответствующую точке R_+ материала пробы массой q , оставшегося на сите, либо массовую долю, соответствующую точке R_- материала пробы, прошедшего через сито:

$$R_+ = q_+/q; \quad R_- = q_-/q,$$

где q_+ — масса материала, оставшегося на сите;

q_- — масса материала, прошедшего через сито.

На рис. 11.4, а и б представлены типичные кумулятивные характеристики.

Характеристики, отражающие долю материала пробы, оставшуюся между двумя ситами, называют частными. Частная характеристика соответствует приращению кумулятивной характеристики между двумя размерами сит. Математически частная характеристика крупности соответствует производной от кумулятивной характеристики и может быть названа плотностью распределения вероятности по крупности (рис. 11.4, в).

Гранулометрический состав опробуемых продуктов – самостоятельная, принципиально отличная от всех других характеристика. Один и тот же продукт может быть представлен кусками самых различных размеров.

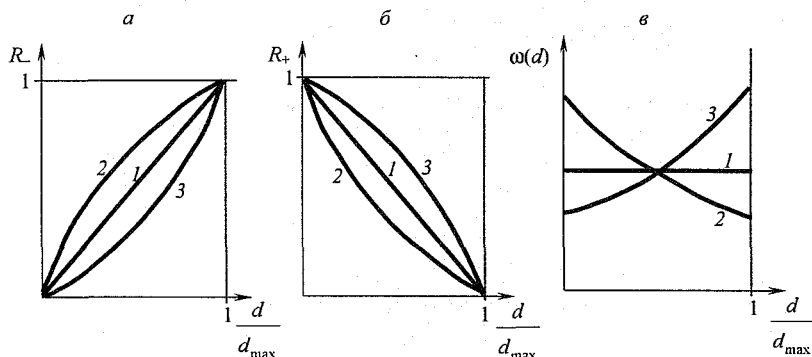


Рис. 11.4. Типичные кумулятивные характеристики крупности для подрешетного (а) и надрешетного (б) продуктов и соответствующие плотности распределения вероятности (в)

Гранулометрический состав продукта формируется в результате разнообразных видов воздействий на горную массу: взрыва, резания, самоизмельчения при перегрузках и транспортировании, дробления. При этом могут сформироваться как правосторонние, так и левосторонние, а также симметричные и равномерные законы распределения крупности по массе.

Универсальное и простое описание кумулятивных кривых гранулометрического состава – степенной закон для выхода $R_+(d)$, т. е. подрешетного продукта [67]:

$$R_+(d) = (d/d_{\max})^c,$$

где d – размер куска;

d_{\max} – максимальный размер куска;

c – коэффициент.

Соответственно, плотность распределения вероятности:

$$\omega(d) = c \cdot d^{c-1} / d_{\max}^c.$$

При $c = 1$ (см. рис. 11.4, кривая 1) кумулятивная кривая превращается в прямую линию, которой соответствует равномерный закон распределения; при $c < 1$ кумулятивная кривая для подрешетного продукта имеет выпуклый вид и правоасимметричную плотность распределения вероятности (кривая 2); при

$c > 1$ кумулятивная кривая для подрешетного продукта имеет вогнутый вид и левосимметричную плотность распределения вероятности (кривая 3).

Пример 11.7. Найти плотность распределения вероятности $\omega(d)$ для степенного закона.

Дано: $c = 1$; $d_{\max} = 3$ мм.

Решение:

Для степенного закона $R_-(d) = \left(\frac{d}{d_{\max}}\right)^c$:

$$\omega(d) = \frac{\partial R_-(d)}{\partial d} = \left(\frac{1}{d_{\max}}\right)^c \cdot c \cdot d^{c-1} = \frac{1}{d_{\max}} = 0,33 \frac{1}{\text{мм}} \quad (\text{рис. 11.5}).$$

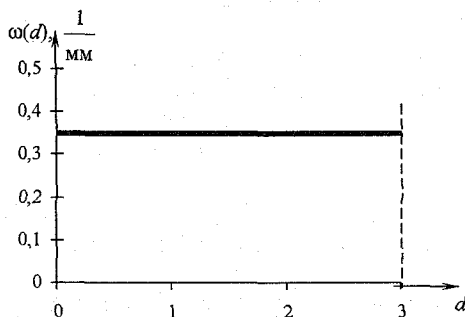


Рис. 11.5. Плотность распределения вероятности по крупности

Известны более развитые законы описания гранулометрического состава, в частности, уравнение Розина-Раммлера, которое для выхода подрешетного продукта записывается следующим образом:

$$R_-(d) = 1 - \exp\left[-a \cdot \left(\frac{d}{d_{\max}}\right)^c\right],$$

где a и c — коэффициенты;

d — текущий размер куска;

d_{\max} — максимальный размер куска.

Все последующие выводы будем доводить до конечных формул, используя степенной закон, и, в частности, для $c = 1$, что соответствует равномерному закону распределения по крупности (гранулометрическому составу):

$$\omega(d) = 1/d_{\max}.$$

При необходимости в общие интегральные формулы могут быть подставлены другие законы распределения.

Хотя плотность распределения вероятностей размеров кусков по массе является полной характеристикой гранулометрического состава продуктов,

пользоваться ею во многих случаях неудобно. В связи с этим используют какие-либо менее информативные, но более простые характеристики:

– максимальный (номинальный) размер кусков d_{\max} , под которым понимают размер квадратных ячеек сита, на котором остается 5 % массы пробы. Использование слова «максимальный» в этом смысле является условным;

– средний размер кусков \bar{d} , под которым понимают размер квадратных ячеек сита, на котором остается 50 % массы пробы.

Для равномерного распределения и близких к нему распределений ($0,8 \leq c \leq 1,2$) $\bar{d} \cong 0,5d_{\max}$.

Для правоасимметричных распределений (при $c < 0,8$) $\bar{d} \cong d_{\max} / 3$.

Сильноасимметричные левосторонние распределения редки; для них $\bar{d} > 0,5d_{\max}$.

Основным способом определения крупности остается разделение пробы на ситах, и только при невозможности их использования применяют другие методы.

Сита непригодны для очень мелких (менее 5-10 мкм) и очень крупных (более 100 мм) частиц. Для мелких частиц используют седиментацию, а для крупных – измерение отдельных кусков.

При ситовом анализе используют одно или несколько сит. Выбор сит в каждом конкретном случае определяется техническими требованиями. Сита в наборе располагаются в нисходящем порядке, начиная с самого крупного. Продолжительность рассева считается достаточной, если дополнительный рассев в течение 3 минут не изменит результаты более чем на 0,5 %. Набор сит при работе закрывается крышкой, самый мелкий класс собирается в поддоне.

Потери массы пробы при расसेве должны быть не более 1-1,5 %.

Если рассев материала затруднен, его следует подсушить.

Длительность рассева зависит от крупности и может составлять:

Крупность материала, мм	> 5	< 5
Длительность рассева, мин:		
ручного	2	10
механического	10	30

Ручной рассев производится с частотой 60 колебаний в минуту и амплитудой 70-100 мм.

Для тонкоизмельченных продуктов применяют мокрый ситовый анализ. Анализ ведут 3 мин. Вручную мокрый ситовый анализ проводят с помощью направленной струи воды, перемешивая этой струей просеиваемую пробу. Долю крупного класса определяют взвешиванием жидкой пробы.

Для этого взвешивается исходная проба в емкости известного объема V_{Π} . Пусть ее масса M_{Π} . После выполнения мокрого ситового анализа крупный класс, оставшийся на сите, смывают в эту же емкость, дополняют его водой до объема V_{Π} и взвешивают, получая массу $M_{\Pi+}$ крупного класса с водой известного объема V_{Π} .

Доля плюсового класса R_+ (доли ед.) определится по формуле:

$$R_+ = (M_{\Pi+} - \rho_{\text{в}} V_{\Pi}) / (M_{\Pi} - \rho_{\text{в}} V_{\Pi}).$$

Здесь $\rho_{\text{в}}$ – плотность воды.

Пример 11.8. Найти долю плюсового класса R_+ .

Дано: мокрый ситовый анализ;

объем пульпы $V_n = 0,5$ л;

масса исходной пульпы $M_n = 700$ г;

после отмывки масса пульпы с плюсовым классом $M_+ = 550$ г.

Решение:

$$R_+ = \frac{M_+ - \rho_v \cdot V_n}{M_n - \rho_v \cdot V_n} = \frac{0,55 \text{ кг} - 1000 \text{ кг/м}^3 \cdot 0,0005 \text{ м}^3}{0,70 \text{ кг} - 1000 \text{ кг/м}^3 \cdot 0,0005 \text{ м}^3} = 0,25 \text{ д. е., или } 25 \text{ \%}.$$

К другим методам определения крупности относят планиметрический (для кусков более 100 мм) и седиментационный (для частиц менее 40 мкм).

Распределение кусков (зерен) по классам крупности характеризует гранулометрический состав исходного сырья и продуктов обогащения.

Для определения гранулометрического состава стандартизирован ситовый и седиментационный методы анализа – по ГОСТ 24598-81 (СТ СЭВ 1996-79).

Ситовый анализ – способ определения гранулометрического состава путем просеивания пробы через набор стандартных сит с отверстиями разных размеров.

Седиментационный анализ – способ определения гранулометрического состава по скорости падения частиц в жидкой среде.

В ГОСТ 24598-81 (СТ СЭВ 1996-79) «Руды и концентраты цветных металлов. Ситовый и седиментационный методы определения гранулометрического состава» определены области распространения стандарта, метод отбора, аппаратура и подготовка к испытаниям, проведение испытаний и обработка результатов.

ГОСТ 24598-81 распространен на дробление руды крупностью не более 50 мм и концентраты цветных металлов.

Для руды крупностью 3-50 мм и для руд и концентратов крупностью 0,04-3 мм проводят ситовый анализ на стандартном наборе сит с модулем шкалы классификации соответственно 2 и $\sqrt{2}$, а для частиц менее 0,04 мм – седиментационный анализ.

По ГОСТ 24598-81 масса пробы для ситового анализа q_{\min} (кг) определяется по формуле:

$$q_{\min} = 0,02d_{\max}^2 + 0,5d_{\max}.$$

Здесь d_{\max} подставляется в мм.

Относительное расхождение результатов между механическим и ручным способами по классам крупности должно быть не более ± 4 %. Этот критерий служит основанием для принятия разрабатываемых технических средств для механизации ситового анализа (гранулометров).

11.9. Минимальная масса пробы для определения гранулометрического состава

Формула минимальной массы для определения гранулометрического состава отличается от формулы минимальной массы для определения массовой доли, так как крупность кусков самостоятельная, не зависящая от массовой доли каких-либо компонентов характеристика.

За основу взята дисперсия числовой доли кусков:

$$S_R^2 = \frac{R_- \cdot (1 - R_-)}{n_c} = \frac{R_+ \cdot (1 - R_+)}{n_c},$$

где R_- и R_+ — доля минусового и плюсового классов;

n_c — число кусков, соответствующих размеру сита определяемого класса.

Если придать S_R^2 смысл допустимой погрешности $S_{R_{\text{доп}}}^2$, то требуемое число кусков в пробе:

$$n_c = \frac{R_- \cdot (1 - R_-)}{S_{R_{\text{доп}}}^2}.$$

$$\text{Минимальная масса } q = n_c \cdot q_{\text{к}} = \frac{R_- \cdot (1 - R_-)}{S_{R_{\text{доп}}}^2} \cdot \rho \cdot d_c^3.$$

Однако в опробуемой массе существуют куски, большие, чем размер ячейки сита, поэтому находим минимальную массу так, полагая: $R_- = \frac{d_c}{d_{\text{max}}}$ и

$$\omega(d) = \frac{1}{d_{\text{max}}}.$$

$$q = \frac{\int_{d_c}^{d_{\text{max}}} \frac{R_- \cdot (1 - R_-)}{S_{R_{\text{доп}}}^2} \cdot \rho \cdot d^3 \cdot \omega(d) dd}{\int_{d_c}^{d_{\text{max}}} \omega(d) dd} = \frac{\frac{R_- \cdot (1 - R_-)}{S_{R_{\text{доп}}}^2} \cdot \rho}{\frac{1}{d_{\text{max}}}} \cdot \frac{\int_{d_c}^{d_{\text{max}}} d^3 dd}{\int_{d_c}^{d_{\text{max}}} dd} = \frac{\rho \cdot d_c}{4S_{R_{\text{доп}}}^2} \left(d_{\text{max}}^2 - \frac{d_c^4}{d_{\text{max}}^2} \right).$$

Вводя коэффициент формы, получим:

$$q = \frac{f \cdot \rho \cdot d_c}{4S_{R_{\text{доп}}}^2} \left(d_{\text{max}}^2 - \frac{d_c^4}{d_{\text{max}}^2} \right).$$

Зависимость q от d_c представлена на рис. 11.6.

Видно, что результат зависит от размера ячейки сита d_c , для которого определяем R_- .

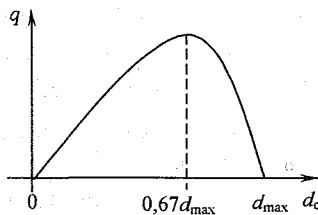


Рис. 11.6. Зависимость q от d_c

Найдем d_c , при котором q достигает максимального значения.
Решаем уравнение:

$$\frac{dq}{dd_c} = \frac{f \cdot \rho}{4S_{R_{\text{доп}}}^2} \cdot \left(d_{\text{max}}^2 - \frac{5d_c^4}{d_{\text{max}}^2} \right) = 0.$$

Отсюда

$$d_c = \sqrt[4]{\frac{d_{\text{max}}^4}{5}} = 0,67d_{\text{max}}.$$

Найдем q при этом значении d_c :

$$q = \frac{f \cdot \rho \cdot 0,67d_{\text{max}}}{4S_{R_{\text{доп}}}^2} \cdot \left(d_{\text{max}}^2 - \frac{(0,67d_{\text{max}})^4}{d_{\text{max}}^2} \right) = 0,134 \cdot \frac{f \cdot \rho \cdot d_{\text{max}}^3}{S_{R_{\text{доп}}}^2}.$$

Эта формула уже является рабочей.

Упростим ее, приняв $\rho = 3000 \text{ кг/м}^3$; $S_{R_{\text{доп}}} = 0,01$; $f = 0,5$.

Тогда

$$q = 2 \cdot 10^6 d_{\text{max}}^3.$$

Если подставлять d_{max} в миллиметрах, то q — в килограммах:

$$q = 0,002d_{\text{max}}^3 = 0,016\bar{d}^3.$$

Пример 11.9. Определить минимальную массу для ситового анализа по определению массовой доли класса —5 мм.

Дано: максимальная крупность кусков $d_{\text{max}} = 12 \text{ мм}$;

допустимая средняя квадратическая погрешность $S_{R_{\text{доп}}} = 0,005 \text{ д. е.}$;

плотность $\rho = 3000 \text{ кг/м}^3$;

коэффициент $f = 0,5$.

Решение:

$$q = \frac{0,5 \cdot 3000 \cdot (5 \cdot 10^{-3})}{4 \cdot 0,005^2} \cdot \left[(12 \cdot 10^{-3})^2 - \frac{(5 \cdot 10^{-3})^4}{(12 \cdot 10^{-3})^2} \right] = 10,5 \text{ кг.}$$

По формуле $q = 0,016\bar{d}^3$ ответ будет другой:

$$q = 0,016 \cdot 6^3 = 3,5 \text{ кг.}$$

Это объясняется другими условиями, принятыми при упрощении формулы. Если бы мы провели расчет с такой же допустимой погрешностью $S_{R_{\text{доп}}} = 0,01$, каковая скрыта в этой формуле, то получили бы более близкий к 3,5 кг результат, а именно:

$$q = \frac{0,5 \cdot 3000 \cdot (5 \cdot 10^{-3})}{4 \cdot 0,01^2} \cdot \left[(12 \cdot 10^{-3})^2 - \frac{(5 \cdot 10^{-3})^4}{(12 \cdot 10^{-3})^2} \right] = 2,62 \text{ кг.}$$

На рис. 11.7 изображены относительные погрешности P_- и P_+ определения значений R_- и R_+ (без вывода).

Эти зависимости отражают тот факт, что определение R_- при $d_c \rightarrow 0$ и R_+ при $d_c \rightarrow d_{\max}$ связано с резко возрастающей относительной погрешностью.

В частности, если под d_{\max} понимают размер квадратной ячейки сита, на котором остается 5 % массы пробы, то эта величина (d_{\max}) определяется с большой погрешностью. Не случайно за d_{\max} часто принимают d_{80} – размер квадратной ячейки сита, на котором остается 20 % массы пробы. В книге используется средний размер кусков $\bar{d} = d_{50}$ – величина, определяемая с небольшой погрешностью как по R_- , так и по R_+ .

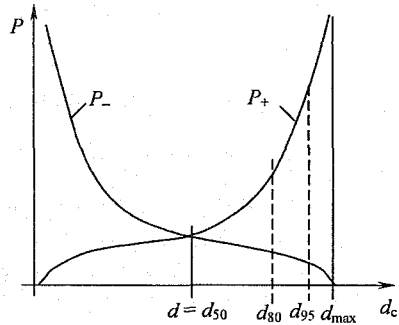


Рис. 11.7. Относительные погрешности определения значений R_- и R_+ .

Особенностью формулы минимальной массы для определения грансостава $q = 0,002d_{\max}^3 = 0,016\bar{d}^3$ является резкое увеличение массы пробы с увеличением крупности опробуемого материала. Если с целью снижения трудоемкости опробования при увеличении крупности увеличить и допустимую погрешность, то можно получить формулы, в которые размер кусков будет входить в меньшей степени. Из таких формул наиболее известна формула Евсioвича (Локонова М. Ф.), полученная эмпирически:

$$q = 0,5d_{\max} + 0,02d_{\max}^2,$$

и формула Прейгерсона (для угля):

$$q = k \cdot d.$$

Суть и свойства формулы $q = 0,134 \cdot \frac{f \cdot \rho \cdot d_{\max}^3}{S_{R_{\text{доп}}}^2} \rightarrow 0,016 \cdot (\bar{d})^3$ ясны из выво-

да, а свойства и особенности эмпирических формул обогатителю обычно не известны, и при их применении нет ответа на вопрос, с какой погрешностью проба соответствует опробуемому массиву.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ БАЛАНС

12.1. Технологический баланс – расчетный способ определения трудноизмеряемых показателей

Госгортехнадзором России с 01.01.99 г. введены Правила рациональной комплексной переработки минерального сырья (твердые полезные ископаемые) ПБ 03-234-98, по которым все предприятия, перерабатывающие минеральное сырье, обязаны составлять два вида балансов – технологический и товарный.

Технологический баланс – это расчетный способ определения трудноизмеряемых показателей потоков материала на фабриках по известным относительно легкоизмеряемым величинам. Трудноизмеряемые показатели – это выход концентрата γ_β и хвостов γ_ϑ , а также расчетный показатель – извлечение ϵ . Относительно легкоизмеряемые величины – это массовые доли в руде α , концентрате β и хвостах ϑ .

Расчет γ_β , γ_ϑ проводится с использованием уравнений материального баланса.

Уравнения материального баланса должны выполняться для любых компонентов потока руды либо пульпы. Для технологической схемы с двумя выходами – это:

баланс по твердому

$$\gamma_\alpha = \gamma_\beta + \gamma_\vartheta;$$

баланс по i -му компоненту

$$\alpha_i \cdot \gamma_\alpha = \beta_i \cdot \gamma_\beta + \vartheta_i \cdot \gamma_\vartheta;$$

баланс по воде (жидкому)

$$\gamma_{в\alpha} = \gamma_{в\beta} + \gamma_{в\vartheta};$$

баланс по j -му классу крупности

$$\alpha_{кл} \cdot \gamma_\alpha = \beta_{кл} \cdot \gamma_\beta + \vartheta_{кл} \cdot \gamma_\vartheta.$$

Таким образом, для схемы с двумя выходами может быть составлено много уравнений материального баланса, каждому из которых описываемая схема должна соответствовать.

Основным является решение системы, число неизвестных в которой равно числу уравнений. Для схемы с двумя выходами таких уравнений два. Больше число уравнений приводит к переопределенной системе, которая не имеет точного решения.

Обычно составляют систему уравнений, включающих баланс по твердому и одному из компонентов:

$$\begin{cases} \gamma_\alpha = \gamma_\beta + \gamma_\vartheta; \\ \alpha \cdot \gamma_\alpha = \beta \cdot \gamma_\beta + \vartheta \cdot \gamma_\vartheta. \end{cases}$$

Из этих уравнений находят γ_β и γ_ϑ .

Для составления технологического баланса необходимо знать массовую долю полезного компонента в исходном продукте (питании) α и массовую долю полезного компонента в выходных продуктах (β – концентрате и ϑ – хвостах).

С помощью этих данных могут быть рассчитаны такие показатели:

– выход концентрата γ_β в долях (или процентах) от массы сухой руды в питании;

– выход хвостов γ_ϑ в долях (или процентах) от массы сухой руды в питании;

– извлечение в концентрат ε_β , равное отношению массы компонента в концентрате K_β к массе компонента в руде K_α в долях единицы:

$$\varepsilon_\beta = K_\beta / K_\alpha = \frac{M_{\beta_{\text{сух}}} \cdot \beta}{M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \alpha} = \frac{M_\beta \cdot (1 - W_\beta) \cdot \beta}{M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \alpha} = \frac{\gamma_\beta \cdot \beta}{\alpha} = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} \cdot \frac{\beta}{\alpha};$$

– извлечение в хвосты ε_ϑ в долях единицы:

$$\varepsilon_\vartheta = K_\vartheta / K_\alpha = \frac{\gamma_\vartheta \cdot \vartheta}{\alpha} = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \vartheta} \cdot \frac{\vartheta}{\alpha}.$$

Извлечение, определяемое при расчете технологического баланса, называется технологическим.

Если измерить массу исходного продукта M_α и его влажность W_α , то могут быть определены абсолютные значения показателей:

– масса сухой руды

$$M_{\alpha_{\text{сух}}} = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha);$$

– масса сухого концентрата

$$M_\beta = M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \gamma_\beta;$$

– масса сухих хвостов

$$M_\vartheta = M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \gamma_\vartheta;$$

– масса компонента в руде

$$K_\alpha = M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \alpha = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \alpha;$$

– масса компонента в концентрате

$$K_\beta = M_\beta \cdot \beta = M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \gamma_\beta \cdot \beta = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\beta \cdot \beta;$$

– масса компонента в хвостах

$$K_\vartheta = M_\vartheta \cdot \vartheta = M_{\alpha_{\text{сух}}} \cdot \gamma_\vartheta \cdot \vartheta = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\vartheta \cdot \vartheta.$$

12.2. Решение систем технологического баланса. Основные формулы

Рассмотрим системы уравнений и расчетные формулы для типичных участков.

Простейшая операция разделения показана на рис. 12.1. Уравнение материального баланса для выходов

$$1 = \gamma_\beta + \gamma_\vartheta.$$

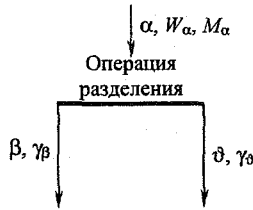


Рис. 12.1. Простейшая операция разделения

Уравнение материального баланса для масс полезного компонента

$$\alpha \cdot l = \beta \cdot \gamma_\beta + \vartheta \cdot \gamma_\vartheta.$$

Система уравнений баланса

$$\begin{cases} \alpha \cdot l = \beta \cdot \gamma_\beta + \vartheta \cdot \gamma_\vartheta; \\ l = \gamma_\beta + \gamma_\vartheta. \end{cases}$$

Решение системы – выхода концентрата γ_β и хвостов γ_ϑ в долях единицы:

$$\gamma_\beta = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta};$$

$$\gamma_\vartheta = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \vartheta}.$$

Пример 12.1. Для операции обогащения найти выхода, извлечения и абсолютные показатели (см. рис. 12.1).

Дано: $\alpha = 2\%$; $\beta = 18\%$; $\vartheta = 0,15\%$; $M_\alpha = 25000$ т/смену; $W_\alpha = 4\%$.

Решение:

1. Масса компонента в руде

$$K_\alpha = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \alpha = 25000 \text{ т} \cdot (1 - 0,04) \cdot 0,02 = 480 \text{ т}.$$

2. Выход концентрата, если $\gamma_\alpha = 1$:

$$\gamma_\beta = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} = \frac{2 - 0,15}{18 - 0,15} = 0,104 \text{ д. е.}$$

3. Выход хвостов

$$\gamma_\vartheta = 1 - \gamma_\beta = 1 - 0,104 = 0,896 \text{ д. е.}$$

4. Извлечение в концентрат

$$\epsilon_\beta = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} \cdot \frac{\beta}{\alpha} = \frac{\gamma_\beta \cdot \beta}{\alpha} = \frac{0,104 \cdot 18\%}{2\%} = 0,936 \text{ д. е.}$$

5. Извлечение в хвосты

$$\epsilon_\vartheta = 1 - \epsilon_\beta = 1 - 0,936 = 0,064 \text{ д. е.}$$

6. Масса концентрата и компонента в концентрате

$$M_\beta = M_{\alpha_{\text{вх}}} \cdot \gamma_\beta = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\beta = 25000 \cdot (1 - 0,04) \cdot 0,104 = 2496 \text{ т};$$

$$K_{\beta} = M_{\beta} \cdot \beta = 2496 \text{ т} \cdot 0,18 = 449,28 \text{ т}.$$

7. Масса хвостов и компонента в хвостах

$$M_{\vartheta} = M_{\alpha_{\text{сyx}}} \cdot \gamma_{\vartheta} = 25000 \cdot (1 - 0,04) \cdot 0,896 = 21504 \text{ т};$$

$$K_{\vartheta} = M_{\vartheta} \cdot \vartheta = 21504 \cdot 0,0015 = 32,2 \text{ т}.$$

8. Извлечение в концентрат

$$\varepsilon_{\beta} = \frac{K_{\beta}}{K_{\alpha}} = \frac{449,28}{480} = 0,936.$$

Пример 12.2. Для операции обогащения найти выхода, извлечения и абсолютные показатели (см. рис. 12.1).

Дано: $\alpha = 1,2 \%$; $\beta = 24,3 \%$; $\vartheta = 0,27 \%$; $M_{\alpha} = 600 \text{ т/смену}$; $W_{\alpha} = 4 \%$.

Решение:

$$\gamma_{\beta} = (1,2 - 0,27) / (24,3 - 0,27) = 0,0387;$$

$$\gamma_{\vartheta} = (24,3 - 1,2) / (24,3 - 0,27) = 0,9613;$$

$$\varepsilon_{\beta} = 24,3 \cdot 0,0387 / 1,2 = 0,784;$$

$$M_{\alpha_{\text{сyx}}} = 600 \cdot (1 - 0,04) = 576 \text{ т};$$

$$M_{\beta_{\text{сyx}}} = 576 \cdot 0,0387 = 22,29 \text{ т};$$

$$M_{\vartheta_{\text{сyx}}} = 576 \cdot 0,9613 = 553,71 \text{ т};$$

$$K_{\beta} = 22,29 \cdot 0,243 = 5,42 \text{ т};$$

$$K_{\vartheta} = 553,71 \cdot 0,0027 = 1,49 \text{ т};$$

$$K_{\alpha} = 576 \cdot 0,012 = 6,91 \text{ т};$$

$$\varepsilon_{\beta} = 5,42 / 6,91 = 0,784.$$

Операция с тремя выходами продуктов представлена на рис. 12.2.

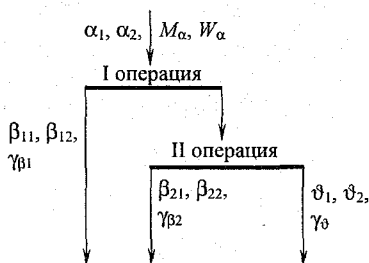


Рис. 12.2. Схема с тремя выходами продуктов

Система уравнений баланса:

$$\begin{cases} \alpha_1 \cdot 1 = \beta_{11} \cdot \gamma_{\beta_1} + \beta_{21} \cdot \gamma_{\beta_2} + \vartheta_1 \cdot \gamma_{\vartheta}; \\ \alpha_2 \cdot 1 = \beta_{12} \cdot \gamma_{\beta_1} + \beta_{22} \cdot \gamma_{\beta_2} + \vartheta_2 \cdot \gamma_{\vartheta}; \\ 1 = \gamma_{\beta_1} + \gamma_{\beta_2} + \gamma_{\vartheta}. \end{cases}$$

Решение этой системы – выхода: γ_{β_1} ; γ_{β_2} и γ_{ϑ} .

Аналогично составляют и решают системы уравнений для операций с любым числом выходов.

Пример 12.3. Найти выхода для схемы на рис. 12.2.

Дано: $\alpha_1 = 0,62$ %; $\beta_{11} = 18,4$ %; $\beta_{21} = 3,69$ %; $\vartheta_1 = 0,09$ %;
 $\alpha_2 = 2,54$ %; $\beta_{12} = 5,73$ %; $\beta_{22} = 52,4$ %; $\vartheta_2 = 0,82$ %.

Решение:

$$\begin{cases} 0,62 = 18,4\gamma_{\beta_1} + 3,69\gamma_{\beta_2} + 0,09\gamma_{\vartheta}; \\ 2,54 = 5,73\gamma_{\beta_1} + 52,4\gamma_{\beta_2} + 0,82\gamma_{\vartheta}; \\ 1 = \gamma_{\beta_1} + \gamma_{\beta_2} + \gamma_{\vartheta}. \end{cases}$$

Решая систему, получим:

$$\gamma_{\vartheta} = 0,946; \quad \gamma_{\beta_1} = 0,0228; \quad \gamma_{\beta_2} = 0,0312.$$

Проверка:

$$\gamma_{\vartheta} + \gamma_{\beta_1} + \gamma_{\beta_2} = 0,946 + 0,0228 + 0,0312 = 1;$$

$$\varepsilon_{\beta_{11}} = \frac{18,4 \cdot 0,0228}{0,62} = 0,6766;$$

$$\varepsilon_{\beta_{22}} = \frac{52,4 \cdot 0,0312}{2,54} = 0,6436;$$

$$\varepsilon_{\vartheta_1} = 0,1373; \quad \varepsilon_{\vartheta_2} = 0,3054; \quad \varepsilon_{\beta_{12}} = 0,0514; \quad \varepsilon_{\beta_{21}} = 0,1854.$$

Для реальных технологических схем не стремятся вывести формулы выходов для всей схемы сразу, а выполняют расчет в несколько стадий. Так, для схемы, представленной на рис. 12.3, выхода рассчитывают чаще всего следующим образом.

Составляют систему уравнений для первой операции обогащения:

$$\begin{cases} \alpha \cdot \gamma_{\alpha} = \beta_1 \cdot \gamma_{\beta_1} + \vartheta_1 \cdot \gamma_{\vartheta_1}; \\ \gamma_{\alpha} = \gamma_{\beta_1} + \gamma_{\vartheta_1}. \end{cases}$$

Отсюда с учетом, что $\gamma_{\alpha} = 1$, находят:

$$\gamma_{\beta_1} = \frac{\alpha - \vartheta_1}{\beta_1 - \vartheta_1}; \quad \gamma_{\vartheta_1} = 1 - \gamma_{\beta_1} = \frac{\beta_1 - \alpha}{\beta_1 - \vartheta_1}.$$

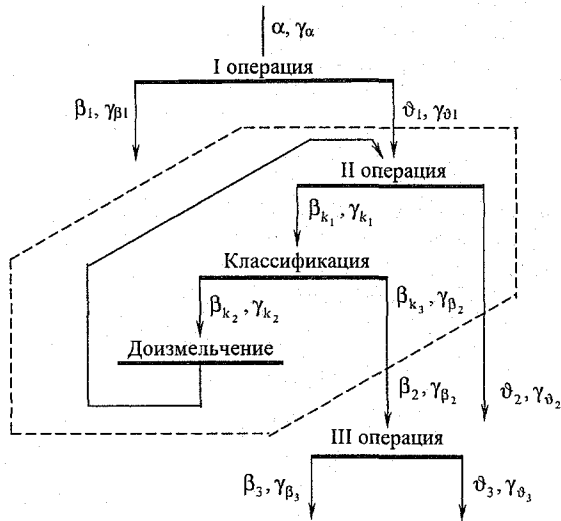


Рис. 12.3. К расчету схемы по стадиям

Затем таким же образом находят выхода для второй операции обогащения:

$$\gamma_{\beta_2} = \gamma_{\phi_1} \cdot \frac{\phi_1 - \phi_2}{\beta_2 - \phi_2}; \quad \gamma_{\phi_2} = \gamma_{\phi_1} \cdot \frac{\beta_2 - \phi_1}{\beta_2 - \phi_2}$$

И, наконец, для третьей операции:

$$\gamma_{\beta_3} = \gamma_{\beta_2} \cdot \frac{\beta_2 - \phi_3}{\beta_3 - \phi_3}; \quad \gamma_{\phi_3} = \gamma_{\beta_2} \cdot \frac{\beta_3 - \beta_2}{\beta_3 - \phi_3}$$

Пример 12.4. Найти выхода для схемы на рис. 12.3.

Дано: $\alpha = 1,44\%$; $\beta_1 = 23,8\%$; $\beta_2 = 8,67\%$; $\beta_3 = 21,32\%$;
 $\phi_1 = 0,72\%$; $\phi_2 = 0,14\%$; $\phi_3 = 0,26\%$.

Решение:

Определить выхода продуктов:

$$\gamma_{\beta_1} = \frac{1,44 - 0,72}{23,8 - 0,72} = 0,0312; \quad \gamma_{\phi_1} = 0,9688;$$

$$\gamma_{\beta_2} = 0,9688 \cdot \frac{0,72 - 0,14}{8,67 - 0,14} = 0,0659; \quad \gamma_{\phi_2} = 0,9029;$$

$$\gamma_{\beta_3} = 0,0659 \cdot \frac{8,67 - 0,26}{21,32 - 0,26} = 0,0263; \quad \gamma_{\phi_3} = 0,0396.$$

Проверка:

$$\gamma_{\beta_1} + \gamma_{\beta_3} + \gamma_{\vartheta_3} + \gamma_{\vartheta_2} = 0,0312 + 0,0263 + 0,0396 + 0,9029 = 1.$$

Проверку всегда следует выполнять с целью выявления возможных ошибок в расчетах.

12.3. Общий метод расчета схем

Сложность схемы определяется наличием циркулирующих продуктов, охватывающих часть схемы, а то и всю схему в целом. Современные схемы обогащения чаще всего сложные.

Для схемы (рис. 12.4) можно записать систему уравнений:

$$\begin{cases} \alpha \cdot \gamma + \beta_k \cdot \gamma_{\beta_k} = \beta_o \cdot \gamma_{\beta_o} + \vartheta_o \cdot \gamma_{\vartheta_o}; \\ \vartheta_o \cdot \gamma_{\vartheta_o} = \beta_k \cdot \gamma_{\beta_k} + \vartheta_k \cdot \gamma_{\vartheta_k}; \\ \gamma + \gamma_{\beta_k} = \gamma_{\beta_o} + \gamma_{\vartheta_o}; \\ \gamma_{\vartheta_o} = \gamma_{\beta_k} + \gamma_{\vartheta_k}. \end{cases}$$

Неизвестные γ_{β_o} , γ_{ϑ_o} , γ_{β_k} , γ_{ϑ_k} полностью предопределены записанной системой и могут быть из нее вычислены.

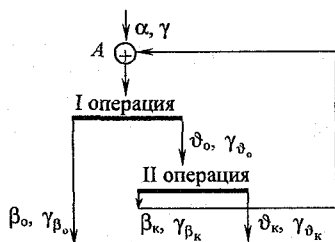


Рис. 12.4. К расчету сложных технологических схем с помощью системы уравнений

Пример 12.5. Для схемы на рис. 12.4 определить все выходы.

Дано: $\alpha = 0,8\%$; $\beta_o = 15\%$; $\beta_k = 6\%$; $\vartheta_o = 0,3\%$; $\vartheta_k = 0,1\%$.

Решение:

Составляем систему:

$$\begin{cases} 0,8 \cdot 1 + 6\gamma_{\beta_k} = 15\gamma_{\beta_o} + 0,3\gamma_{\vartheta_o}; \\ 0,3\gamma_{\vartheta_o} = 6\gamma_{\beta_k} + 0,1\gamma_{\vartheta_k}; \\ 1 + \gamma_{\beta_k} = \gamma_{\beta_o} + \gamma_{\vartheta_o}; \\ \gamma_{\vartheta_o} = \gamma_{\beta_k} + \gamma_{\vartheta_k}. \end{cases}$$

Решение системы: $\gamma_{\beta_o} = 0,047$; $\gamma_{\vartheta_o} = 0,986$; $\gamma_{\beta_k} = 0,0334$; $\gamma_{\vartheta_k} = 0,953$.

Наличие результатов опробования продуктов обогащения позволяет оперативно рассчитывать выхода всех продуктов и извлечения всех компонентов во все продукты технологической схемы.

Такая же потребность возникает при конструировании технологической схемы по результатам анализа продуктов обогащения после выполнения технологических опытов в лаборатории.

В известном учебнике К. А. Разумова [91] изложен метод расчета схем, ориентированный на последовательный расчет операций по результатам опробования либо заданным частным извлечениям.

Существует машинный метод расчета схем – матричный метод.

Матричный метод расчета схем любой сложности по имеющимся значениям массовой доли в продуктах обогащения может быть формализован и решен с помощью стандартной процедуры обращения и перемножения матриц на персональном компьютере [92]. Ниже излагается рационализированная схема метода.

Основа решения. Пусть схема (рис. 12.5) содержит 4 неизвестных выхода $\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3$ и γ_4 и известны массовые доли компонентов в продуктах обогащения $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ и α_4 и массовая доля α_n и выход γ_n исходного продукта. Тогда можно составить систему уравнений:

$$\begin{cases} \gamma_1 + \gamma_2 = \gamma_n + \gamma_3; \\ \alpha_1 \cdot \gamma_1 + \alpha_2 \cdot \gamma_2 = \alpha_n \cdot \gamma_n + \alpha_3 \cdot \gamma_3; \\ \gamma_3 + \gamma_4 = \gamma_2; \\ \alpha_3 \cdot \gamma_3 + \alpha_4 \cdot \gamma_4 = \alpha_2 \cdot \gamma_2. \end{cases}$$

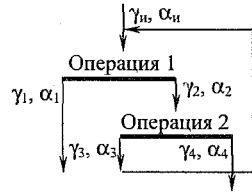


Рис. 12.5. К объяснению формализации расчета схемы

Преобразуем ее так, чтобы в каждом уравнении были все неизвестные выхода:

$$\begin{cases} -\gamma_1 - \gamma_2 + \gamma_3 + 0\gamma_4 = -\gamma_n; \\ -\alpha_1 \cdot \gamma_1 - \alpha_2 \cdot \gamma_2 + \alpha_3 \cdot \gamma_3 + 0\gamma_4 = -\alpha_n \cdot \gamma_n; \\ 0\gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_3 - \gamma_4 = 0; \\ 0\gamma_1 + \alpha_2 \cdot \gamma_2 - \alpha_3 \cdot \gamma_3 - \alpha_4 \cdot \gamma_4 = 0. \end{cases}$$

Полученную систему можно записать в матричной форме, считая $\gamma_n = 1$.

$$\begin{pmatrix} -1 & -1 & +1 & 0 \\ -\alpha_1 & -\alpha_2 & +\alpha_3 & 0 \\ 0 & +1 & -1 & -1 \\ 0 & +\alpha_2 & -\alpha_3 & -\alpha_4 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} \gamma_1 \\ \gamma_2 \\ \gamma_3 \\ \gamma_4 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -1 \\ -\alpha_n \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Обозначив матрицы $|A|$, $|\gamma|$ и $|B|$, получим:

$$|A| \times |\gamma| = |B|.$$

Достоинством такой записи является то, что записать матрицы $|A|$ и $|B|$ можно, не составляя систему уравнений, используя лишь следующие правила:

1. Обозначим на схеме все неизвестные продукты от γ_1 до γ_4 .
 2. Составим квадратную таблицу с числом строк и колонок, равную числу неизвестных. Для каждой операции – две строки и два столбца.
 3. В первой строчке каждой операции матрицы A запишем $+1$, если этот продукт есть в данной операции на входе в нее, и -1 , если этот продукт выходит из данной операции. Если продукт не связан с данной операцией, в первой строчке записываем 0 .
 4. Во второй строчке каждой операции матрицы A вместо единиц записываем соответствующие продукту массовые доли, сохраняя знаки единиц.
 5. Входные продукты в матрице B записываются со знаком «минус». В первой строчке матрицы B записываем со знаком «минус» известное значение для исходного продукта $\gamma_n -1$, а во второй строчке – массовую долю компонента в этом продукте также со знаком минус. Для операций, в которые известные продукты не входят, в матрице B проставляются нули.
- Следовательно, для рассматриваемой схемы решение должно выглядеть так:

		Матрица A				Матрица B	
		γ_1	γ_2	γ_3	γ_4	известные продукты	
Операция 1		-1	-1	+1	0		-1
		$-\alpha_1$	$-\alpha_2$	$+\alpha_3$	0		$-\alpha_n$
Операция 2		0	+1	-1	-1		0
		0	$+\alpha_2$	$-\alpha_3$	$-\alpha_4$		0

Далее матрицы набираются в электронных таблицах Excel. Выполняется обращение матрицы A , получаем $|A|^{-1}$, умножаем ее на $|B|$:

$$|\gamma| = |A|^{-1} \times |B|.$$

В итоге будет получена матрица-столбец для выходов $|\gamma|$:

γ_1
γ_2
γ_3
γ_4

Естественно, по известным формулам может быть найдено извлечение в любой продукт.

Пример 12.6. Необходимо рассчитать схему из двух операций (рис. 12.6).

Дано: результаты опробования: $\alpha_n = 2\%$; $\alpha_1 = 8\%$; $\alpha_2 = 0,1\%$; $\alpha_3 = 15\%$;

$\alpha_4 = 3\%$, $\gamma_n = 1$ д. е.

Обозначаем все неизвестные продукты

$\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3$ и γ_4 .

Решение:

Составляем матрицы: А и В.

		Матрица А				Матрица В							
		γ_1	γ_2	γ_3	γ_4								
Основная операция		-1	-1	0	+1	<table border="1"> <tr><td>-1</td></tr> <tr><td>-2</td></tr> <tr><td>0</td></tr> <tr><td>0</td></tr> </table>				-1	-2	0	0
	-1												
-2													
0													
0													
		-8	-0,1	0	+3								
Перечистная операция		+1	0	-1	-1	<table border="1"> <tr><td>0</td></tr> <tr><td>0</td></tr> </table>				0	0		
	0												
0													
		+8	0	-15	-3								

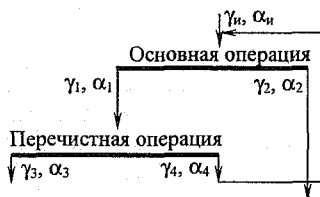


Рис. 12.6. Рассчитываемая схема

Набираем матрицы в Excel.

Умножаем матрицу В на матрицу A^{-1} . Получаем решение:

γ_1	0,306
γ_2	0,8725
γ_3	0,1275
γ_4	0,1785

Особенности решения при расчете схем

1. Каждую операцию следует рассчитывать по наиболее контрастно разделяемому в ней компоненту. Так, медную флотацию следует рассчитывать по массовой доле меди в продуктах обогащения, цинковую – цинка, классификацию – по массовой доле готового класса.

2. Все известные входные продукты заносят в матрицу $|B|$ в соответствующую операцию со знаком минус. При этом входные величины должны быть согласованы по размерностям и физической сущности с определяемыми выходами. Так, если бы во вторую операцию (см. рис.12.6) добавлялся поток материала $\gamma_{доп} = 0,2$ с массовой долей $\alpha_{доп}$, то в матрице $|B|$ вместо двух нулей стояли бы величины $0,2$ и $0,2 \cdot \alpha_{доп}$.

3. Операции дробления и измельчения не изменяют количество материала (твердого), но добавляют некоторое количество готового класса. Неизвестными для них являются выход измельченного продукта и интенсивность $J = \beta_{гот} \cdot \gamma_{вх}$ образования готового класса. Следовательно, при расчете операции дробления или измельчения в матрицу $|A|$ в первой строчке (уравнения) для J проставляется нуль, а во второй, так как мы не знаем относительное количество готового класса, ставим +1. Формально это $\Delta\beta_{гот} \cdot \gamma_{вх}$, но может быть найдено и как:

$$J = \frac{q \cdot V}{Q_{\text{вх}}}$$

Здесь $\Delta\beta_{\text{гот}}$ – дополнительная массовая доля готового класса в выходном продукте после прохождения его через мельницу;

q – удельная производительность мельницы;

V – ее объем;

$Q_{\text{вх}}$ – производительность.

4. Если продукт делится в известной пропорции, то в соответствующих продуктах вместо единиц записывают доли. Так как выхода в точке деления не могут быть найдены расчетом по балансовым уравнениям, то эти доли должны быть определены прямым измерением.

5. Если в операции три и более выхода, то для нее по указанным правилам записывают третью и более строчки по второму и большему числу компонентов.

Во всех случаях нулевой компонент – твердое, а по первому компоненту составляют второе уравнение (строчку).

Пример 12.7. Составить матрицы A и B и найти выхода.

Дано: схема на рис. 12.7;

результаты опробования:

$\gamma_{\text{и}} = 1$ д. е.; $\alpha_{\text{и}} = 3\%$; $\beta_{\text{и}} = 10\%$; $\beta_1 = 60\%$; $\beta_2 = 80\%$; $\beta_3 = 30\%$; $\alpha_4 = 15\%$;

$\alpha_5 = 0,8\%$; $\alpha_6 = 10\%$; $\alpha_7 = 0,4\%$; $\alpha_8 = 2\%$; $\alpha_9 = 0,2\%$; $\alpha_{10} = 23\%$;

$\alpha_{11} = 6\%$; $\alpha_{\text{доп}} = 0,6\%$; $\gamma_{\text{доп}} = 0,2$ д. е.

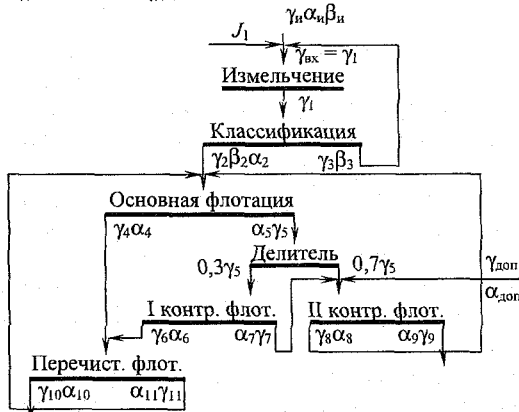


Рис. 12.7. Пример сложной схемы для составления матриц A и B

Решение:

1. Обозначим на схеме неизвестные выхода от γ_1 до γ_{11} . На выходе делителя обозначаем найденные измерением доли выхода γ_5 : $0,3\gamma_5$ и $0,7\gamma_5$.

Матрица А

	γ_1	γ_2	γ_3	γ_4	γ_5	γ_6	γ_7	γ_8	γ_9	γ_{10}	γ_{11}
Мельница	-1	0	+1	0	0	0	0	0	0	0	0
Классификация	-60	0	+30	0	0	0	0	0	0	0	0
	+1	0	-1	0	0	0	0	0	0	0	0
Основная флотация	+60	0	-80	0	0	0	0	0	0	0	0
	0	0	+1	0	-1	0	0	+1	0	0	+1
I контрольная флотация	0	0	+3	0	-15	0	0	+2	0	0	+6
	0	0	0	0	+0,3	-1	-1	0	0	0	0
II контрольная флотация	0	0	0	0	+0,24	-10	-0,4	0	0	0	0
	0	0	0	0	+0,7	0	+1	-1	-1	0	0
Перечистная флотация	0	0	0	0	+0,56	0	+0,4	-2	-0,2	0	0
	0	0	0	+1	0	+1	0	0	0	-1	-1
	0	0	0	+15	0	+10	0	0	0	-23	-6

Матрица В

Входные продукты	Выходы
-1	$\gamma_1 = 1,667$
-10	$\gamma_1 = 70$
0	$\gamma_2 = 1$
0	$\gamma_3 = 0,667$
0	$\gamma_4 = 0,252$
0	$\gamma_5 = 1,271$
0	$\gamma_6 = 0,016$
0	$\gamma_7 = 0,365$
0	$\gamma_8 = 0,382$
-0,2	$\gamma_9 = 1,074$
-0,12	$\gamma_{10} = 0,126$
0	$\gamma_{11} = 0,121$
0	

2. Составим квадратную матрицу A и столбец-матрицу B . Далее в таблицах Excel выполняем решение с получением выходов γ_i до γ_{11} и потока J_1 готового класса, производимого в мельнице.

Решение – матрица $|\gamma|$ – это выхода всех продуктов. Единственная особенность – решение J_1 для измельчения.

Так как $J_1 = \Delta\beta_1 \cdot \gamma_1$, то можно найти $\Delta\beta_1$:

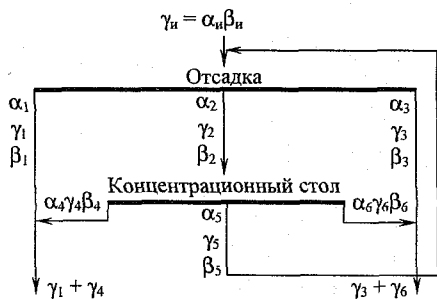
$$\Delta\beta_1 = \frac{J_1}{\gamma_1} = \frac{70}{1,67} = 41,92 \%$$

При известной производительности Q_n и объеме мельниц может быть найдена фактическая удельная производительность мельницы:

$$q = \frac{Q_n \cdot J}{V} = \frac{Q_n \cdot \gamma_1 \cdot J}{V}$$

Пример 12.8. Составить матрицу A и B для схемы 12.8 и найти выхода.

Дано: Так как в схеме имеется операция с тремя выходами, то необходимы данные опробования по двум компонентам. Пусть обогащается золото-серебряная руда и α – массовая доля золота, г/т, β – массовая доля серебра, г/т:



г/т:

- | | |
|--------------------|------------------|
| $\alpha_n = 5;$ | $\beta_n = 30;$ |
| $\alpha_1 = 100;$ | $\beta_1 = 525;$ |
| $\alpha_2 = 20;$ | $\beta_2 = 170;$ |
| $\alpha_3 = 0,32;$ | $\beta_3 = 3,3;$ |
| $\alpha_4 = 50;$ | $\beta_4 = 500;$ |
| $\alpha_5 = 20;$ | $\beta_5 = 130;$ |
| $\alpha_6 = 4;$ | $\beta_6 = 34.$ |

Рис. 12.8. Схема с операциями, имеющими три выхода

Решение:

		Матрица A					
Операции		γ_1	γ_2	γ_3	γ_4	γ_5	γ_6
Отсадка		-1	-1	-1	0	1	0
		-100	-20	-0,32	0	20	0
		-525	-170	-3,3	0	130	0
Концентрационный стол		0	1	0	-1	-1	-1
		0	20	0	-50	-20	-4
		0	170	0	-500	-130	-34

Матрица B

-1
-5
-30
0
0
0

Матрица искомых выходов

γ_1	0,042
γ_2	0,041
γ_3	0,933
γ_4	0,009
γ_5	0,016
γ_6	0,016

Возможность расчета схем по результатам оперативного опробования предоставляет технологам новые возможности для управления технологическими процессами.

12.4. Расчет смешанных схем

В схемах обогащения могут быть операции, не рассчитываемые по определяемому компоненту в связи с малой контрастностью его разделения в этой операции.

Так, операция классификации по крупности может не приводить к контрастному разделению по массовой доле компонента, а операция обогащения может не приводить к контрастному разделению по крупности. При контрастном разделении одного компонента может не быть контрастного разделения по другому.

При нулевой контрастности разделения по компоненту либо крупности балансовый расчет вообще невозможен.

Любой балансовый расчет с использованием измеренных с погрешностями значений массовых долей даст в результате решения также не истинные значения выходов, а расчет по одному из компонентов не совпадет с расчетом по другому компоненту.

Возможные сложные варианты расчетов, например по методу наименьших квадратов, не являются практичными, так как нуждаются в оценках погрешностей, и, естественно, также не дают баланса ни по одному из компонентов.

Поэтому предлагается наиболее практичный вариант компьютерного расчета.

Для каждой операции схемы следует определить наиболее контрастно разделяемый компонент по формуле $(\beta - \alpha) / \vartheta$.

При расчете схемы каждую операцию следует рассчитывать по наиболее контрастно разделяемому компоненту, т. е. схема в целом не будет сбалансирована ни по одному из компонентов.

Это может быть просто необходимо при близкой к нулевой контрастности разделения по какому-либо компоненту в операции, в частности там, где перемежаются операции измельчения и классификации и обогащения.

Пример 12.9. Пусть имеется смешанная схема (рис. 12.9).

Дано: в процессах измельчения и классификации в продуктах не меняется массовая доля обогащаемого компонента $\alpha = 1,5\%$, а в процессах флотации в продуктах не меняется доля класса $-0,071\text{ мм}$ $\beta = 80\%$. Это значит, что схему нельзя рассчитать ни по массовой доле, ни по крупности в отдельности. В то же время продукт *б* поступает в измельчение, и следует принимать в расчет его крупность, и он же является циркулирующим продуктом для флотации, и следует принимать в расчет его массовую долю.

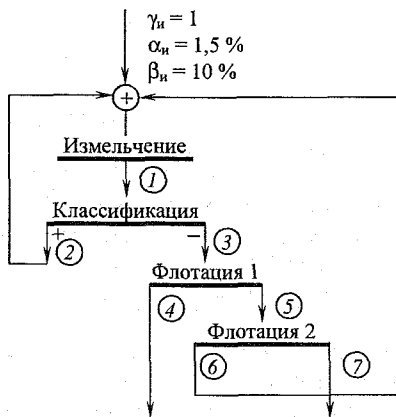


Рис. 12.9. Схема, не рассчитываемая по одному компоненту

Решение:

Составляем матрицы *A* и *B* по двум компонентам: для мельницы и классификации по грансоставу, а для флотации по массовой доле. При этом выход классификатора (продукт 3, состоящий из исходного питания и продукта 6) описывается долей готового класса, а вход флотации (тот же продукт 3, состоящий из исходного питания и продукта 6) – массовой долей обогащаемого компонента.

Матрица *A*

	γ_1	J_1	γ_2	γ_3	γ_4	γ_5	γ_6	γ_7
Измельчение	-1	0	+1	0	0	0	+1	0
	-50	+1	+20	0	0	0	+80	0
Классификация	+1	0	-1	-1	0	0	0	0
	+50	0	-20	-80	0	0	0	0
Флотация 1	0	0	0	+1	-1	-1	+1	0
	0	0	0	+1,5	-6	-0,5	+2	0
Флотация 2	0	0	0	0	0	+1	-1	-1
	0	0	0	0	0	+0,5	-2	-0,2

Матрица *B* Решение γ

-1	$\gamma_1 = 2,310$
-10	$J_1 = 70$
0	$\gamma_2 = 1,1552$
0	$\gamma_3 = 1,1552$
0	$\gamma_4 = 0,2241$
0	$\gamma_5 = 0,9311$
0	$\gamma_6 = 0,1552$
0	$\gamma_7 = 0,7759$

Итоговый расчет не сбалансирован ни по готовому классу, ни по массовой доле. Просто получен разумный компромисс, исходя из требования расчета операций по контрастно разделяемым компонентам.

Матричный расчет схем используем и при задании относительных показателей (извлечений и эффективностей), как это принято при проектировании.

При проектировании схемы задают не массовые доли в концентрате β и хвостах ϑ , а массовую долю в концентрате и извлечение в концентрат. При известном α следует делать пересчет:

$$\vartheta = \frac{\beta \cdot (1 - \varepsilon_\beta)}{\frac{\beta}{\alpha} - \varepsilon_\beta}$$

Аналогичная ситуация при расчете операций грохочения или классификации.

12.5. Погрешность определения расчетных показателей

Так как входящие в уравнение технологического баланса величины α , β и ϑ измерены с погрешностями, среднеквадратичные значения которых равны S_α , S_β и S_ϑ , то найденные с их помощью показатели γ_β , γ_ϑ и ε также имеют погрешности S_{γ_β} , S_{γ_ϑ} , S_ε .

Случайные погрешности расчетных показателей можно найти по формулам погрешностей сложных показателей. Для выхода концентрата γ_β :

$$\gamma_\beta = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta};$$

$$S_{\gamma_\beta}^2 = \left(\frac{\partial \gamma_\beta}{\partial \alpha} \right)^2 \cdot S_\alpha^2 + \left(\frac{\partial \gamma_\beta}{\partial \beta} \right)^2 \cdot S_\beta^2 + \left(\frac{\partial \gamma_\beta}{\partial \vartheta} \right)^2 \cdot S_\vartheta^2 =$$

$$= \left(\frac{1}{\beta - \vartheta} \right)^2 \cdot S_\alpha^2 + \left(\frac{\vartheta - \alpha}{(\beta - \vartheta)^2} \right)^2 \cdot S_\beta^2 + \left(\frac{\alpha - \beta}{(\beta - \vartheta)^2} \right)^2 \cdot S_\vartheta^2.$$

Для массы металла в концентрате K_β :

$$K_\beta = M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\beta \cdot \beta;$$

$$S_{K_\beta}^2 = [(1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\beta \cdot \beta]^2 \cdot S_{M_\alpha}^2 + [M_\alpha \cdot \gamma_\beta \cdot \beta]^2 \cdot S_{W_\alpha}^2 +$$

$$+ [M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \beta]^2 \cdot S_{\gamma_\beta}^2 + [M_\alpha \cdot (1 - W_\alpha) \cdot \gamma_\beta]^2 \cdot S_\beta^2.$$

По найденным среднеквадратичным погрешностям можно определить относительную погрешность расчета показателя.

Относительная погрешность расчета

выхода концентрата:
$$P_{\gamma_\beta} = \frac{t \cdot S_{\gamma_\beta}}{\gamma_\beta} \cdot 100, \%$$

массы металла в концентрате: $P_{K_p} = \frac{t \cdot S_{K_p}}{K_p} \cdot 100, \%$.

Здесь $t \approx 2$.

Правило размерностей. Если при расчете погрешностей использовать те же самые размерности, что и при расчете показателей γ и ϵ , то и размерности погрешностей совпадут с размерностями рассчитанных показателей. Другими словами: для того чтобы получить погрешность с той же размерностью, что и сам показатель, в формуле определений погрешностей все составляющие должны иметь те же размерности, что и в формуле определения показателя.

Пример 12.10. Найти γ_{ϑ} и $S_{\gamma_{\vartheta}}$, если имеются данные: $\beta = 20 \%$, $\alpha = 1,0 \%$; $\vartheta = 0,7 \%$; $S_{\alpha} = 0,1 \%$; $S_{\beta} = 0,5 \%$; $S_{\vartheta} = 0,1 \%$.

Решение:

$$\gamma_{\vartheta} = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \vartheta} = \frac{20 - 1}{20 - 0,7} = 0,984 \text{ д. е.};$$

$$S_{\gamma_{\vartheta}}^2 = \frac{1}{(20 - 0,7)^2} \cdot 0,1^2 + \left[\frac{1 - 0,7}{(20 - 0,7)^2} \right]^2 \cdot 0,5^2 + \left[\frac{20 - 1}{(20 - 0,7)^2} \right]^2 \cdot 0,1^2 =$$

$$= 26,8 \cdot 10^{-6} + 0,162 \cdot 10^{-6} + 26,0 \cdot 10^{-6} = 52,96 \cdot 10^{-6} \text{ (д. е.)}^2;$$

$$S_{\gamma_{\vartheta}} = 7,28 \cdot 10^{-3} \text{ д. е.}$$

Таким образом, сводный показатель γ_{ϑ} и случайная погрешность этого показателя $S_{\gamma_{\vartheta}}$ выражены в д. е.

Пример 12.11. Для операции обогащения найти выхода, извлечения, показатели и их погрешности.

Дано:

$$\begin{array}{l} \alpha = 16 \%; M_{\alpha} = 100000 \text{ т}; W_{\alpha} = 7 \% \\ S_{\alpha} = 0,5 \%; S_{M_{\alpha}} = 300 \text{ т}; S_{W_{\alpha}} = 0,3 \% \\ \beta = 65 \% \quad \vartheta = 3 \% \\ S_{\beta} = 0,4 \% \quad S_{\vartheta} = 0,2 \% \end{array}$$

Решение:

$$K_{\alpha} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \alpha = 100000 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,16 = 14880 \text{ т};$$

$$\gamma_{\beta} = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} = \frac{16 - 3}{65 - 3} = 0,2097 \text{ д. е.};$$

$$\gamma_{\vartheta} = 1 - \gamma_{\beta} = 0,7903 \text{ д. е.};$$

$$\epsilon_{\beta} = \frac{\gamma_{\beta} \cdot \beta}{\alpha} = \frac{0,2097 \cdot 65}{16} = 0,852 \text{ д. е.};$$

$$\epsilon_{\vartheta} = 1 - \epsilon_{\beta} = 0,148 \text{ д. е.};$$

$$K_{\beta} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\beta} \cdot \beta = 100000 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,2097 \cdot 0,65 = 12676,0 \text{ т};$$

$$K_{\vartheta} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\vartheta} \cdot \vartheta = 100000 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,7903 \cdot 0,03 = 2204,0 \text{ т};$$

$$\varepsilon_{\beta} = \frac{K_{\beta}}{K_{\alpha}} = \frac{12676}{14880} = 0,852 \text{ д. е.};$$

$$\begin{aligned} S_{\gamma_{\beta}}^2 &= \left(\frac{\partial \gamma_{\beta}}{\partial \alpha} \right)^2 \cdot S_{\alpha}^2 + \left(\frac{\partial \gamma_{\beta}}{\partial \beta} \right)^2 \cdot S_{\beta}^2 + \left(\frac{\partial \gamma_{\beta}}{\partial \vartheta} \right)^2 \cdot S_{\vartheta}^2 = \\ &= \left(\frac{1}{\beta - \vartheta} \right)^2 \cdot S_{\alpha}^2 + \left(\frac{-1 \cdot (\alpha - \vartheta)}{(\beta - \vartheta)^2} \right)^2 \cdot S_{\beta}^2 + \left(\frac{-1 \cdot (\beta - \vartheta) - (-1) \cdot (\alpha - \vartheta)}{(\beta - \vartheta)^2} \right)^2 \cdot S_{\vartheta}^2 = \\ &= \left(\frac{1}{65 - 3} \right)^2 \cdot 0,5^2 + \left(\frac{16 - 3}{(65 - 3)^2} \right)^2 \cdot 0,4^2 + \left(\frac{16 - 65}{(65 - 3)^2} \right)^2 \cdot 0,2^2 = \\ &= 65 \cdot 10^{-6} + 1,8 \cdot 10^{-6} + 6,5 \cdot 10^{-6} = 73,3 \cdot 10^{-6} \text{ (д. е.)}^2; \end{aligned}$$

$$S_{\gamma_{\beta}} = 8,56 \cdot 10^{-3} \text{ д. е.};$$

$$\Delta \gamma_{\beta} = t \cdot S_{\gamma_{\beta}} = 2 \cdot 8,56 \cdot 10^{-3} = 17,1 \cdot 10^{-3} \text{ д. е.} = 0,0171 \text{ д. е.};$$

$$\gamma_{\beta \text{ ист}} = (0,2097 \pm 0,0171) \text{ д. е.};$$

$$P_{\gamma_{\beta}} = \frac{\Delta \gamma_{\beta}}{\gamma_{\beta}} \cdot 100 = \frac{0,0171}{0,2097} \cdot 100 = 8,15 \%;$$

$$\begin{aligned} S_{\varepsilon_{\beta}}^2 &= \left(\frac{\partial \varepsilon_{\beta}}{\partial \gamma_{\beta}} \right)^2 \cdot S_{\gamma_{\beta}}^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\beta}}{\partial \beta} \right)^2 \cdot S_{\beta}^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\beta}}{\partial \alpha} \right)^2 \cdot S_{\alpha}^2 = \\ &= \left(\frac{\beta}{\alpha} \right)^2 \cdot S_{\gamma_{\beta}}^2 + \left(\frac{\gamma_{\beta}}{\alpha} \right)^2 \cdot S_{\beta}^2 + \left(\frac{\gamma_{\beta} \cdot \beta}{\alpha^2} \right)^2 \cdot S_{\alpha}^2 = \\ &= \left(\frac{65}{16} \right)^2 \cdot 73,3 \cdot 10^{-6} + \left(\frac{0,2097}{16} \right)^2 \cdot 0,4^2 + \left(\frac{0,2097 \cdot 65}{16^2} \right)^2 \cdot 0,5^2 = \\ &= 1209,7 \cdot 10^{-6} + 27,4 \cdot 10^{-6} + 708,7 \cdot 10^{-6} = 1945,8 \cdot 10^{-6} \text{ (д. е.)}^2; \end{aligned}$$

$$S_{\varepsilon_{\beta}} = 44,1 \cdot 10^{-3} \text{ д. е.} = 0,0441 \text{ д. е.};$$

$$P_{\varepsilon_{\beta}} = \frac{t \cdot S_{\varepsilon_{\beta}}}{\varepsilon_{\beta}} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 0,0441}{0,852} \cdot 100 = 10,3 \%;$$

$$\varepsilon_{\beta \text{ ист}} = (0,852 \pm 0,0882) \text{ д. е. или } (85,2 \pm 8,82) \%;$$

$$\begin{aligned} S_{K_{\beta}}^2 &= [(1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\beta} \cdot \beta]^2 \cdot S_{M_{\alpha}}^2 + [M_{\alpha} \cdot \gamma_{\beta} \cdot \beta]^2 \cdot S_{W_{\alpha}}^2 + \\ &+ [M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \beta]^2 \cdot S_{\gamma_{\beta}}^2 + [M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\beta}]^2 \cdot S_{\beta}^2 = \\ &= [(1 - 0,07) \cdot 0,2097 \cdot 0,65]^2 \cdot 300 + [100000 \cdot 0,2097 \cdot 0,65]^2 \cdot 0,003^2 + \\ &+ [100000 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,65]^2 \cdot 73,3 \cdot 10^{-6} + [100000 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,2097]^2 \cdot 0,004^2 = \\ &= 1446,2 + 1672,1 + 267756,5 + 6085,3 = 276960,1 \text{ т}^2; \end{aligned}$$

$$S_{K_{\beta}} = 526,3 \text{ т};$$

$$K_{\beta \text{ ист}} = 12676,0 \pm 2 \cdot 526,3 = (12676 \pm 1052,5) \text{ т.}$$

Для случая, представленного на рис. 12.1, расчет погрешностей выходов и извлечений удобно проводить по готовым формулам:

$$P_{\gamma\beta}^2 = \left(\frac{\alpha}{\alpha - \vartheta} \right)^2 \cdot P_{\varepsilon}^2;$$

$$P_{\gamma\vartheta}^2 = \left(\frac{\alpha}{\beta - \alpha} \right)^2 \cdot P_{\varepsilon}^2.$$

Здесь $P_{\varepsilon}^2 = P_{\alpha}^2 + \varepsilon_{\beta}^2 \cdot P_{\beta}^2 + \varepsilon_{\vartheta}^2 \cdot P_{\vartheta}^2$.

$$P_{\varepsilon\beta}^2 = \left(\frac{\vartheta}{\alpha - \vartheta} \right)^2 \cdot P_{\gamma}^2;$$

$$P_{\varepsilon\vartheta}^2 = \left(\frac{\beta}{\beta - \alpha} \right)^2 \cdot P_{\gamma}^2.$$

Здесь $P_{\gamma}^2 = P_{\alpha}^2 + \gamma_{\beta}^2 \cdot P_{\beta}^2 + \gamma_{\vartheta}^2 \cdot P_{\vartheta}^2$.

Пример 12.12. Для схемы фабрики, представленной в форме рис. 12.10, найти погрешности выходов и извлечений.

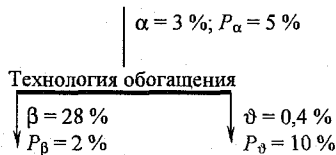


Рис. 12.10. К расчету погрешностей выходов и извлечений

Решение:

$$\gamma_{\beta} = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} = \frac{3 - 0,4}{28 - 0,4} = 0,0942 \text{ д. е.};$$

$$\gamma_{\vartheta} = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \vartheta} = \frac{28 - 3}{28 - 0,4} = 0,9058 \text{ д. е.};$$

$$\varepsilon_{\beta} = \frac{\gamma_{\beta} \cdot \beta}{\alpha} = \frac{0,0942 \cdot 28}{3} = 0,8792 \text{ д. е.};$$

$$\varepsilon_{\vartheta} = \frac{\gamma_{\vartheta} \cdot \vartheta}{\alpha} = \frac{0,9058 \cdot 0,4}{3} = 0,1208 \text{ д. е.};$$

$$P_{\varepsilon}^2 = P_{\alpha}^2 + \varepsilon_{\beta}^2 \cdot P_{\beta}^2 + \varepsilon_{\vartheta}^2 \cdot P_{\vartheta}^2 = 5^2 + 0,8792^2 \cdot 2^2 + 0,1208^2 \cdot 10^2 = 29,55 \text{ \%}^2;$$

$$P_{\gamma}^2 = P_{\alpha}^2 + \gamma_{\beta}^2 \cdot P_{\beta}^2 + \gamma_{\vartheta}^2 \cdot P_{\vartheta}^2 = 5^2 + 0,0942^2 \cdot 2^2 + 0,9058^2 \cdot 10^2 = 107,08 \text{ \%}^2.$$

Тогда

$$P_{\gamma\beta}^2 = \left(\frac{3}{3 - 0,4} \right)^2 \cdot 29,55 = 39,34 \text{ \%}^2 \quad P_{\gamma\beta} = 6,3 \text{ \%};$$

$$P_{\gamma\delta}^2 = \left(\frac{3}{28-3} \right)^2 \cdot 29,55 = 0,426 \%^2 \quad P_{\gamma\delta} = 0,65 \%;$$

$$P_{\epsilon\beta}^2 = \left(\frac{0,4}{3-0,4} \right)^2 \cdot 107,08 = 2,534 \%^2 \quad P_{\epsilon\beta} = 1,6 \%;$$

$$P_{\epsilon\delta}^2 = \left(\frac{28}{28-3} \right)^2 \cdot 107,08 = 134,32 \%^2 \quad P_{\epsilon\delta} = 11,6 \%.$$

Найдя эти величины, легко найти случайную погрешность расчета количества металла в концентрате.

Действительно, если

$$K_{\beta} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\beta} \cdot \beta,$$

$$\text{то } P_{K_{\beta}}^2 = P_{M_{\alpha}}^2 + \left(\frac{W_{\alpha}}{1 - W_{\alpha}} \right)^2 P_{W_{\alpha}}^2 + P_{\gamma_{\beta}}^2 + P_{\beta}^2.$$

Дополнительно, приняв $P_{M_{\alpha}} = 1 \%$, $P_{W_{\alpha}} = 6 \%$ и $W_{\alpha} = 3 \%$, получим

$$P_{K_{\beta}}^2 = 1^2 + \left(\frac{0,03}{1 - 0,03} \right)^2 \cdot 6^2 + 6,3^2 + 2^2 = 44,72 \%^2$$

$$\text{или } P_{K_{\beta}} = 6,7 \%,$$

т. е. расчетное значение массы металла в концентрате в этих условиях будет определено со случайной погрешностью $\pm 6,7 \%$.

12.6. Особенности систем уравнений технологического баланса

Погрешности результатов опробования продуктов непосредственно сказываются на погрешностях результатов расчетов технологического баланса. Погрешность расчетных значений выходов зависит не только от погрешности результатов опробования S_{α} , S_{β} и S_{δ} , но и от значений этих результатов α , β и δ . При некоторых значениях этих величин возможно резкое возрастание погрешности S_{γ} , в частности, при δ , близком к β , а при $\beta = \delta$ погрешность возрастает до бесконечности.

Если на фабрике определяют показатели α , β и δ по нескольким компонентам, то погрешности измерения и свойства уравнений приводят к расхождениям в расчете одной и той же величины по разным компонентам.

Пример 12.13. Возьмем данные за одни сутки для коллективной флотации полиметаллической руды (табл. 12.1).

Составим систему уравнений баланса для каждого из компонентов и уравнение баланса по твердому и найдем неизвестные выходы хвостов и концентрата. Например, по свинцу:

$$\begin{cases} 1 = \gamma_{\beta} + \gamma_{\vartheta}; \\ 1,7 = 11\gamma_{\beta} + 0,2\gamma_{\vartheta}. \end{cases}$$

Таблица 12.1

**Значение массовых долей и погрешности их определения
для участка коллективной флотации в %**

Компонент	α	S_{α}	β	S_{β}	ϑ	S_{ϑ}
Свинец	1,7	0,17	11	0,55	0,2	0,04
Медь	1	0,1	6	0,3	0,3	0,06
Цинк	10,6	0,22	8	0,3	12	0,24
Золото	0,0002	0,00014	0,001	0,0005	0,0001	0,00007
Серебро	0,00018	0,00014	0,001	0,0005	0,0001	0,00007
Железо	36	1,8	33	1,6	40	2

Найдем таким образом выхода, средние квадратические погрешности и доверительные интервалы для выходов по всем металлам (табл. 12.2).

Таблица 12.2

Расчетные показатели для систем из двух уравнений

Компонент	Выход, д. е.		Средняя квадратическая погрешность выхода S_{β}	Доверительный интервал $t \cdot S_{\beta}$	Контрастность разделения, % $[100 \cdot (\beta - \vartheta) / \beta]$
	концентра	хвостов			
Свинец	0,14	0,86	0,0175	$\pm 0,0350$	98,2
Медь	0,12	0,88	0,0208	$\pm 0,0416$	95,0
Цинк	0,35	0,65	0,0821	$\pm 0,1641$	33,0
Золото	0,11	0,89	0,1800	$\pm 0,3600$	90,0
Серебро	0,09	0,91	0,1700	$\pm 0,3400$	90,0
Железо	0,57	0,43	0,3130	$\pm 0,6260$	17,5

Видно, что доверительные интервалы по железу, золоту, серебру и даже цинку таковы, что использовать результаты измерения этих металлов для расчета выходов не имеет смысла: по цинку и железу в связи с малой контрастностью разделения, а по золоту и серебру в связи с высокими погрешностями измерения (относительные средние квадратические погрешности равны 70 % для руды и хвостов и 50 % для концентрата).

Следовательно, для рассматриваемого цикла наилучшие результаты дают расчеты по свинцу $\gamma_{\beta} = 0,14 \pm 0,035$.

Можно ли улучшить расчет? Имеются два варианта.

1. Можно улучшить качество опробования на свинец

Для этого следует изучить погрешности точек опробования и внести необходимые изменения.

Пример 12.14. Если представить подробнее расчет погрешности выхода концентрата по свинцу, то видно, что основную долю погрешности вносит погрешность опробования руды. Действительно,

$$S_{\gamma_{\beta}}(\text{Pb}) = 1/(11-0,2)^2 \cdot 0,17^2 + [(0,2-1,7)/(11-0,2)]^2 \cdot 0,55^2 + \\ + [(1,7-11)/(11-0,2)^2]^2 \cdot 0,04^2 = 24,77 \cdot 10^{-5} + 5,003 \cdot 10^{-5} + \\ + 1,017 \cdot 10^{-5} = 30,79 \cdot 10^{-5}.$$

Если за счет каких-либо мер снизить погрешность определения α свинца, например до 0,1 %, то $S_{\gamma_{\beta}}^2(\text{Pb}) = 14,59 \cdot 10^{-5}$; $S_{\gamma_{\beta}}(\text{Pb}) = 0,012$. Доверительный интервал $\Delta\gamma_{\beta} = \pm 0,024$, а результат $\gamma_{\beta} = 0,14 \pm 0,024$.

2. Решение переопределенных систем

Суть методов, реализующих эту возможность, сводится к решению переопределенной (т. е. содержащей большее число уравнений, чем число неизвестных выходов) системы уравнений материального баланса таким образом, чтобы обеспечить минимум какой-либо функции. Упрощенная формула решения этой задачи на основе метода наименьших квадратов:

$$\gamma_{\beta} \approx \left[\sum_{i=1}^m (\alpha_i - \vartheta_i) \cdot (\beta_i - \vartheta_i) / D_i \right] / \left[\sum_{i=1}^m (\beta_i - \vartheta_i)^2 / D_i \right]; \\ D_i = S_{i\beta}^2 \cdot \gamma_{\beta_0}^2 + S_{i\vartheta}^2 \cdot \gamma_{\vartheta_0}^2 + S_{i\alpha}^2.$$

Здесь $S_{i\beta}$, $S_{i\vartheta}$, $S_{i\alpha}$ – средние квадратические погрешности определения содержания i -го металла соответственно в концентрате, хвостах, руде;

γ_{β_0} , γ_{ϑ_0} – приближенные значения выхода соответственно концентрата и хвостов, вычисленные по совместной системе для наиболее контрастно разделяемого компонента.

Пример 12.15. Вычислим γ_{β} по данным определения металлов – свинца и меди (см. табл. 12.1):

$$\gamma_{\beta} = \left(\frac{1,5 \cdot 10,8}{0,55^2 \cdot 0,14^2 + 0,04^2 \cdot 0,86^2 + 0,17^2} + \frac{0,7 \cdot 5,7}{0,3^2 \cdot 0,14^2 + 0,06^2 \cdot 0,86^2 + 0,1^2} \right) / \\ / \left(\frac{10,8^2}{0,55^2 \cdot 0,14^2 + 0,04^2 \cdot 0,86^2 + 0,17^2} + \frac{5,7^2}{0,3^2 \cdot 0,14^2 + 0,06^2 \cdot 0,86^2 + 0,1^2} \right) = \\ = (450 + 276,57) / (3240 + 2252,1) = 0,132.$$

Как и следовало ожидать, получен несколько усредненный результат $\gamma_{\beta} = 0,132$ с небольшим преимуществом для свинца, так как доверительные интервалы для свинца несколько меньше, чем для меди.

Из структуры формулы следует, что неконтрастно разделенные компоненты и компоненты с большими относительными погрешностями будут вносить малый вклад в изменение γ_{β} по сравнению с 0,132. Действительно, если

использовать данные всех шести металлов (см. табл. 10.3), то получим $\gamma_{\beta} = 0,139$.

Поэтому *общее правило* для расчета операций в технологическом балансе: *расчет операции следует выполнять, используя результаты опробования наиболее контрастно разделяемого в операции компонента. Следует повышать качество опробования именно этого компонента.*

12.7. Использование избыточной информации при расчете схем обогащения

Проблема использования избыточной информации при расчете схем об-суждается уже давно. Было предложено не терять дополнительно возникающую информацию, а всю ее использовать, исходя из положения «кашу маслом не испортишь».

Использование всей поступающей информации возможно лишь путем решения переопределенных систем уравнений. Способы их решения – метод максимального правдоподобия и метод наименьших квадратов – отражены в литературе [93, 94]. Их использование действительно приводит к некоторому промежуточному результату. Расчеты показали, что этот промежуточный результат оказывается близок к решению, найденному по определенной системе для наиболее контрастно разделяемого в обогатительной операции компонента либо к среднему из двух решений, если таких компонентов два.

Так как использование указанных методов решения переопределенных систем требует дополнительной информации и довольно сложно в п. 12.6 сделан практический вывод: расчет схем следует вести по одному, наиболее контрастно разделяемому компоненту.

Однако все же исключить таким образом проблему нельзя. Так, например, почему не найти среднее по результатам расчета каждого из анализируемых компонентов.

Пусть в операции разделения получены результаты по двум компонен-там: α_1 и α_2 , β_1 и β_2 и ϑ_1 и ϑ_2 . Можно найти выход концентрата:

$$\text{по первому компоненту} \quad \gamma_{\beta_1} = \frac{\alpha_1 - \vartheta_1}{\beta_1 - \vartheta_1}$$

$$\text{и по второму} - \quad \gamma_{\beta_2} = \frac{\alpha_2 - \vartheta_2}{\beta_2 - \vartheta_2}$$

Вследствие погрешностей опробования $\gamma_{\beta_1} \neq \gamma_{\beta_2}$.

Казалось бы, лучше найти:

$$\gamma_{\beta} = \frac{\gamma_{\beta_1} + \gamma_{\beta_2}}{2}$$

и считать его лучшим приближением к истинному, чем в отдельности γ_{β_1} и γ_{β_2} . Но это, очевидно, не так. Например, если α_1 , β_1 и ϑ_1 определены с высокой

точностью, то, найдя среднее по двум компонентам, мы «испортим» правильный результат γ_{β_1} .

Найдем условия, когда следует находить среднее и когда это делать не следует. Пусть среднеквадратичные погрешности расчета выхода концентрата по первому и второму компонентам равны $S_{\gamma\beta_1}$ и $S_{\gamma\beta_2}$. Они в общем случае не равны.

Погрешность среднего значения:

$$S_{\gamma\beta}^2 = \frac{1}{4} \cdot (S_{\gamma\beta_1}^2 + S_{\gamma\beta_2}^2).$$

Найдем условие, при котором эта погрешность будет меньше, чем погрешность одного компонента, например $S_{\gamma\beta_1}^2$:

$$\frac{1}{4} \cdot (S_{\gamma\beta_1}^2 + S_{\gamma\beta_2}^2) < S_{\gamma\beta_1}^2.$$

Из этого неравенства следует, что находить среднее нужно лишь тогда, когда:

$$\frac{S_{\gamma\beta_1}^2}{S_{\gamma\beta_2}^2} > 0,33.$$

Если же $S_{\gamma\beta_1}^2$ мало, а $S_{\gamma\beta_2}^2$ велико, то усреднять результаты расчета по двум компонентам нецелесообразно, и, наоборот, если эти погрешности соизмеримы, т. е. отношение меньшей из них к большей более 0,33, то результаты лучше усреднять. На рис. 12.11 эта ситуация показана графически.

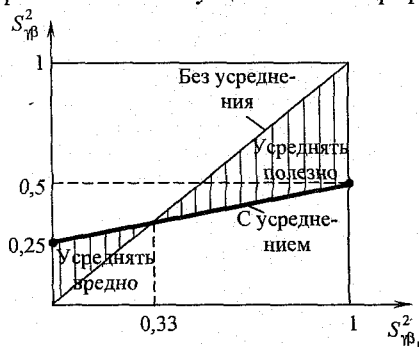


Рис. 12.11. К объяснению границы вреда и пользы усреднения

Погрешности γ_{β} определяются по формулам [7] и изложенным в разделе 12.5:

$$P_{\gamma\beta_1}^2 = \left(\frac{\alpha_1}{\alpha_1 - \vartheta_1} \right)^2 \cdot [P_{\alpha_1}^2 + \varepsilon_{\beta_1}^2 \cdot P_{\beta_1}^2 + \varepsilon_{\vartheta_1}^2 \cdot P_{\vartheta_1}^2];$$

$$P_{\gamma\beta_2}^2 = \left(\frac{\alpha_2}{\alpha_2 - \vartheta_2} \right)^2 \cdot [P_{\alpha_2}^2 + \varepsilon_{\beta_2}^2 \cdot P_{\beta_2}^2 + \varepsilon_{\vartheta_2}^2 \cdot P_{\vartheta_2}^2]$$

Обычные для меди и цинка относительные погрешности:

$$P_{\alpha_1} = P_{\alpha_2} = 5 \%;$$

$$P_{\beta_1} = P_{\beta_2} = 2 \%;$$

$$P_{\vartheta_1} = P_{\vartheta_2} = 10 \%.$$

Вместо среднеквадратичных погрешностей удобнее использовать относительные:

$$\left(\frac{S_{\gamma\beta_1}}{S_{\gamma\beta_2}} \right)^2 = \left(\frac{P_{\gamma\beta_1} \cdot \gamma_{\beta_1}}{200} \right)^2 = \left(\frac{P_{\gamma\beta_1}^2}{P_{\gamma\beta_2}^2} \right) \cdot \left(\frac{\gamma_{\beta_1}}{\gamma_{\beta_2}} \right)^2$$

Пример 12.16. Результаты медной флотации медно-цинковой руды приведены на рис. 12.12. Первый компонент медь, второй – цинк. Целесообразно ли усреднение расчетных показателей?



Рис. 12.12. Результаты обогащения медно-цинковой руды в медном цикле

Решение:

Найдем выхода и извлечение отдельно по меди и по цинку:

$$\gamma_{\beta_{Cu}} = 0,091; \quad \gamma_{\beta_{Zn}} = 0,25$$

$$\gamma_{\vartheta_{Cu}} = 0,909; \quad \gamma_{\vartheta_{Zn}} = 0,75$$

$$\varepsilon_{\beta_{Cu}} = 0,91; \quad \varepsilon_{\beta_{Zn}} = 0,375$$

$$\varepsilon_{\vartheta_{Cu}} = 0,09; \quad \varepsilon_{\vartheta_{Zn}} = 0,625.$$

Видим, что результаты расчетов резко различаются.

Найдем погрешности расчета выходов, приняв обычные погрешности опробования:

$$P_{\gamma\beta_{Cu}}^2 = \left(\frac{2}{2-0,2} \right)^2 \cdot [5^2 + 0,91^2 \cdot 2^2 + 0,09^2 \cdot 10^2] = 35,95 \%^2;$$

$$P_{\gamma\beta_{Zn}}^2 = \left(\frac{4}{5-4} \right)^2 \cdot [5^2 + 0,375^2 \cdot 2^2 + 0,625^2 \cdot 10^2] = 1033 \%^2.$$

$$\text{Отношение } \frac{P_{\gamma\beta_{Cu}}^2 \cdot \gamma_{\beta_{Cu}}^2}{P_{\gamma\beta_{Zn}}^2 \cdot \gamma_{\beta_{Zn}}^2} = \frac{35,95 \cdot 0,091^2}{1033 \cdot 0,25^2} = 0,0046 \text{ д. е. } < 0,33.$$

Следовательно, усреднять результаты опробования нецелесообразно, и за истину принять результаты расчета по меди.

Пример 12.17. Если выполнить эти расчеты для коллективной флотации, для которой $\alpha_{Cu} = 2\%$; $\alpha_{Zn} = 4\%$; $\beta_{Cu} = 20\%$; $\beta_{Zn} = 45\%$ и $\vartheta_{Cu} = 0,2\%$; $\vartheta_{Zn} = 0,6\%$, то получим:

$$\gamma_{\beta_{Cu}} = 0,091 \text{ и } \gamma_{\beta_{Zn}} = 0,0766;$$

$$\varepsilon_{\beta_{Cu}} = 0,91 \text{ и } \varepsilon_{\beta_{Zn}} = 0,862;$$

$$P_{\gamma_{\beta_{Zn}}}^2 = \left(\frac{4}{4-0,6} \right)^2 \cdot [5^2 + 0,862^2 \cdot 2^2 + 0,138^2 \cdot 10^2] = 41,3\%{}^2;$$

$$P_{\gamma_{\beta_{Cu}}}^2 = 35,95\%{}^2.$$

Проверяем условие:

$$\frac{P_{\gamma_{\beta_{Zn}}}^2 \cdot \gamma_{\beta_{Zn}}^2}{P_{\gamma_{\beta_{Cu}}}^2 \cdot \gamma_{\beta_{Cu}}^2} = \frac{41,3 \cdot 0,0766^2}{35,95 \cdot 0,091^2} = 0,81 \text{ д. е.} > 0,33.$$

Следовательно, усреднить результаты расчетов целесообразно:

$$\gamma_{\beta} = \frac{0,091 + 0,0766}{2} = 0,0838.$$

Тогда извлечение:

$$\varepsilon_{\beta_{Cu}} = 0,0838 \cdot \frac{20}{2} = 0,838;$$

$$\varepsilon_{\beta_{Zn}} = 0,0838 \cdot \frac{45}{4} = 0,943.$$

Отсюда можно сделать вывод.

Для расчета схем с избыточной информацией нужно решить: усреднять результаты или нет для расчета γ_{β} и γ_{ϑ} .

Если усреднять – то рассчитывать γ_{β} и γ_{ϑ} в отдельности по каждому компоненту, а затем находить их средние значения.

Если не усреднять, то разделить схему на части и рассчитать каждую по наиболее контрастно разделяемому компоненту в отдельности.

12.8. Вероятная систематическая погрешность расчетных показателей

Расчетные показатели технологического баланса получают, используя измеренные значения массовых долей в продуктах обогащения. Вследствие асимметричности законов распределения массовая доля полезного компонента занижается на величину $\Delta\alpha_{всп}$. Эта погрешность влияет на значение рассчитанного показателя.

Выход концентрата:

$$\gamma_{\beta} = \frac{(\alpha - \Delta\alpha_{всп}) - \vartheta}{\beta - \vartheta} = \gamma_{\beta_{ист}} - \frac{\Delta\alpha_{всп}}{\beta - \vartheta}.$$

Следовательно, выход концентрата будет занижен.

Извлечение в концентрат:

$$\varepsilon_{\beta} = \varepsilon_{\beta_{ист}} - \Delta\varepsilon_{всп}$$

также будет заниженным. Противоположная картина будет при наличии такой же погрешности в хвостах — $\Delta\vartheta_{всп}$.

Этот факт бывает не столь заметен, если оперативные значения показателей используются лишь для корректировки процесса. Но если на обогатительной фабрике организован текущий контроль, расчет и представление в накопленной форме основных технологических показателей — выдачи металла и извлечения, то к концу месяца может наметиться разрыв между накопленным значением выданного фабрикой металла, найденным по данным технологического баланса, и фактической массой металла в отгруженном фабрикой концентрате.

На некоторых фабриках в связи с трудностью опробования какого-либо потока определяют массовую долю полезного компонента расчетным путем, пользуясь балансовым уравнением:

$$\alpha \cdot M_{\alpha_{сух}} = \beta \cdot M_{\beta_{сух}} + \vartheta \cdot M_{\vartheta_{сух}}$$

Так нередко поступают в случае, когда $M_{\beta_{сух}} \ll M_{\alpha_{сух}}$, и, следовательно, принимают $M_{\vartheta_{сух}} = M_{\alpha_{сух}}$, что справедливо для многих фабрик, обогащающих руду с низкой массовой долей ценного компонента. Тогда, например, массовую долю металла в руде определяют по формуле

$$\alpha = \beta \cdot M_{\beta_{сух}} / M_{\alpha_{сух}} + \vartheta$$

Обычно массу концентрата M_{β} и сухую массу руды $M_{\alpha_{сух}}$ определяют весьма тщательно. Опробование тонкоизмельченных хвостов и концентрата дает возможность легко получить значения ϑ и β . Наличие вероятной систематической погрешности $\Delta\vartheta_{всп}$ дает такое расчетное значение массовой доли компонента в руде:

$$\alpha = \beta \cdot M_{\beta_{сух}} / M_{\alpha_{сух}} + (\vartheta - \Delta\vartheta_{всп}) = \alpha_{ист} - \Delta\vartheta_{всп},$$

т. е. массовая доля полезного компонента в руде в результате такого расчета также занижается.

Эти выводы о влиянии вероятной систематической погрешности на расчетные показатели для конкретной фабрики следует делать после конкретных расчетов с учетом как $\Delta\alpha_{всп}$, так и $\Delta\vartheta_{всп}$ и $\Delta\beta_{всп}$.

ТОВАРНЫЙ БАЛАНС

13.1. Основные положения по составлению товарного баланса

Обогатительная фабрика отличается от многих производств тем, что, получая на входе руду, производит два продукта – концентрат и хвосты. Если их опробовать независимо друг от друга, то появляется возможность установить – имеется соответствие между поступившим на фабрику продуктом и выпущенным ею или нет. Такую возможность создает специфический документ, называемый «товарный баланс».

Товарный баланс – это отчет о поступлении на обогатительную фабрику руды и другом, подлежащем обогащению материале, выпуске концентратов, хвостов и других учитываемых продуктов фабрики, а также накоплении или расходе продуктов в емкостях фабрики (бункерах, складах, стусителях и т. п.).

Такой отчет необходим для руководства обогатительной фабрики, и в значительной мере он подготовлен к концу месяца в связи с расчетом в технологическом балансе накопленных показателей.

В этом отчете указывают все необходимые данные для расчета показателей баланса ценных компонентов, а именно:

M – массы всех учитываемых продуктов;

W – влажность всех учитываемых продуктов;

α – массовые доли ценных компонентов во всех учитываемых продуктах.

Массу какого-либо i -го компонента в каком-либо j -м продукте вычисляют по формуле:

$$K_{ij} = M_j \cdot (1 - W_j) \cdot \alpha_{ij}.$$

Для обогатительной фабрики самостоятельное значение имеют сами приведенные выше показатели, т. е. массы продуктов и компонентов и массовые доли компонентов за контрольный период. Эти показатели в абсолютном выражении используют для всех видов расчетов и сравнений. Входящие в товарный баланс данные должны быть получены строго в соответствии с методиками, инструкциями и другими нормативными документами, а их получение фиксируется актами и справками.

Для обогатительной фабрики за контрольный период должно выполняться равенство сухих масс:

$$M_b = M_n$$

и масс любых компонентов

$$K_{i_b} = K_{i_n},$$

где M_b – масса выпущенных фабрикой продуктов за контрольный период;

K_{i_b} – масса i -го компонента, выпущенного фабрикой во всех продуктах за контрольный период;

M_n и K_{i_n} – то же, поступивших на фабрику за контрольный период.

Товарный баланс всегда составляют для какого-либо заранее оговоренного контрольного периода T (обычно период $T = 1$ месяц).

В идеальном случае, когда измерения всех величин M , W , α выполняются точно, когда все входящие и выходящие продукты учтены, и измерены продукты во всех емкостях, товарный баланс – баланс материальный будет выполнен; сами по себе уравнения баланса никакого значения иметь не будут.

Однако идеальных условий не существует, поэтому уравнения товарного баланса составляют, так как они позволяют найти такие специфические показатели, как невязки.

13.2. Особенности использования накопленных показателей

Технологический баланс отражает складывающуюся на предприятии ситуацию на какой-либо принятый на фабрике отрезок времени и представляется руководству в виде сводки (рапорта) за сутки с детализацией по сменам. При современной технике возможен его расчет и в текущем оперативном режиме.

С целью оценки ситуации, связанной с выполнением заданий по переработке и отгрузке концентратов наряду со сменными показателями, рассчитывают и представляют в технологическом балансе накопленные, как правило, с начала месяца показатели. Одновременно в технологическом балансе могут быть представлены важные для оценки состояния предприятия величины, например, запасы руды на складах и в бункерах, запасы концентратов и т. п.

При наличии весов в балансе отражаются как влажные, так и сухие массы. Если же массы рассчитываются с использованием выходов продуктов, то отражаются только сухие массы:

$$\begin{aligned} M_{\text{нак}} &= \sum M_i; \\ M_{\text{сух нак}} &= \sum M_{i_{\text{сух}}}. \end{aligned}$$

Остатки руды или концентрата на складах могут определяться по разности поступившего и вышедшего продуктов. Однако фактическое наличие остатков необходимо периодически оценивать косвенным измерением массы, так как в условиях фабрики возможно накопление систематических погрешностей взвешивания, связанных с налипанием руды, обмерзанием ленты конвейера и т. п.

Точно так же определяют накопленные массы компонентов:

$$K_{\text{нак}} = \sum K_i.$$

Наконец, определяют средневзвешенные значения массовых долей:

$$\alpha_{\text{взв}} = \frac{K_{\text{нак}}}{M_{\text{сух нак}}}.$$

Такие величины, как $K_{\text{нак}}$, являются исходной информацией для расчета товарного баланса и извлекаются непосредственно из технологического баланса на конец месяца.

Накопленные показатели формируются под воздействием всех погрешностей и сами также имеют погрешности.

Если $\alpha_i = \alpha_{i \text{ ист}} + (-) \Delta\alpha_{\text{сист}} \pm \Delta\alpha_{\text{сл}} + (-) \Delta\alpha_{\text{всп}} + (-) \Delta\alpha_{\text{мет}}$, то накопленное значение будет иметь другие погрешности:

- систематическая погрешность сохраняет свою величину;
- случайная погрешность уменьшается в \sqrt{N} раз, если условия опробования не изменяются. Но так как величина опробуемого массива за месяц увеличивается, часть случайной погрешности, предопределяемая дисперсией точечных проб, также увеличивается. В целом величина случайной погрешности за месяц может даже увеличиться;
- вероятная систематическая погрешность уменьшается, так как увеличивается число проб, использованных для накопленного показателя, но и распределение массовой доли в точечных пробах может измениться и стать более асимметричным, за счет чего вероятная систематическая погрешность может возрасти;
- методическая погрешность зависит от доли бракуемых результатов и значений α_{max} и α_{min} и с накоплением результатов может как увеличиваться, так и уменьшаться.

В итоге формируется накопленный показатель с достаточно сложным общим влиянием всех погрешностей.

Так как опробуемая руда и хвосты не контролируются другими способами, то накопленные погрешности не могут быть выявлены.

Особый случай возможен для концентратов фабрики, масса металлов в которых измеряется двумя путями – как накопленная за месяц по результатам опробования руды, концентрата и хвостов и как накопленная за месяц по результатам опробования самого концентрата:

$$K_{\text{нак}} = \sum_i M_{\alpha_i} \cdot (1 - W_{\alpha_i}) \cdot \gamma_{\beta_i} \cdot \beta_i;$$

$$K_{\text{нак } \beta} = \sum_j M_{\beta_j} \cdot (1 - W_{\beta_j}) \cdot \beta_j.$$

Так как отгружаемый концентрат опробуется в более простых условиях, то все виды погрешностей для $K_{\text{нак } \beta}$ существенно меньше, чем для $K_{\text{нак}}$.

Тогда возможен заметный «локальный» разрыв, наблюдаемый в технологическом балансе: масса отгружаемого металла не совпадает с накопленной массой.

Если погрешности для накопленных показателей не увеличиваются, то накопленная масса металла должна быть меньше, чем при опробовании самого концентрата, и это не вызывает особого беспокойства.

13.3. Невязка товарного баланса

Истинное влияние погрешностей на результаты опробования на обогатительных фабриках можно выявить, сопоставляя массы продуктов, поступивших на фабрику с массами продуктов, вышедших из нее. Эту возможность и дает товарный баланс.

В товарном балансе никогда не будет равенства левых и правых частей уравнений для масс продуктов и масс ценных компонентов. Разность между выходом и приходом как масс продуктов, так и масс ценных компонентов составляет невязку.

Невязка по массе продуктов:

$$\Delta_M = M_B - M_{\Pi} = M_{\beta} + M_{\vartheta} + M_{\text{сл}} + M_{\Gamma} + M_{\text{б кон}} + M_{\text{сг кон}} + M_{\text{ск кон}} - (M_{\alpha} + M_{\text{б нач}} + M_{\text{сг нач}} + M_{\text{ск нач}}).$$

Невязка по массе ценного компонента:

$$\Delta_K = K_B - K_{\Pi} = K_{\beta} + K_{\vartheta} + K_{\text{сл}} + K_{\Gamma} + K_{\text{б кон}} + K_{\text{сг кон}} + K_{\text{ск кон}} - (K_{\alpha} + K_{\text{б нач}} + K_{\text{сг нач}} + K_{\text{ск нач}}).$$

Здесь M_{α} , M_{β} , M_{ϑ} , $M_{\text{сл}}$, M_{Γ} , а также K_{α} , K_{β} , K_{ϑ} , $K_{\text{сл}}$ и K_{Γ} – массы продукта и массы ценного компонента в руде, концентрате, хвостах, сливах сгустителя, дымовых газах;

$M_{\text{б кон}}$, $M_{\text{сг кон}}$ и $M_{\text{ск кон}}$ – масса продукта в бункере, сгустителе, складе на конец контрольного периода. Индекс «нач» при тех же величинах указывает на начало контрольного периода.

Удобнее невязку Δ_K записывать так:

$$\Delta_K = K_{\beta} + K_{\vartheta} + K_{\text{умп}} + \sum_i K_{i \text{ кон}} - K_{\alpha} - \sum_i K_{i \text{ нач}}.$$

Здесь $K_{\text{умп}}$ – масса ценного компонента в учетных механических потерях.

Относительная невязка:

$$\Delta_{M \text{ отн}} \cong \frac{\Delta_M}{M_{\alpha}} \cdot 100 \%;$$

$$\Delta_{K \text{ отн}} \cong \frac{\Delta_K}{K_{\alpha}} \cdot 100 \%.$$

Пример 13.1. Найти невязку товарного баланса для фабрики, представленной на рис. 13.1. Необходимые для расчета данные указаны на рисунке. Массы указаны накопленные за месяц, массовые доли – средневзвешенные.

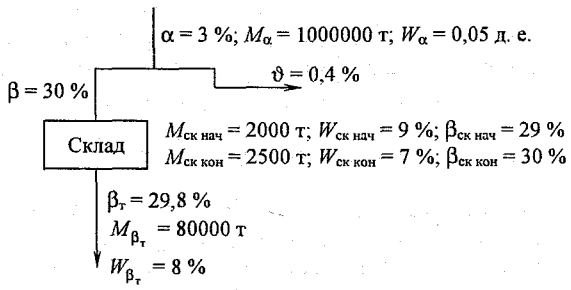


Рис. 13.1. Исходные данные для расчета невязки

Решение:

Формула невязки:

$$\Delta_K = K_{\beta_T} + K_{\vartheta} + K_{\text{ск кон}} - K_{\alpha} - K_{\text{ск нач}}$$

Найдем отдельные слагаемые.

Масса металла в отгруженном (товарном) концентрате:

$$K_{\beta_T} = M_{\beta_T} \cdot (1 - W_{\beta_T}) \cdot \beta_T = 80000 \cdot (1 - 0,08) \cdot 0,298 = 21932,8 \text{ т.}$$

Масса металла в руде:

$$K_{\alpha} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \alpha = 1000000 \cdot (1 - 0,05) \cdot 0,03 = 28500 \text{ т.}$$

Выход хвостов:

$$\gamma_{\vartheta} = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \vartheta} = \frac{30 - 3}{30 - 0,4} = 0,912.$$

Масса металла в хвостах:

$$K_{\vartheta} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\vartheta} \cdot \vartheta = 1000000 \cdot (1 - 0,05) \cdot 0,912 \cdot 0,004 = 3465,6 \text{ т.}$$

Масса металла на складе в начале месяца:

$$K_{\text{ск нач}} = M_{\text{ск нач}} \cdot (1 - W_{\text{ск нач}}) \cdot \beta_{\text{ск нач}} = 2000 \cdot (1 - 0,09) \cdot 0,29 = 527,8 \text{ т.}$$

Масса металла на складе в конце месяца:

$$K_{\text{ск кон}} = M_{\text{ск кон}} \cdot (1 - W_{\text{ск кон}}) \cdot \beta_{\text{ск кон}} = 2500 \cdot (1 - 0,07) \cdot 0,30 = 697,5 \text{ т.}$$

Невязка:

$$\Delta_K = 21932,8 + 3465,6 + 697,5 - 28500 - 527,8 = -2931,9 \text{ т.}$$

Относительная невязка:

$$\Delta_{K_{\text{отн}}} = \frac{\Delta_K}{K_{\alpha}} \cdot 100 = \frac{-2931,9}{28500} \cdot 100 = -10,29 \%$$

Далее, опустив индекс, будем рассматривать невязку массы ценного компонента.

Здравый смысл (и закон сохранения масс) подсказывает, что невязка должна быть отрицательной, т. е. масса продукта или компонента в продукте на выходе фабрики не может превышать массу продуктов или массу компонента в продуктах на входе фабрики.

Случайная погрешность невязки может приводить к появлению у невязки положительного знака, но этот знак не может быть постоянным в течение длительного периода наблюдений. «Расхождение (невязка) товарного баланса не должно иметь постоянный знак более чем 3 месяца подряд» [95].

Оценка величины невязки и ее анализ представляют существенный практический интерес для любой обогатительной фабрики. Необходимость вычисления невязки предопределяется также требованиями Ростехнадзора. Он предписывает и допустимую величину относительной невязки: «Критерием правильности составления товарного баланса является малая величина (2 ÷ 3 %) его расхождения с технологическим или разностью между массами полезного

компонента, поступившего и вышедшего за пределы предприятия в учтенных продуктах».

Причинами появления невязки могут быть:

- неучтенные механические потери;
- погрешности измерения каждой из входящих в расчетную формулу невязки величин.

При установлении допустимой величины относительной невязки и требований перемены знака невязки предполагается, что именно в эти величины укладывается случайная погрешность определения невязки. Если же фактическая невязка по абсолютной величине превышает допустимую, то предполагается, что это превышение вызвано механическими потерями.

Это весьма упрощенный взгляд на невязку. Известно много случаев, когда невязка не укладывается в указанные пределы, и в то же время нельзя утверждать, что на фабрике существуют неучтенные механические потери. Более того, существует ряд фабрик, для которых невязка является существенно положительной, т. е. на этих фабриках выпускают полезного компонента по массе больше, чем его обнаруживают на входе фабрики.

Такое явление привычно для золоторудных, асбообогатительных, алмазных, слюдяных, редкометалльных и т. п. фабрик. С ним сталкиваются и на таких фабриках, на которых, казалось бы, положительная невязка значительной величины невозможна. Приведем пример по фабрике, обогащающей руду молибдена и вольфрама (см. п. 4.1).

Судя по положительной невязке, делаем вывод, что фабрика систематически выпускает молибдена и вольфрама больше, чем поступило этих металлов с рудой. Качество опробования на такой фабрике обычно высоко, следовательно, ошибки исключены.

Аналогичное явление наблюдается при отработке золотых россыпей драгами. Показано, что положительная невязка в этих случаях может достигать 300 %. Другими словами, драга выдает золота в три раза больше, чем то количество золота, которое определено опробованием в россыпи. Поэтому на золотообогатительных фабриках невязку обычно не нормируют.

На редкометалльных фабриках, обогащающих тантал, ниобий, бериллий и т. п., допустимую невязку повышают, например, до 5 %.

Все эти факты свидетельствуют, что невязка – сложный показатель, отражающий особенности каждой руды, и его анализ и нормирование должны быть более тщательными.

В соответствии с указанными двумя причинами появления невязки ее можно разложить на составляющие:

$$\Delta = \text{НМП} + \Delta_{\text{погр}}$$

Если бы была известна величина невязки, вызванная погрешностями опробования $\Delta_{\text{погр}}$, то можно было бы найти величину неучтенных механических потерь (НМП):

$$\text{НМП} = -(\Delta - \Delta_{\text{погр}}).$$

Таким образом, невязка включает в себя две составляющие, одна из которых – неучтенные технологические потери (НМП) – отражает технологическую культуру ведения работ на обогатительной фабрике, а другая – часть невязки $\Delta_{\text{погр}}$, вызванная погрешностями опробования, – отражает качество опробования.

В соответствии со структурой полной погрешности опробования, погрешность невязки также будет состоять из четырех составляющих:

$$\Delta_{\text{погр}} = \Delta_{\text{сист}} + \Delta_{\text{сл}} + \Delta_{\text{всп}} + \Delta_{\text{мет}}.$$

Здесь $\Delta_{\text{сист}}$ – часть невязки, вызванная систематическими погрешностями опробования;

$\Delta_{\text{сл}}$ – часть невязки, вызванная случайными погрешностями опробования;

$\Delta_{\text{всп}}$ – часть невязки, вызванная вероятными систематическими погрешностями опробования;

$\Delta_{\text{мет}}$ – часть невязки, вызванная методическими погрешностями опробования.

В зависимости от величины каждой из этих частей невязка даже при отсутствии неучтенных механических потерь может быть как отрицательной, так и положительной.

13.4. Систематическая погрешность невязки

Систематическая погрешность невязки, как и систематическая погрешность результата опробования, должна быть выявлена и устранена. Поэтому в общем случае $\Delta_{\text{сист}} = 0$.

Однако в ряде случаев ее устранить не удастся. Такая ситуация возникла на асбообогатительных фабриках, на которых существующие способы анализа не позволяют определить массовую долю балансируемого компонента (асбестового волокна определенной длины) без систематической погрешности. В настоящее время разработаны и внедряются новые методы анализа и новые варианты измерения длины асбестового волокна в продуктах опробования. Если это удастся, то и на асбообогатительных фабриках систематическая погрешность будет равна нулю.

Кажущаяся систематическая погрешность может возникнуть и при переходе в процессе обогащения одного измеряемого компонента в другой. Если для элементов в условиях обогатительных фабрик это невозможно, то переход крупных кристаллов в мелкие возможен (слюда, асбест, драгоценные камни, фракции щебня и т. п.). Для крупных классов такой переход приводит к отрицательной систематической погрешности, для мелких – к положительной. Считать ли это погрешностями или потерями, зависит от ситуации на обогатительной фабрике. В целом для всех классов такая погрешность *равна нулю*, поэтому мы употребили определение «кажущаяся». В этих случаях можно встретить на обогатительных фабриках то, что кажется невозможным: извлечение в готовый продукт или класс больше 100 %. При соответствующем анализе эти несоответствия в расчетах могут быть устранены, хотя бы в том, чтобы вычислялась суммарная невязка по классам.

Если в обычных условиях $\Delta\alpha_{\text{сист}} \neq 0$, то определить ее величину почти невозможно, так как влияние многих погрешностей сильно затушевывает возможную небольшую величину $\Delta\alpha_{\text{сист}}$. Устранять эту погрешность следует строгим выполнением принципов опробования.

Подозрение о наличии неучтенных механических потерь в современных условиях при наличии всестороннего контроля может возникнуть, по-видимому, в специфических случаях, когда на фабрике что-то не контролируется. Не заметить наличие каких-то потерь можно лишь тогда, когда заметная часть металла (ценного компонента) исчезает неизвестно куда.

Это, по-видимому, возможно, если будет потеряно некоторое количество золота, платины, алмазов, изумрудов и т. п.

Такой случай описан в литературе, когда на дне промывочного прибора было специально сделано отверстие, через которое под промприбор поступало за сезон некоторое количество обогащенных песков. После закрытия сезона рабочий возвращался и промывал вручную золото.

Но на большинстве крупнотоннажных фабрик невязка вряд ли укажет на неучтенные механические потери.

Не следует, однако, забывать, что условия работы измерительных устройств на обогатительных фабриках могут быть тяжелыми. Так, на работу конвейерных весов может влиять текущая вода, налипшая пыль или примерзшие частицы руды и т. п., что может приводить к систематической погрешности при взвешивании. Эта погрешность не устраняется при поверке весов, так как при этом такие явления, естественно, устраняются. Аналогичные влияния возможны при взвешивании продуктов в емкостях за счет их загрязнения и, возможно, по другим причинам. В итоге возможно появление систематической погрешности невязки.

Так как эта систематическая погрешность приводит к увеличенному измеренному расходу руды, то это может привести к увеличению отрицательной величины невязки и к кажущимся механическим потерям. При этом проверить наличие этой систематической погрешности по балансу масс на фабрике тоже нельзя, так как масса хвостов не взвешивается, а определяется по технологическому балансу путем расчета выхода хвостов γ_0 .

13.5. Случайная погрешность невязки. Расчет допустимой невязки

Случайная погрешность невязки может быть найдена исходя из погрешностей составляющих невязку величин:

$$\Delta_K = K_\beta + K_\theta + K_{\text{умп}} + \sum_i K_{i_{\text{кон}}} - K_\alpha - \sum_i K_{i_{\text{нач}}}$$

Каждая из величин количества компонента K рассчитывается по формуле:

$$K = M \cdot (1 - W) \cdot \alpha$$

или ее разновидностям.

Ранее (гл. 1) было показано:

$$P_K^2 = P_M^2 + \left(\frac{W}{1-W} \right)^2 \cdot P_W^2 + P_\alpha^2.$$

По свойству дисперсий:

$$S_{\Delta_K}^2 = S_{K_\beta}^2 + S_{K_\vartheta}^2 + S_{K_{\text{умп}}}^2 + S_{K_\alpha}^2 + \sum_i S_{K_{i\text{кон}}}^2 + \sum_i S_{K_{i\text{нач}}}^2.$$

Разделим уравнение на K_α и введем дополнительные множители:

$$\frac{S_{\Delta_K}^2}{K_\alpha^2} = \frac{S_{K_\beta}^2 \cdot K_\beta^2}{K_\beta^2 \cdot K_\alpha^2} + \frac{S_{K_\vartheta}^2 \cdot K_\vartheta^2}{K_\vartheta^2 \cdot K_\alpha^2} + \frac{S_{K_{\text{умп}}}^2 \cdot K_{\text{умп}}^2}{K_{\text{умп}}^2 \cdot K_\alpha^2} + \frac{S_{K_\alpha}^2}{K_\alpha^2} + \sum_i \frac{S_{K_{i\text{кон}}}^2 \cdot K_{i\text{кон}}^2}{K_{i\text{кон}}^2 \cdot K_\alpha^2} + \sum_i \frac{S_{K_{i\text{нач}}}^2 \cdot K_{i\text{нач}}^2}{K_{i\text{нач}}^2 \cdot K_\alpha^2}.$$

Умножив уравнение на t^2 и 100^2 и учтя, что $\frac{K_\beta}{K_\alpha} = \varepsilon_\beta$; $\frac{K_\vartheta}{K_\alpha} = \varepsilon_\vartheta$;

$\frac{K_{\text{умп}}}{K_\alpha} = \varepsilon_{\text{умп}}$; $\frac{K_i}{K_\alpha} = r_i$, получим:

$$P_{\Delta_K}^2 = \varepsilon_\beta^2 P_{K_\beta}^2 + \varepsilon_\vartheta^2 P_{K_\vartheta}^2 + \varepsilon_{\text{умп}}^2 P_{K_{\text{умп}}}^2 + P_{K_\alpha}^2 + \sum_i r_{i\text{кон}}^2 P_{K_{i\text{кон}}}^2 + \sum_i r_{i\text{нач}}^2 P_{K_{i\text{нач}}}^2.$$

Так как обычно $r_{i\text{кон}} \approx r_{i\text{нач}}$ и $P_{i\text{кон}} \approx P_{i\text{нач}}$, перепишем полученное выражение так:

$$P_{\Delta_K}^2 = P_{K_\alpha}^2 + \varepsilon_\beta^2 P_{K_\beta}^2 + \varepsilon_\vartheta^2 P_{K_\vartheta}^2 + \varepsilon_{\text{умп}}^2 P_{K_{\text{умп}}}^2 + 2 \sum_i r_i^2 P_{K_i}^2.$$

Полученное выражение для случайной относительной погрешности невязки позволяет для любой обогатительной фабрики найти фактическое значение P_{Δ_K} .

Для усредненных условий работы обогатительных фабрик получены зависимости P_{Δ_K} от массовой доли (рис. 13.2), из которых следует, что даже если считать допустимой погрешностью невязки случайную погрешность, формирующуюся в нормальных условиях, то видно, что допустимая погрешность невязки должна быть разной, в частности, такой: для фабрик с массовой долей полезного компонента в руде α :

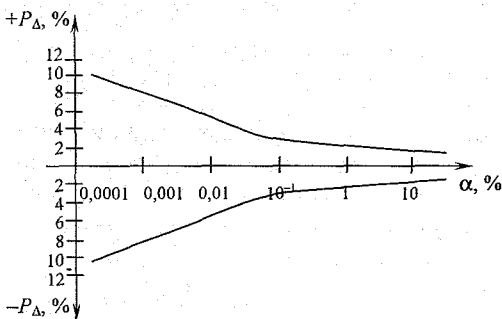


Рис. 13.2. Границы изменения относительной случайной погрешности α .

$\alpha > 10\%$;	$P_{\Delta_{\text{доп}}} = 1\%$;
если $1 < \alpha < 10$;	$P_{\Delta_{\text{доп}}} = 2\%$;
$0,01 < \alpha < 1$;	$P_{\Delta_{\text{доп}}} = 4\%$;
$0,001 < \alpha < 0,01$;	$P_{\Delta_{\text{доп}}} = 6\%$;
$0,0001 < \alpha < 0,001$	$P_{\Delta_{\text{доп}}} = 10\%$ и т. д.

Пример 13.2. Расчетом найдены относительные погрешности определения масс ценного компонента:

$$P_{K_{\alpha}} = 2,3\%; P_{K_{\beta}} = 2,2\%; P_{K_{\delta}} = 12,3\%; P_{K_{\text{умп}}} = 11,8\%;$$

$$P_{K_{\alpha}} = 8,1\%; P_{K_{\text{сг}}} = 4,6\%; P_{K_{\text{ск}}} = 1,8\%;$$

$$\varepsilon_{\beta} = 85\%; \varepsilon_{\delta} = 15\%; \varepsilon_{\text{умп}} = 0,5\%; r_{\beta} = 0,05; r_{\text{сг}} = 0,3; r_{\text{ск}} = 0,1.$$

Относительная случайная погрешность:

$$\begin{aligned} P_{\Delta_K}^2 &= 2,3^2 + 0,85^2 \cdot 2,2^2 + 0,15^2 \cdot 12,3^2 + 0,005^2 \cdot 11,8^2 + \\ &+ 2 \cdot (0,05^2 \cdot 8,1^2 + 0,3^2 \cdot 4,6^2 + 0,1^2 \cdot 1,8^2) = \\ &= 5,29 + 3,5 + 3,4 + 0,0035 + 2 \cdot (0,16 + 1,9 + 0,032) = 16,38\% ; \\ P_{\Delta_K} &= 4,05\% . \end{aligned}$$

Это значит, что фактическая относительная случайная погрешность невязки для рассматриваемой фабрики составляет $\pm 4,05\%$. Для достижения меньшей допустимой невязки следует улучшать качество опробования и в первую очередь массы компонента в руде K_{α} .

Найденную таким образом фактическую случайную погрешность невязки можно считать допустимой относительной невязкой $\Delta_{K_{\text{отн. доп}}}$.

Погрешность накопленных показателей на обогажительных фабриках определяется более сложным образом, чем просто погрешность усредняемых показателей. Дело в том, что помимо усреднения на погрешность оказывает влияние изменение неоднородности опробуемых массивов. Так, если для некоторого контрольного периода, например $T_{\text{см}}$ для смены, получена погрешность определения массовой доли в руде $P_{\alpha_{\text{см}}}$, то при расчете погрешности для большего периода, например месяца $T_{\text{мес}}$, следует учесть изменение дисперсии точечных проб на интервале смена-месяц, т. е.

$$P_{\alpha_{\text{мес}}}^2 = \frac{1}{N_{\text{см}}} \cdot (P_{\alpha_{\text{см}}}^2 + P_{\alpha_{\text{см-мес}}}^2) = \frac{1}{N_{\text{см}}} \cdot (P_{\alpha_{\text{см}}}^2 + 4\Delta V^2).$$

При этом

$$P_{\alpha_{\text{см-мес}}} = 2\Delta V_{\text{см-мес}} = 2 \cdot (V_{\alpha_{\text{мес}}} - V_{\alpha_{\text{см}}}),$$

где $\Delta V_{\text{см-мес}}$ — изменение коэффициента вариации на интервале смена-месяц.

Как уже было получено ранее, $S_T = k_T \cdot \sqrt{T}$, то $\Delta S_T^2 = k_T^2 \cdot (T_{\text{мес}} - T_{\text{см}})$, если смену считать условной единицей, то $\Delta S_T^2 = k_T^2 \cdot (N_{\text{см}} - 1)$. Соответственно:

$$P_{\alpha_{\text{см-мес}}}^2 = 4k_T^2 \cdot (N_{\text{см}} - 1),$$

где $N_{\text{см}}$ – количество смен на контрольном периоде месяца,

т. е.
$$P_{\alpha_{\text{мес}}}^2 = \frac{1}{N_{\text{см}}} \cdot \left(P_{\alpha_{\text{см}}}^2 + \left[4k_T^2 \cdot (N_{\text{см}} - 1) \right] \right).$$

Такие поправки необходимо вводить для всех накопленных средневзвешенных величин, для которых дисперсия показателя меняется с изменением контрольного периода. Погрешность выхода хвостов следует находить по месячным погрешностям массовых долей, т. е.

$$P_{\gamma_{\text{мес}}}^2 = \left(\frac{\alpha_{\text{мес}}}{\beta_{\text{мес}} - \alpha_{\text{мес}}} \right)^2 \cdot \left[P_{\alpha_{\text{мес}}}^2 + \varepsilon_{\beta_{\text{мес}}}^2 \cdot P_{\beta_{\text{мес}}}^2 + \varepsilon_{\vartheta_{\text{мес}}}^2 \cdot P_{\vartheta_{\text{мес}}}^2 \right].$$

Пример 13.3. Найти допустимую относительную погрешность невязки для фабрики примера 13.1.

Дано: сменные погрешности измерения и опробования для руды и хвостов и для партии концентрата:

$$P_{\alpha} = 4 \% ; \quad P_{M_{\alpha}} = 1 \% ; \quad P_{W_{\alpha}} = 7 \% ;$$

$$P_{\beta} = 2 \% ; \quad P_{\vartheta} = 10 \% ;$$

$$P_{\beta_{\tau}} = 1,5 \% ; \quad P_{M_{\beta_{\tau}}} = 0,5 \% ; \quad P_{W_{\beta_{\tau}}} = 4 \% ;$$

$$P_{\beta_{\text{см}}} = 2 \% ; \quad P_{M_{\text{см}}} = 5 \% ; \quad P_{W_{\text{см}}} = 8 \% ,$$

а также коэффициенты вариации массовых долей для смены и для месяца:

$$V_{\alpha_{\text{см}}} = 3 \% ; \quad V_{\alpha_{\text{мес}}} = 20 \% ;$$

$$V_{\vartheta_{\text{см}}} = 5 \% ; \quad V_{\vartheta_{\text{мес}}} = 30 \% ;$$

$$V_{\beta_{\text{см}}} = 0,5 \% ; \quad V_{\beta_{\text{мес}}} = 1 \% .$$

Коэффициенты вариации масс и влажности примем неизменными.

Число накопленных смен – 75; число отгруженных партий концентрата – 20.

Решение:

Запишем формулу для допустимой относительной случайной погрешности невязки:

$$\Delta_{K_{\text{отн.дон}}}^2 = \varepsilon_{\beta_{\tau}}^2 \cdot P_{K_{\beta_{\tau}}}^2 + \varepsilon_{\vartheta}^2 \cdot P_{K_{\vartheta}}^2 + P_{K_{\alpha}}^2 + 2r_{\text{см}}^2 \cdot P_{K_{\text{см}}}^2 .$$

Найдем необходимые величины:

$$P_{K_{\beta_{\tau}}}^2 = \frac{1}{N_{\text{парт}}} \cdot \left[P_{\beta_{\tau}}^2 + 4 \cdot (V_{\beta_{\text{мес}}} - V_{\beta_{\text{см}}})^2 + \left(\frac{W_{\beta_{\tau}}}{1 - W_{\beta_{\tau}}} \right)^2 \cdot P_{W_{\beta_{\tau}}}^2 + P_{M_{\beta_{\tau}}}^2 \right] =$$

$$= \frac{1}{20} \cdot \left[1,5^2 + 4 \cdot (1 - 0,5)^2 + \left(\frac{0,08}{1 - 0,08} \right)^2 \cdot 4^2 + 0,5^2 \right] = 0,18 \%^2 ;$$

$$P_{K_{\alpha}}^2 = \frac{1}{N_{\text{CM}}} \left[P_{\alpha}^2 + 4 \cdot (V_{\alpha_{\text{мес}}} - V_{\alpha_{\text{CM}}})^2 + \left(\frac{W_{\alpha}}{1 - W_{\alpha}} \right)^2 \cdot P_{W_{\alpha}}^2 + P_{M_{\alpha}}^2 \right] =$$

$$= \frac{1}{75} \left[4^2 + 4 \cdot (20 - 3)^2 + \left(\frac{0,05}{1 - 0,05} \right)^2 \cdot 7^2 + 1^2 \right] = 15,64 \%^2.$$

$$\varepsilon_{\beta} = \frac{\alpha - \vartheta}{\beta - \vartheta} \cdot \frac{\beta}{\alpha} = \frac{3 - 0,4}{30 - 0,4} \cdot \frac{30}{3} = 0,878 \text{ д. е.};$$

$$\varepsilon_{\vartheta} = 1 - \varepsilon_{\beta} = 0,122 \text{ д. е.}$$

$$P_{\vartheta_{\text{мес}}}^2 = P_{\vartheta_{\text{CM}}}^2 + 4 \cdot (V_{\vartheta_{\text{мес}}} - V_{\vartheta_{\text{CM}}})^2 = 10^2 + 4 \cdot (30 - 5)^2 = 2600 \%^2;$$

$$P_{\alpha_{\text{мес}}}^2 = P_{\alpha_{\text{CM}}}^2 + 4 \cdot (V_{\alpha_{\text{мес}}} - V_{\alpha_{\text{CM}}})^2 = 4^2 + 4 \cdot (20 - 3)^2 = 1172 \%^2;$$

$$P_{\beta_{\text{мес}}}^2 = P_{\beta_{\text{CM}}}^2 + 4 \cdot (V_{\beta_{\text{мес}}} - V_{\beta_{\text{CM}}})^2 = 2^2 + 4 \cdot (1 - 0,5)^2 = 5 \%^2.$$

$$P_{\gamma_{\vartheta_{\text{мес}}}}^2 = \left(\frac{\alpha}{\beta - \alpha} \right)^2 \cdot [P_{\alpha_{\text{мес}}}^2 + \varepsilon_{\beta_{\text{мес}}}^2 \cdot P_{\beta_{\text{мес}}}^2 + \varepsilon_{\vartheta_{\text{мес}}}^2 \cdot P_{\vartheta_{\text{мес}}}^2] =$$

$$= \left(\frac{3}{30 - 3} \right)^2 \cdot [1172 + 0,878^2 \cdot 5 + 0,122^2 \cdot 2600] = 15,0 \%^2.$$

$$P_{K_{\vartheta}}^2 = \frac{1}{N_{\text{CM}}} \left[P_{M_{\alpha}}^2 + \left(\frac{W_{\alpha}}{1 - W_{\alpha}} \right)^2 \cdot P_{W_{\alpha}}^2 + P_{\gamma_{\vartheta_{\text{мес}}}}^2 + P_{\vartheta_{\text{мес}}}^2 \right] =$$

$$= \frac{1}{75} \cdot \left[1^2 + \left(\frac{0,05}{1 - 0,05} \right)^2 \cdot 7^2 + 15 + 2600 \right] = 34,88 \%^2.$$

Найдем средние значения масс компонента на складе в начале и конце месяца:

$$\bar{K}_{\text{СК}} = \frac{527,8 + 697,5}{2} = 612,65 \text{ т.}$$

Тогда

$$r_{\text{СК}} = \frac{\bar{K}_{\text{СК}}}{K_{\alpha}} = \frac{612,65}{28500} = 0,0215 \text{ д. е.}$$

$$P_{K_{\text{СК}}}^2 = P_{\beta_{\text{СК}}}^2 + \left(\frac{W_{\text{СК}}}{1 - W_{\text{СК}}} \right)^2 \cdot P_{W_{\text{СК}}}^2 + P_{M_{\text{СК}}}^2 =$$

$$2^2 + \left(\frac{0,08}{1 - 0,08} \right)^2 \cdot 8^2 + 5^2 = 29,48 \%^2.$$

Найдем результат:

$$\Delta_{K_{\text{отн. доп}}}^2 = 0,775^2 \cdot 0,18 + 0,122^2 \cdot 34,88 + 15,64 + 2 \cdot 0,0215^2 \cdot 29,48 = 16,31 \%^2;$$

$$\Delta_{K_{\text{отн. доп}}} = \pm 4,04 \%.$$

Здесь 0,775 – товарное извлечение.

13.6. Об упрощенных оценках допустимой невязки

В работе [96], руководствуясь тем, что отдельные слагаемые при расчете невязки различаются на порядок и более, предложено использовать сокращенную формулу, исключив малые по величине слагаемые.

Представленный нами пример ярко иллюстрирует эту мысль.

Действительно, вследствие малых величин ε_0 и $r_{ск}$, используемых во второй степени, влияние качества опробования хвостов и складов на погрешность невязки незначительно.

В составляющих расчета погрешностей невязки по опробованию руды и концентрата выделяется влияние погрешностей опробования массовых долей, т. е. формулу допустимой случайной погрешности невязки можно представить в виде:

$$\Delta_{K_{отн.доп}}^2 = \frac{1}{N_{парт}} \cdot P_{\beta_{т.мес}}^2 + \frac{1}{N_{см}} \cdot P_{\alpha_{мес}}^2.$$

Если же первое слагаемое невелико, то:

$$\Delta_{K_{отн.доп}}^2 = \frac{1}{N_{см}} \cdot P_{\alpha_{мес}}^2 = \frac{1}{N_{см}} \cdot [P_{\alpha_{см}}^2 + 4 \cdot (V_{мес} - V_{см})^2].$$

В этом выражении преобладает влияние изменения коэффициента вариации:

$$\Delta_{K_{отн.доп}}^2 = \frac{4 \cdot (V_{мес} - V_{см})^2}{N_{см}}$$

или

$$\Delta_{K_{отн.доп}} = \frac{2 \cdot (V_{мес} - V_{см})}{\sqrt{N_{см}}}.$$

Такое упрощение позволяет оперативно оценить допустимую для фабрики невязку, так как месячный коэффициент вариации вычислить легко:

$$V_{мес} \cong \frac{\alpha_{max} - \alpha_{min}}{4\bar{\alpha}} \cdot 100 \%,$$

где α_{max} и α_{min} — наблюдаемые в течение месяца максимальное и минимальное значения массовой доли в руде по всем анализируемым в течение месяца пробам.

Аналогично определяется $V_{см}$.

Так, в нашем примере:

$$\Delta_{K_{отн.доп}} = \frac{2 \cdot (20 - 3)}{\sqrt{75}} = 3,92 \%,$$

что очень близко к найденной по полной формуле величине 4,04 %.

Естественно, сделанный вывод справедлив при принятых допущениях. Если их принять нельзя, допустимую невязку нужно находить по полной формуле.

13.7. Товарное извлечение

Товарное извлечение — относительный показатель, равный отношению массы компонента в выпущенном (отгруженном) концентрате K_{β} к массе этого же компонента в использованном для производства этого концентрата сырье K_{α} .

Товарное извлечение за месяц рассчитывается по формуле:

$$\varepsilon_{\text{тов}} = \frac{K_{\beta_{\text{мес}}}}{K_{\alpha_{\text{мес}}}}$$

Здесь $K_{\beta_{\text{мес}}}$ — количество полезного компонента в концентрате за месяц;

$K_{\alpha_{\text{мес}}}$ — количество полезного компонента в руде, использованной для производства концентрата.

Необходимо, чтобы $K_{\beta_{\text{мес}}}$ и $K_{\alpha_{\text{мес}}}$ соответствовали друг другу. Это выполнялось бы автоматически, если бы не наличие емкостей, аккумулирующих как руду, так и концентрат.

В емкостях на начало и конец контрольного периода будет различное количество материала.

Тогда, за контрольный период, если взвешивается и анализируется руда до бункера (K_{α}), будет переработано полезного компонента:

$$K_{\alpha_{\text{мес}}} = K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}})$$

здесь $K_{\beta_{\text{нач}}}$ и $K_{\beta_{\text{кон}}}$ — масса компонента в бункере на начало и конец контрольного периода.

Полученное количество полезного компонента в концентрате может быть отгружено, $K_{\beta_{\text{т}}}$, но может и поступить в емкость (сгуститель или склад: $K_{\text{ст}}$ и $K_{\text{ск}}$). Всего компонента в концентрате, отгруженном и накопленном, полученном из переработанной руды:

$$K_{\beta_{\text{мес}}} = K_{\beta_{\text{т}}} + (K_{\text{ст}_{\text{кон}}} - K_{\text{ст}_{\text{нач}}}) + (K_{\text{ск}_{\text{кон}}} - K_{\text{ск}_{\text{нач}}})$$

Тогда

$$\varepsilon_{\text{тов}} = \frac{K_{\beta_{\text{т}}} - (K_{\text{ст}_{\text{нач}}} - K_{\text{ст}_{\text{кон}}}) - (K_{\text{ск}_{\text{нач}}} - K_{\text{ск}_{\text{кон}}})}{K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}})}$$

Это значит, что из массы металла, отгруженного в концентрате $K_{\beta_{\text{т}}}$, вычитается (добавляется) масса металла, которая отгружена за счет разгрузки сгустителя и склада концентрата, т. е. в числителе будет масса металла в концентрате, полученная из руды в текущем месяце. К массе металла в поступившей руде K_{α} добавляется (вычитается) масса металла, поступившая в процесс обогащения за счет разгрузки (загрузки) рудного бункера, т. е. в знаменателе будет масса металла в руде, поступившей в переработку в текущем месяце.

При таком подходе, казалось бы, отгруженное и накопленное количество полезного компонента соответствует переработанному количеству полезного компонента, что и позволяет вычислить товарное извлечение. Однако при этом

не учитывается величина самой емкости. А это значит, что при больших емкостях, даже при равенстве $K_{\text{сг,ск}_{\text{нач}}}$ и $K_{\text{сг,ск}_{\text{кон}}}$, отгруженный концентрат может быть получен не из переработанной за контрольный период руды.

Другой возможный вариант расчета товарного извлечения – приведение уже полученного и накопленного концентрата к переработанной руде с использованием технологического извлечения, в частности для сгустителя:

$$K_{\alpha_{\text{сг}}} = \frac{K_{\text{сг}_{\text{нач}}} - K_{\text{сг}_{\text{кон}}}}{\varepsilon_{\text{сг}_{\text{тех}}}}$$

Тогда формула товарного извлечения:

$$\varepsilon_{\text{тов}} = \frac{K_{\beta_{\text{т}}}}{K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}}) + \sum_i \frac{K_{i_{\text{нач}}} - K_{i_{\text{кон}}}}{\varepsilon_{i_{\text{тех}}}}}$$

Здесь $K_{\beta_{\text{т}}}$ – масса ценного компонента, отгруженного в виде концентрата;

K_{α} – масса компонента, поступившего с рудой;

$K_{i_{\text{нач}}}$, $K_{i_{\text{кон}}}$ – масса металла в технологических емкостях на начало и конец контрольного периода (месяца);

ε_i – технологическое извлечение ценного компонента в продукт, находящийся в i -й емкости.

В этом случае будет соответствие $K_{\beta_{\text{т}}}$ переработанной руде, однако для этого нужно знать извлечения ε_i , которые наблюдались при заполнении емкостей (сгустителя, склада и т. п.). С этой целью можно усреднить извлечения в соответствующие емкости за период, равный времени накопления материала в емкостях, в связи с чем влияние емкостей на расчет товарного извлечения может быть существенно сглажено.

Пример 13.4. Найти товарное извлечение, если на фабрике получены данные: $K_{\alpha} = 7478,15$ т; $K_{\beta_{\text{т}}} = 6132,72$ т; $K_{\beta_{\text{нач}}} = 301,32$ т; $K_{\beta_{\text{кон}}} = 130,64$ т; $K_{\text{сг}_{\text{нач}}} = 74,8$ т; $K_{\text{сг}_{\text{кон}}} = 65,1$ т; $K_{\text{ск}_{\text{нач}}} = 34,2$ т; $K_{\text{ск}_{\text{кон}}} = 37,8$ т. Технологическое извлечение в концентрат, находящийся в сгустителе и складе концентрата, составляет 81 %.

Решение:

Товарное извлечение определяем по каждой из формул.

По первой формуле:

$$\varepsilon_{\text{тов}} = \frac{6132,72 - (74,8 - 65,1) - (34,2 - 37,8)}{7478,15 + (301,32 - 130,64)} = 0,801, \text{ или } 80,1 \%$$

По второй формуле:

$$\varepsilon_{\text{тов}} = \frac{6132,72}{7478,15 + (301,32 - 130,64) + \frac{74,8 - 65,1}{0,81} + \frac{34,2 - 37,8}{0,81}} = 0,801, \text{ или } 80,1 \%$$

В реальных расчетах эти две формулы могут дать различные результаты. Какой из них будет более точным, заранее сказать нельзя. Для этого необходимо знать конкретные условия расчетов.

13.8. Связь технологического и товарного извлечений

Технологическое и товарное извлечения не равны.

Рассмотрим простейшую формулу невязки:

$$\Delta_K = K_{\beta_T} + K_{\vartheta} - K_{\alpha}$$

Отсюда

$$K_{\beta_T} = K_{\alpha} - K_{\vartheta} + \Delta_K$$

Товарное извлечение:

$$\varepsilon_{\beta_{\text{тов}}} = \frac{K_{\beta_T}}{K_{\alpha}} = \frac{K_{\alpha} - K_{\vartheta} + \Delta_K}{K_{\alpha}} = 1 - \varepsilon_{\vartheta_{\text{тех}}} + \Delta_{K_{\text{отн}}} = \varepsilon_{\beta_{\text{тех}}} + \Delta_{K_{\text{отн}}}$$

С учетом емкостей:

$$\Delta_K = K_{\beta_T} + K_{\vartheta} - K_{\alpha} - (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}}) - (K_{\text{СК, СГ}_{\text{нач}}} - K_{\text{СК, СГ}_{\text{кон}}})$$

Отсюда

$$K_{\beta_T} - (K_{\text{СК, СГ}_{\text{нач}}} - K_{\text{СК, СГ}_{\text{кон}}}) = K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}}) - K_{\vartheta} + \Delta_K$$

Товарное извлечение:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\beta_{\text{тов}}} &= \frac{K_{\beta_T} - (K_{\text{СК, СГ}_{\text{нач}}} - K_{\text{СК, СГ}_{\text{кон}}})}{K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}})} = \\ &= \frac{K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}}) - K_{\vartheta} + \Delta_K}{K_{\alpha} + (K_{\beta_{\text{нач}}} - K_{\beta_{\text{кон}}})} = \varepsilon_{\beta_{\text{тех}}} + \Delta_{K_{\text{отн}}} \end{aligned}$$

Формула (связь) та же самая, но относительную невязку следует рассчитывать по фактически переработанной руде.

Если невязка вызвана случайными погрешностями, то она будет иметь переменный знак, и товарное извлечение может быть как меньше, так и больше технологического.

Если на фабрике существуют неучтенные механические потери, то невязка будет иметь отрицательное смещение, и тогда товарное извлечение будет меньше технологического.

Вероятная систематическая и методическая погрешности могут изменить невязку, как правило, в положительную сторону (так как, в частности, α при опробовании занижается), и тогда товарное извлечение будет больше технологического.

При одновременном совместном действии указанных причин разность между товарным и технологическим извлечениями будет зависеть от величины влияния каждой причины.

Расчеты как технологического, так и товарного извлечений связаны с большими погрешностями, чем расчет невязки, так как действие всех погрешностей при расчете невязки сведено к минимуму: данные для расчета товарного баланса получают как накопленные, а влияние переходных процессов снижают учетом материала в емкостях (разность $(K_{\text{кон}} - K_{\text{нач}})$ — это, по существу, производная на интервале времени один месяц). Поэтому надежнее делать выводы о неучтенных потерях по величине невязки.

Выводы же при сравнении технологического и товарного извлечений следует делать после расчета погрешностей обоих извлечений и их разности. Такие расчеты следует выполнять для конкретной фабрики.

13.9. Методическая погрешность невязки

Нами получена формула для вычисления величины методической погрешности (см. п. 4.3.2):

$$\Delta\alpha_{\text{мет}} = -P_{\alpha+} \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} - \bar{\alpha}) + P_{\alpha-} \cdot (\bar{\alpha} - \bar{\alpha}_{\text{min}});$$

$$\Delta\vartheta_{\text{мет}} = -P_{\vartheta+} \cdot (\bar{\vartheta}_{\text{max}} - \bar{\vartheta}) + P_{\vartheta-} \cdot (\bar{\vartheta} - \bar{\vartheta}_{\text{min}}).$$

Для концентратов формула аналогична:

$$\Delta\beta_{\text{мет}} = -P_{\beta+} \cdot (\bar{\beta}_{\text{max}} - \bar{\beta}) + P_{\beta-} \cdot (\bar{\beta} - \bar{\beta}_{\text{min}}).$$

Тогда методическая невязка:

$$\Delta_{\text{мет}} = \Delta K_{\beta_{\text{T мет}}} - \Delta K_{\vartheta_{\text{мет}}} + \Delta K_{\alpha_{\text{мет}}}.$$

Так как

$$\Delta K_{\beta_{\text{T мет}}} = M_{\beta_{\text{T}}} \cdot (1 - W_{\beta_{\text{T}}}) \cdot \Delta\beta_{\text{T мет}};$$

$$\Delta K_{\vartheta_{\text{мет}}} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \gamma_{\vartheta} \cdot \Delta\vartheta_{\text{мет}};$$

$$\Delta K_{\alpha_{\text{мет}}} = M_{\alpha} \cdot (1 - W_{\alpha}) \cdot \Delta\alpha_{\text{мет}},$$

то

$$\Delta_{\text{мет}} = K_{\beta_{\text{T}}} \cdot \frac{\Delta\beta_{\text{T мет}}}{\beta_{\text{T}}} - K_{\vartheta} \cdot \frac{\Delta\vartheta_{\text{мет}}}{\vartheta} + K_{\alpha} \cdot \frac{\Delta\alpha_{\text{мет}}}{\alpha} =$$

$$= \left(\varepsilon_{\beta_{\text{T}}} \cdot \frac{\Delta\beta_{\text{T мет}}}{\beta_{\text{T}}} - \varepsilon_{\vartheta} \cdot \frac{\Delta\vartheta_{\text{мет}}}{\vartheta} + \frac{\Delta\alpha_{\text{мет}}}{\alpha} \right) \cdot K_{\alpha};$$

$$\Delta_{\text{мет отн}} = \left(\varepsilon_{\beta_{\text{T}}} \cdot \frac{\Delta\beta_{\text{T мет}}}{\beta_{\text{T}}} - \varepsilon_{\vartheta} \cdot \frac{\Delta\vartheta_{\text{мет}}}{\vartheta} + \frac{\Delta\alpha_{\text{мет}}}{\alpha} \right) \cdot 100 \text{ \%}.$$

Пример 13.5. Даны результаты анализа и браковки, %:

Руда	Концентрат	Хвосты
$\alpha = 3$	$\beta = 30$	$\vartheta = 0,4$
$\alpha_{\text{max}} = 4$	$\beta_{\text{max}} = 30,5$	$\vartheta_{\text{max}} = 0,8$
$\alpha_{\text{min}} = 2,5$	$\beta_{\text{min}} = 29,0$	$\vartheta_{\text{min}} = 0,2$
$P_+ = 4; P_- = 1$	$P_+ = 1,5; P_- = 2$	$P_+ = 10; P_- = 2$

Решение:

$$\begin{aligned}\Delta\alpha_{\text{мет}} &= -0,04 \cdot (4-3) + 0,01 \cdot (3-2,5) = -0,035 \%; \\ \Delta\vartheta_{\text{мет}} &= -0,10 \cdot (0,8-0,4) + 0,02 \cdot (0,4-0,2) = -0,036 \%; \\ \Delta\beta_{\text{мет}} &= -0,015 \cdot (30,5-30) + 0,02 \cdot (30-29) = +0,0125 \%; \\ \Delta_{\text{мет отн}} &= \left(+0,775 \cdot \frac{0,0125}{30} - 0,122 \cdot \frac{0,036}{0,4} + \frac{0,035}{3} \right) \cdot 100 = +0,1 \%\end{aligned}$$

Пример 13.6. Даны результаты анализа и браковки для малых массовых долей:

Руда	Концентрат	Хвосты
$\alpha = 1$ г/т	$\beta = 80$ г/т	$\vartheta = 0,1$ г/т
$\alpha_{\text{max}} = 3$ г/т		$\vartheta_{\text{max}} = 0,3$ г/т
$\alpha_{\text{min}} = 0,7$ г/т		$\vartheta_{\text{min}} = 0,05$ г/т
$P_+ = 30 \%; P_- = 10 \%$	$\varepsilon_\beta = 90,11 \%$	$\varepsilon_\vartheta = 9,89 \%$
		$P_+ = 50 \%; P_- = 10 \%$

Решение:

$$\begin{aligned}\Delta\alpha_{\text{мет}} &= -0,3 \cdot (3-1) + 0,1 \cdot (1-0,7) = -0,57 \text{ г/т}; \\ \Delta\vartheta_{\text{мет}} &= -0,5 \cdot (0,3-0,1) + 0,1 \cdot (0,1-0,05) = -0,095 \text{ г/т}; \\ \Delta_{\text{мет отн}} &= \left(-0,0989 \cdot \frac{0,095}{0,1} + \frac{0,57}{1} \right) \cdot 100 = +47,6 \%\end{aligned}$$

Если расчет ведется по медиане, т. е. доля бракуемых результатов анализа $P_+ = P_- = P_{\text{бр}}$, то

$$\Delta\alpha_{\text{мет}} = -P_{\text{бр}} \cdot (\bar{\alpha}_{\text{max}} + \bar{\alpha}_{\text{min}} - 2\bar{\alpha}).$$

Пример 13.7. Пусть

	$\bar{\alpha}$, г/т	$\bar{\alpha}_{\text{max}}$, г/т	$\bar{\alpha}_{\text{min}}$, г/т	$P_{\text{бр}}$, %	ε , %
Руда	4	6	3	20	100
Концентрат	200	220	190	10	80,3
Хвосты	0,8	2,3	0,6	40	19,7

Находим:

$$\begin{aligned}\Delta\alpha_{\text{мет}} &= -0,2 \cdot (6+3-2 \cdot 4) = -0,2 \text{ г/т}; \\ \Delta\beta_{\text{мет}} &= -0,1 \cdot (220+190-2 \cdot 200) = -1 \text{ г/т}; \\ \Delta\vartheta_{\text{мет}} &= -0,4 \cdot (2,3+0,6-2 \cdot 0,8) = -0,52 \text{ г/т}.\end{aligned}$$

Методическая погрешность невязки:

$$\Delta_{\text{мет отн}} = \left(0,803 \cdot \frac{-1}{200} + 0,197 \cdot \frac{-0,52}{0,8} - \frac{-0,2}{4} \right) \cdot 100 = -8,2 \%$$

На этих примерах видно, что методическая погрешность может существенно изменять невязку как в положительную, так и в отрицательную стороны.

13.10. Вероятная систематическая погрешность невязки

Вероятная систематическая погрешность невязки связана с вероятной систематической погрешностью определения массовых долей в связи с асимметричностью распределений массовых долей в анализируемых пробах.

В большей степени $\Delta_{всп}$ зависит от вероятных систематических погрешностей определения массовой доли в руде и отчасти в хвостах.

Величины K_α и K_ϑ входят в уравнение невязки с разными знаками. Так как $\Delta\alpha_{всп}$ и $\Delta\vartheta_{всп}$ отрицательны,

то
$$\Delta_{всп} = \Delta K_{\alpha_{всп}} - \Delta K_{\vartheta_{всп}}.$$

Можно показать:

$$\Delta_{всп.отн} = \frac{1}{t^2} (P_\alpha^2 - P_\vartheta^2).$$

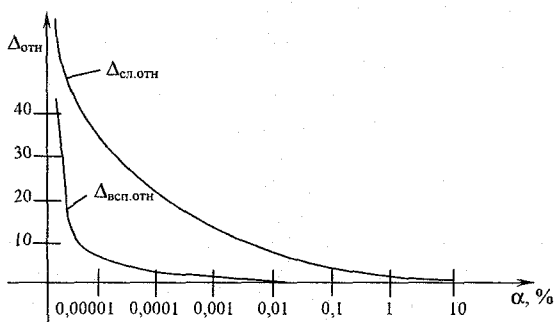


Рис. 13.3. Зависимость относительной вероятной систематической погрешности $\Delta_{всп.отн}$ от массовой доли α в сравнении со случайной относительной погрешностью $\Delta_{сл.отн}$

Однако, в отличие от случайной погрешности, вероятная систематическая погрешность имеет вполне определенный знак: для невязки положительный (если $\Delta K_{\alpha_{всп}} > \Delta K_{\vartheta_{всп}}$).

Изменение $\Delta_{всп.отн}$ с изменением α показано на рис. 13.3.

13.11. Корректировка товарного баланса

Невязка дает новую информацию: нет соответствия между материальными потоками. Мы видели, что это несоответствие может возникнуть по различным причинам, которые следует изучать и осуществлять мероприятия по уменьшению влияния этих причин.

Однако на фабриках, в соответствии с инструкциями, выполняют коррекцию исходных данных в зависимости от величины и знака невязки. Недостача металла в продуктах обогащения до 2 % (а иногда и до 5 %) корректируется пропорциональным снижением его массовой доли в исходной руде и повыше-

нием в отвальных хвостах; избыток металла в продуктах обогащения до +2 % относится на повышение его массовой доли в руде. Массы металла в концентратах не корректируют. «В пределах расхождения (невязки), в зависимости от знака, полезный компонент распределяется между продуктами: избыток относится на повышение содержания в исходной руде, а недостаток корректируется пропорциональным изменением содержания его в исходной руде (снижением) и в отвальных хвостах (повышением)» [95].

Если невязка по абсолютной величине не выходит за пределы допустимой случайной невязки, то ее величина вызвана случайными погрешностями опробования, и изменять что-то (корректировать) в результатах опробования бессмысленно.

Можно (и нужно) вносить поправки, определяемые вероятной систематической и методической погрешностями, так как они имеют определенный знак.

Если невязка с учетом этих поправок по абсолютной величине выходит за пределы допустимой случайной невязки, следует искать причину появления систематической погрешности опробования и устранять ее.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Современная теория опробования отличается от излагаемой до сих пор принципиально новыми результатами, а именно:

- описанием опробуемых массивов принципиально асимметричными распределениями;
- обязательным выполнением на всех этапах работы с пробой двух принципов опробования с дополнениями;
- расчетом случайных погрешностей отбора, подготовки и анализа проб, а также результата опробования в целом;
- расчетом и использованием вероятной систематической погрешности;
- расчетом и использованием методической погрешности;
- расчетом погрешностей выходов и извлечений;
- расчетом допустимой случайной погрешности невязки;
- расчетом методической погрешности невязки.

Особенностью современного состояния опробования является все усиливающееся использование аппаратного анализа без отбора проб, в связи с чем расширяется область горстего опробования неподвижных масс и способа продольных сечений при опробовании потоков. Это приводит к необходимости расчета масс анализируемых навесок – точечных проб. Использование аналитической техники для анализа проб непосредственно в опробуемом массиве не исключает, а во многих случаях увеличивает роль теоретических расчетов опробования в целом. Так, невыполнение принципов опробования при использовании метода продольных сечений приводит к необходимости разработки методов учета систематической погрешности, а расчет среднего арифметического вместо средневзвешенного – к дополнительной статистической коррекции.

Развитие многих видов анализа, в том числе минералогического, требует учета роли отбора навески в формировании погрешности анализа, как случайной, так и методической, а также при назначении допустимых отклонений результатов параллельных анализов.

Международные, государственные и т. п. стандарты разрабатываются длительное время и не могут учесть новейшие теоретические и практические разработки. Это следует делать в конкретных инструкциях по опробованию на каждом горно-обогательном предприятии.

Обычное опробование на какой-либо фабрике не вызывает до поры до времени вопросов, пока не появляется необъяснимый результат. Для его объяснения и следует привлекать теорию опробования, на основе чего вносить необходимые изменения в методики опробования.

Несмотря на развитие техники опробования, в особенности для выполнения анализов, универсального решения в опробовании минерального сырья не предвидится. Это связано с большим разнообразием условий и требований к качеству опробования. Так как опробование хотя и является необходимой, но не производящей минеральный продукт технологией, его стремятся выполнить с наименьшими затратами. Только этим можно объяснить все еще распростра-

ненное на обогатительных фабриках ручное опробование. Затраты на механизированный отбор и подготовку проб могут казаться большими по сравнению с ручным опробованием.

Хотя и известен широкий ассортимент устройств для подготовки и анализа проб, ощущается недостаток пробоотборных инструментов, в особенности для отбора проб из емкостей. Удачным решением в этом явилась разработка дисковых сократителей-пробоотбирателей, позволяющих с высокой производительностью и предельно малой погрешностью осуществлять приемо-сдаточный контроль продаваемых и покупаемых продуктов. Снижение эксплуатационных затрат более чем в два раза и повышение точности опробования на порядок обеспечивает этому инструменту опробования хорошие перспективы для распространения.

Два принципа правильного опробования, расчеты случайных погрешностей результатов опробования, а также оценки специфических погрешностей – вероятной систематической и методической – позволяют на любой обогатительной фабрике оценить состояние опробования, снять возникающие проблемы и наметить конкретные решения для обеспечения качественных результатов опробования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Конышев В. О., Савостьянов Е. В., Власов Г. Н. Месторождение Федоровское-1 в Кемеровской области и особенности методики разведки объектов с крупным золотом // Руды и металлы. 2003. № 5-6. С. 20-34.
2. Краснов Д. А. Теоретические основы и расчетные формулы определения веса проб. М.: Недра, 1969. 126 с.
3. Хан Г. А. Опробование и контроль технологических процессов обогащения. М.: Недра, 1979. 254 с.
4. Локонов М. Ф. Опробование на обогатительных фабриках. М.: Госгортехиздат, 1961. 276 с.
5. Кипнис Ш. Ш. Технический контроль на углеобогатительных фабриках. М.: Недра, 1976. 288 с.
6. Карпенко Н. В. Опробование и контроль качества продуктов обогащения руд. М.: Недра, 1987. 216 с.
7. Козин В. З. Контроль технологических процессов обогащения. Екатеринбург: Изд-во УГГУ, 2005. 302 с.
8. Козин В. З. Опробование и контроль технологических процессов обогащения. М.: Недра, 1985. 295 с.
9. Чечотт Г. О. Опробование и испытание полезных ископаемых. М.: ОНТИ, 1932. 144 с.
10. Куликов А. А. Опробование золотоносных конгломератов. Новосибирск: Наука, 1981. 136 с.
11. ГОСТ Р ИСО 5725-1,2,3,4,5,6-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.
12. Алимов Ю. И., Шаевич А. Б. Методологические особенности оценивания результатов количественного химического анализа // Журнал аналитической химии. 1988. № 10. С. 1893-1916.
13. Альбов М. Н. Опробование месторождений полезных ископаемых. М.: Недра, 1975. 232 с.
14. Фомин Я. И. Распределение марганца и фосфора в рудах Никопольского бассейна // Обогащение руд. 1965. № 2. С. 10-17.
15. Богацкий В. В. Влияние количества и размера проб на точность результатов разведки полезных ископаемых // Вопросы методики опробования рудных месторождений при разведке и эксплуатации. М.: Госгеолтехиздат, 1962. С. 16-27.
16. Лузин В. П., Шестаков В. Г. Анализ распределения содержаний хризотил-асбеста на Баженовском месторождении. Свердловск: СГИ, 1981. С. 8-12.
17. Ткачев Ю. А., Шеин А. А. Обработка проб полезных ископаемых. М.: Недра, 1987. 189 с.
18. Повышение эффективности подземной разработки урановых месторождений / В. И. Култышев, В. Б. Колесаев, В. Г. Литвиненко, О. С. Брюховецкий. М.: Изд-во МГИУ, 2007. 212 с.

19. Влияние предварительной магнитной флокуляции на процесс ММС магнетитовых руд Соколовского и Сарбайского месторождений / О. В. Панов, Л. А. Ломовцев, В. Д. Потапов и др. // Обогащение руд. 1980. № 5. С. 19-23.
20. Болوشин Н. Н., Пудов В. Ф. Эффективность усреднения комплексных медно-свинцово-цинковых руд // Обогащение руд. 1971. № 1. С. 6-11.
21. Карпенко Н. В., Голубева Г. П., Сахарников В. Н. О законе распределения вероятностей содержаний благородных металлов в рудах и продуктах обогащения // Обогащение руд. 1984. № 1. С. 44-47.
22. Локонов М. Ф., Петрова М. И., Рейнгардт Е. П. Методика подготовки для анализа проб руды, содержащей интерметаллические соединения платиновых металлов // Обогащение руд. 1971. № 2. С. 43-47.
23. Аксенова Г. Я. Примеры пользования программами анализатора микроизображения для количественного минералогического анализа руд // Обогащение руд. 1994. № 3. С. 33-37.
24. Технологические аспекты рационального недропользования. М.: МИСИС, 2005. 576 с.
25. Шоршер И. Н. О балансе молибдена на обогатительных фабриках // Обогащение руд. 1959. № 2. С. 50.
26. Чемезов В. В. Из опыта освоения россыпей // Маркшейдерский вестник. 2008. № 2. С. 34-40.
27. Чемезов В. В. Субъективизм в оценке показателей выявления и использования запасов россыпей и его последствия при охране недр // Маркшейдерский вестник. 2005. № 3. С. 43-47.
28. Чемезов В. В. Результаты анализа фондовых материалов освоения целиковых россыпей при оценке запасов техногенных месторождений // Маркшейдерский вестник. 2009. № 5. С. 12-15.
29. Батугин С. А., Ткач С. М. Эффект сортировки и уровень представительности геологических проб при опробовании и поблочной оценке запасов // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2007. № 2.
30. Баранов А. Н., Иванюкевич Г. А. К выбору оценки среднего содержания металла при рентгенорадиометрическом опробовании товарных руд // Обогащение руд. 1986. № 4. С. 19-22.
31. Кудрявцев Ю. А. Погрешности опробования при эксплуатации Советского золоторудного месторождения // Геология и минеральные ресурсы Красноярского края: сб. ст. Красноярск, 1972.
32. Кудрявцев Ю. А. Некоторые вопросы методики опробования месторождений золота с крайне неравномерным распределением полезного компонента: автореф. дис. ... канд. геол.-минерал. наук. Красноярск, 1972. 27 с.
33. Маякова Т. И. Геологическое опробование золотых руд и технические средства для него // Золотодобыча. 2007. № 105. С. 30-35.
34. Ефименко С. А. Совершенствование текущего планирования, контроля за добычей и управления качеством руд на шахтах и карьерах АО «Жезказганцветмет» // Обогащение руд. 1994. № 2. С. 3-6.

35. Опробование медных руд месторождений Казахстана рентгенометрическим методом / С. А. Ефименко, В. С. Портнов, А. К. Турсунбаева, А. Д. Маусымбаева // Journal of Siberian Federal University. Engineering and Technologies. 2009. № 4. С. 345-358.
36. Кавчик Б. К. Опыт геофизического опробования на золото с применением металлодетекторов // Золотодобыча. 2009. № 129. С. 8-13.
37. Шеметов П. А., Бычков В. Н. Управление качеством рудного потока в карьере Мурунтау // Горный вестник Узбекистана. 2001. № 2. С. 31-35.
38. Ефименко С. А. О возможности рудосортировки в процессе отбойки руды по системе «камера – целик» с использованием данных рентгенометрического каротажа скважин // Обогащение руд. 1990. № 1. С. 3-4.
39. Ефименко С. А. Система стабилизации качества товарной руды на рудниках подземной добычи АО «Жезказганцветмет» // Обогащение руд. 1994. № 4-5. С. 7-11.
40. Опробование медных руд месторождений Казахстана рентгенометрическим методом / С. А. Ефименко, В. С. Портнов, А. К. Турсунбаева, А. Д. Маусымбаева // Техника и технологии. Красноярск, 2009. № 4. С. 345-358.
41. Опыт применения рентгенометрических методов для оценки качества руд на медно-никелевых месторождениях Талнахского рудного узла / В. К. Иушин, В. Е. Кунилов, В. А. Рябинин, А. И. Стехин, Е. И. Крапивский // Обогащение руд. 1990. № 5. С. 25-30.
42. Геофизические методы опробования и контроля в системе управления горным производством / В. Б. Колесаев, Р. А. Суханов, А. В. Тирский, В. И. Вайгент, В. И. Кузьмин // Горный журнал. 2008. № 8. С. 28-32.
43. Санакулов К. С., Шеметов П. А., Руднев С. В. Рентгенометрическая сепарация золотосодержащих сульфидных руд // Горный вестник Узбекистана. 2010. № 2. С. 16-21.
44. Сократители проб электромеханические дисковые многопродуктовые типа СМД-2. Технические условия ТУ 3132-002-12282200-2008.
45. Комлев А. С., Морозов Ю. П., Козин В. З. Сократитель электромеханический дисковый и способ сокращения и отбора проб с его использованием: Патент РФ на изобретение № 2347205, выдан 20.02.2009.
46. Гудима В. И., Прокш Ю. Ф., Кузема А. С. Современные средства пробоотбора в процессах обогащения // Обзорная информация. М., 1986. 28 с.
47. Карпенко Н. В., Коган Г. Н. О механизации отбора проб на обогащательных фабриках // Обогащение руд. 1975. № 5. С. 36-40.
48. Шимолин Ю. Р., Марков А. Т., Лазарев М. А. Применение индукционных магнитометров серии МВ-5 в составе систем оперативного контроля качества руд серии СКРП на горно-обогащательных предприятиях // Геотехнологические проблемы комплексного освоения недр: сборник научных трудов. Выпуск № 1. Екатеринбург: ИГД УрО РАН, 2003. С. 114-125.
49. К вопросу опробования большеобъемных потоков пульпы на обогащательных фабриках / А. П. Зарубин, О. П. Тараканов, Н. М. Ворсин, Э. П. Пилипенко // Обогащение руд. 1987. № 4. С. 26-29.

50. О некоторых мероприятиях по устранению снижения производительности системы рудник-фабрика из-за колебаний производительности смежных цехов, участков, отделений / П. П. Бастан, Н. Н. Болошин, М. С. Бревде, Н. К. Костин // Обогащение руд. 1978. № 5. С. 38-41.
51. Ляпин А. Г. Инженерно-аналитический контроль технологий добычи и переработки минерального сырья // Горный журнал. 2009. № 4. С. 14-16.
52. Гальянов А. В. Организация градуировочных исследований средств непрерывного контроля качества руды на конвейерных магистралях обогатительных фабрик // Геотехнологические проблемы комплексного освоения недр. Екатеринбург: ИГД УрО РАН, 2003. С. 125-143.
53. Морозов В. В., Столяров В. Ф., Коновалов Н. М. Повышение эффективности управления флотацией с использованием поточных анализаторов состава пульпы // Обогащение руд. 2003. № 4. С. 33-36.
54. Евстигнеев Ю. Н. Сократитель пульпы для большеобъемного потока // Обогащение руд. 1986. № 2. С. 40-42.
55. Единые правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении полезных ископаемых и окусковании руд и концентратов // ПБ 03-571-03. 2003. 112 с.
56. Васильев П. И. Многократный сократитель руд и продуктов обогащения // Обогащение руд. 1962. № 2. С. 42-43.
57. Опробование золотосодержащих флюсовых руд / В. П. Калинин, К. С. Санакулов, М. М. Халматов, В. Д. Гурин, Т. Ф. Шустова // Горный вестник Узбекистана. 2003. № 2. С. 56-59.
58. Альбов М. Н. Состояние опробования месторождений твердых полезных ископаемых и пути его совершенствования // Вопросы методики опробования рудных месторождений при разведке и эксплуатации. М.: Госгеолтехиздат, 1962. С. 9-15.
59. Пожарицкий К. Л. Опробование месторождений цветных металлов и золота. М.: Металлургиздат, 1947. 280 с.
60. Кушпаренко Ю. С. Значения коэффициента «К» при определении надежной массы пробы // Плаксинские чтения. Инновационные процессы в технологиях комплексной, экологически безопасной переработки минерального и нетрадиционного сырья. Новосибирск, 2009. С. 289-290.
61. Аксенова Г. Я., Шумская Е. Н. Технологическая оценка продуктов обогащения с помощью анализатора микроизображений // Обогащение руд. 2000. № 1. С. 15-17.
62. Петухов О. Ф., Сатаров Г. С., Музафаров А. М. Микроволновое разложение золотосодержащих технологических продуктов // Горный вестник Узбекистана. 2007. № 1. С. 61-63.
63. Химический анализ без лаборатории. Портативный анализатор Альфа-2000. 2 с.
64. Технология обогащения хромовой руды Сопчегорского месторождения // А. И. Ракаев, А. Н. Кулаков, В. А. Пузырев и др. // Обогащение руд. 2000. № 6. С. 19-25.

65. Берлинский А. И. Разделение минералов. М.: Недра, 1988. 229 с.
66. Петров Д. А., Гульбин Ю. Л. Использование фрактального анализа для характеристики структуры и технологических свойств медно-цинково-колчеданных руд Александринского месторождения // Обогащение руд. 2005. № 2. С. 18-21.
67. Справочник по обогащению руд. Специальные и вспомогательные процессы. М.: Недра, 1983. 384 с.
68. Метрологическая аттестация методов количественного фазового анализа минерального сырья. М.: ВИМС, 1989. 42 с.
69. Бондаренко А. В., Дудник В. С., Лхагва Ж. Построение и использование единого уравнения связи при рентгеноспектральном анализе на аналитическом комплексе СРМ-18-ЭВМ М-6000 // Обогащение руд. 1985. № 4. С. 38-42.
70. Куликов А. А., Куликова А. Б. Техничко-методические основы опробования горных пород на золото. М.: Наука, 1988. 112 с.
71. Еркович Г. Е., Прокопьева С. В. Метрологическое обеспечение внутреннего контроля точности результатов анализа в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002. Золотодобыча. № 103. С. 10-11.
72. Shumaker M. W., Clay B. W., Haskins R. A., Kerestes G. F. (2002). Results of Analyses of Standard and Blank Samples Tested at Selected Assay Laboratories in North America // US Department of the Interior Bureau of Land Management. Mineral Report.
73. Лисаченко Г. В. К вопросу пробоподготовки при рентгеноспектральном флуоресцентном анализе товарной продукции обогатительных фабрик // Обогащение руд. 1981. № 3. С. 38-41.
74. Метрологическое обеспечение контроля состава материалов черной металлургии: справочник. М.: Металлургия, 1988. 288 с.
75. Вишняков Э. Х. О приборном контроле нерастворимых примесей в калийных рудах // Обогащение руд. 1996. № 4. С. 28-29.
76. Шаевич А. Б. Доказательство правильности результатов количественного анализа // Заводская лаборатория. 1987. № 6. С. 4-10.
77. Технология и технические средства для извлечения свободного золота из проб золотосодержащих руд / А. И. Романчук, А. И. Никулин, В. В. Жарков, В. В. Коблов // Горный журнал. 2003. № 12. С. 79-83.
78. Крылов Г. В. Упрощение обработки разведочных проб // Вопросы методики опробования рудных месторождений при разведке и эксплуатации. М.: Госгеолтехиздат, 1962. С. 27-35.
79. Карпенко Н. В. Об обеспечении и оценке достоверности и надежности автоматического технологического опробования пульповых продуктов обогащения // Обогащение руд. 1982. № 5. С. 40-44.
80. Карпенко Н. В. Автоматизированные системы аналитического контроля продуктов обогащения (сопоставительный анализ по опыту эксплуатации) // Обогащение руд. 1980. № 1. С. 44-48.

81. Ольховой В. А., Горшков Ю. В. Автоматизированная система аналитического контроля для обогатительных производств // Обогащение руд. 2002. № 3. С. 45-47.
82. Бондаренко А. В. К метрологической аттестации автоматизированных систем аналитического контроля на горно-обогатительных предприятиях // Обогащение руд. 1990. № 2. С. 37-40.
83. Неразрушающий контроль состава полиметаллических руд и продуктов обогатительного цикла / В. А. Зайцев, Т. А. Макарова, А. В. Барков, А. В. Бахтияров, Л. Н. Москвин // Цветные металлы. 2006. № 8. С. 60-67.
84. Совершенствование методик опробования медно-никелевого фаянштейна в расплавленном и твердом состоянии на металлургических предприятиях РАО «Норильский никель» / В. А. Иванов, Л. Б. Цымбулов, Г. П. Мирровский, Л. Ш. Цемехман, А. Н. Глазатов // Обогащение руд. 2001. № 2. С. 28-33.
85. Афанасьев Т. П., Коган Г. Н., Локонов М. Ф. Схемы механизации отбора и подготовки проб руды на обогатительных фабриках // Обогащение руд. 1970. № 5. С. 34-37.
86. Коган Г. Н. Применение метода дисперсионного анализа для оценки погрешностей процесса сокращения проб, содержащих благородные металлы // Обогащение руд. 1975. № 6. С. 36-38.
87. Совершенствование методики опробования сливов классификации на обогатительной фабрике ОАО «Кольская ГМК» / А. Н. Глазатов, Л. Ш. Цемехман, Н. К. Спицын, А. М. Казаков, М. Н. Новиков, С. В. Соколов // Обогащение руд. 2010. № 3. С. 35-38.
88. Ковров А. А. Использование сканирующей системы Riegl LMS-Z420i для проведения маркшейдерских работ в карьерах и на отвалах горных пород // Горная промышленность. 2008. № 1. С. 35-37.
89. Каменева Е. Е. Оценка горных пород Карелии для производства щебня // Обогащение руд. 2010. № 1. С. 10-14.
90. Барский Л. А., Козин В. З. Системный анализ в обогащении полезных ископаемых. М.: Недра, 1978. 476 с.
91. Разумов К. А. Проектирование обогатительных фабрик. М.: Недра, 1970. 592 с.
92. К вопросу о расчете сложных схем обогащения минерального сырья / И. Ф. Гарифулин, В. А. Мальцев, М. Г. Видуецкий, Е. Б. Порывай, Н. Е. Порывай // Горный журнал. 2006. № 12. С. 48-50.
93. Баланс металлов. Расчеты на ЭВМ: справочное пособие / В. И. Браун, В. Г. Дюмин, В. С. Процуто, И. М. Милин. М.: Недра, 1991. 192 с.
94. Аленицын Ю. Е., Браун В. И., Милин И. М. Инженерный расчет технологического баланса для двухпродуктовой разделительной схемы // Обогащение руд. 1978. № 2. С. 41-44.
95. Правила охраны недр при переработке минерального сырья / Госгортехнадзор // Постановление № 70 от 06 июня 2003 г. 8 с.

96. Карпенко Н. В. К оцениванию невязки и корректировке товарного баланса металлов на обогатительных фабриках // Обогащение руд. 1992. № 1. С. 13-20.

97. Аленицын Ю. Е. О составлении товарного баланса металлов на обогатительных фабриках // Обогащение руд. 1982. № 1. С. 24-28.

Научное издание

Козин Владимир Зиновьевич

ОПРОБОВАНИЕ
МИНЕРАЛЬНОГО
СЫРЬЯ

Научная монография

Редактор изд-ва *Л. В. Устьянцева*
Компьютерная верстка *Анохиной Ю. П., Кузиной Н. Л.*

Подписано в печать 15.03.2011 г. Формат 60 × 84 1/16.
Бумага писчая. Печать на ризографе.
Печ. л. 19,75. Уч.-изд. л. 12,45. Тираж 500. Заказ №

Издательство УГГУ
620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30
Уральский государственный горный университет
Отпечатано с оригинал-макета

ИП Боронина Е.Г. Рекламная сеть «Актив»