

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛУЧАЙНЫХ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПОДГОТОВКИ И АНАЛИЗА ПРОБ РУДЫ И ПРОДУКТОВ ОБОГАЩЕНИЯ

КОЗИН В. З., КОМЛЕВ А. С., ВОЛКОВ П. С., СТУПАКОВА Е. В.

При подготовке и анализе проб случайные погрешности возникают вследствие уменьшения массы пробы при сокращении, в результате неизбежных ошибок исполнителей при выполнении операций подготовки и погрешностей выполнения анализа. Экспериментальное определение этих погрешностей связано с выполнением подготовки и анализа двух серий опытов, отличающихся друг от друга массовой долей в исходном материале. Это позволяет рассчитать погрешность подготовки пробы и погрешность методики выполнения анализов. Для определения погрешности исполнителя предложено сопоставлять экспериментальную погрешность подготовки пробы с расчетной; использовать в дальнейшем коэффициент подготовки пробы, учитывающий погрешности выполнения сокращения исполнителем. Для реальных схем подготовки этот коэффициент находится в пределах 1,8–2,5.

Ключевые слова: погрешности подготовки пробы; погрешности исполнителя; погрешности анализа.

Случайные погрешности при подготовке проб неизбежны, а их величина характеризует как технологию подготовки, так и квалификацию исполнителей.

Численно случайные погрешности характеризуются доверительными интервалами, которые рассчитывают с использованием среднеквадратичных отклонений, или дисперсий. Экспериментальной основой определения дисперсий является дисперсионный анализ. Хотя известны различные схемы дисперсионного анализа, практическое применение получил однофакторный, или последовательный однофакторный дисперсионный анализ. Он сводится к тому, что многократно выполняется одна и та же технологическая операция (опыт) и по большому числу результатов рассчитывается соответствующая ей дисперсия. Так как выполнить многократно работу на одном и том же материале часто невозможно, получил распространение вариант выполнения только двух опытов на одном и том же материале с последующим усреднением результатов многих таких «дублированных» опытов.

В каждом из опытов находят массовые доли α_1 и α_2 и размах

$$R_i = |\alpha_{1i} - \alpha_{2i}|.$$

Козин Владимир Зиновьевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обогащения полезных ископаемых, декан горно-механического факультета. 620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30, Уральский государственный горный университет. E-mail: gmf.dek@ursmu.ru

Комлев Алексей Сергеевич – кандидат технических наук, инженер кафедры обогащения полезных ископаемых. 620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30, Уральский государственный горный университет.

Волков Павел Сергеевич – инженер кафедры обогащения полезных ископаемых. 620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30, Уральский государственный горный университет.

Ступакова Екатерина Владимировна – начальник отдела метрологического обеспечения количественного химического анализа. 664025, г. Иркутск, бульв. Гагарина, 38, АО «Иргиредмет».

По серии опытов находят средний размах

$$\bar{R} = \sum_{i=1}^N R_i / N$$

и среднеквадратичное отклонение массовой доли

$$S_\alpha = \bar{R} / 1,13.$$

Такая схема предусмотрена, в частности, в широко используемом стандарте ГОСТ 14180-80, разработанном для руд цветных металлов.

Однако в технологии опробования погрешности любой работы, связанной с подготовкой проб, зависят одновременно от трех факторов: степени сокращения S_c^2 качества работы исполнителя S_n^2 погрешности анализа, т. е. погрешности методики выполнения измерений $S_{МВИ}^2$.

Это значит, что S_α включает в себя составляющие:

$$S_\alpha^2 = S_c^2 + S_n^2 + S_{МВИ}^2.$$

Возникает задача определения каждой из составляющих. При подготовке проб – для оценки как качества самой схемы подготовки (S_c^2), так и качества выполнения этой работы конкретными исполнителями (S_n^2); при анализе – для оценки погрешности отбора навески (S_c^2 и S_n^2) и оценки конкретной методики выполнения измерений ($S_{МВИ}^2$). Знание этих составляющих позволяет улучшить качество подготовки проб.

Такое раздельное определение составляющих предусмотрено стандартом ГОСТ 8.531-2002 ГСИ «Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности» при подготовке стандартных образцов руд и продуктов обогащения, в том числе стандартных образцов предприятий (СОП).

1. *Экспериментальное определение составляющих.*

Объединим две первые составляющие в одно понятие – погрешность подготовки пробы

$$S_{\text{под}}^2 = S_c^2 + S_n^2.$$

Тогда

$$S_\alpha^2 = S_{\text{под}}^2 + S_{МВИ}^2.$$

В этом случае возможно экспериментальное определение $S_{\text{под}}^2$ и $S_{МВИ}^2$. Рассмотрим два варианта.

1. $S_{МВИ}^2 = 0$. Это возможно, если определяемый минерал может быть полностью извлечен из сокращенного материала. Предельный вариант – выполнение опытов на модельном материале с маркерами. Маркеры могут быть выделены полностью. Тогда $S_\alpha^2 = S_{\text{под}}^2$.

2. $S_{МВИ}^2 \neq 0$ и $S_{МВИ}^2 = \text{const}$. Такая ситуация возникает при выполнении анализов с использованием постоянной (одной и той же) методики.

В этом случае следует выполнить две серии опытов, отличающихся друг от друга либо массовой долей определяемого компонента, либо массой навески в пределах, допустимых методикой выполнения измерений. Будут получены два результата $S_{\alpha 1}^2$ и $S_{\alpha 2}^2$, можно составить систему уравнений:

$$\begin{cases} S_{\alpha 1}^2 = S_{1\text{под}}^2 + S_{\text{МВИ}}^2; \\ S_{\alpha 2}^2 = S_{2\text{под}}^2 + S_{\text{МВИ}}^2. \end{cases}$$

Так как $S_{\text{МВИ}}^2$ постоянна, то, вычтя из первого уравнения второе, получим:

$$S_{\alpha 1}^2 - S_{\alpha 2}^2 = S_{1\text{под}}^2 - S_{2\text{под}}^2.$$

Погрешности $S_{1\text{под}}^2$ и $S_{2\text{под}}^2$ связаны условиями выполнения двух серий опытов некоторым коэффициентом k .

$$S_{1\text{под}}^2 = kS_{2\text{под}}^2.$$

Используя эту связь, получим

$$S_{\alpha 1}^2 - S_{\alpha 2}^2 = (k-1)S_{2\text{под}}^2.$$

Отсюда

$$S_{2\text{под}}^2 = \frac{1}{k-1}(S_{\alpha 1}^2 - S_{\alpha 2}^2);$$

$$S_{1\text{под}}^2 = kS_{2\text{под}}^2;$$

$$S_{\text{МВИ}}^2 = S_{\alpha 1}^2 - S_{1\text{под}}^2.$$

В частном случае, если $k = 2$, то

$$S_{2\text{под}}^2 = S_{\alpha 1}^2 - S_{\alpha 2}^2;$$

$$S_{1\text{под}}^2 = 2S_{2\text{под}}^2.$$

II. Расчетное определение одной из составляющих.

Подготовка проб выполняется в условиях, когда погрешность исполнителя $S_{\text{и}}^2$ нельзя считать известной величиной, а вот погрешность технологии подготовки, предопределяемой параметрами схемы подготовки $S_{\text{с}}^2$, можно считать постоянной.

В настоящее время имеются формулы, позволяющие рассчитать $S_{\text{с}}^2$ при подготовке проб [1]:

$$S_{\text{с}}^2 = \sum_{j=1}^{n_{\text{с}}} 2f S_{Kj}^2 \rho (\bar{d}_j)^3 \left(\frac{1}{q_{\text{жкон}}} - \frac{1}{q_{\text{жнач}}} \right),$$

где $n_{\text{с}}$ – число стадий подготовки пробы, если изменение крупности отсутствует, то $n_{\text{с}} = 1$; f – коэффициент формы; S_{Kj}^2 – покусковая дисперсия; ρ – плотность пробы; \bar{d}_j – средняя крупность; $q_{\text{жкон}}$ и $q_{\text{жнач}}$ – конечная и начальная массы на j -й стадии сокращения.

Тогда если получено расчетное значение $S_{\text{с}}^2$ при подготовке проб, то можно найти $S_{\text{и}}^2$:

$$S_{\text{и}}^2 = S_{\text{под}}^2 - S_{\text{с}}^2.$$

Так как в этом случае S_n^2 характеризует качество работы исполнителя, можно найти долю S_n^2 по сравнению с S_c^2 в виде коэффициента качества подготовки проб $K_{\text{под}}$:

$$K_{\text{под}} = 1 + S_n^2 / S_c^2 = \frac{S_{\text{под}}^2}{S_c^2}$$

и в последующем находить погрешность подготовки с учетом качества выполнения работы исполнителями по формуле:

$$S_{\text{под}}^2 = K_{\text{под}} \sum_{j=1}^{nc} 2f S_{Kj}^2 p(\bar{d}_j)^3 \left(\frac{1}{q_{\text{жкон}}} - \frac{1}{q_{\text{жнач}}} \right).$$

Из структуры формулы $K_{\text{под}}$ видно, что при идеальной работе исполнителя $K_{\text{под}} = 1$.

Практических определений $K_{\text{под}}$ нет. По опытным данным на угольных пробах в работе [2] найдено, что $K_{\text{под}} = 1,3$.

Применительно к рудам такая работа для случая 1 была выполнена на модельном материале – кварцевой крупке крупностью $-1+0,5$ мм. Маркеры такой же крупности, минерал – магнетит. Начальная масса пробы 0,5 кг, степень сокращения – 8. Работу выполняли 10 чел. с использованием желобчатого сократителя. Получено среднее значение $K_{\text{под}} = 1,35$.

Так как схемы подготовки проб обычно многостадийны, то, приняв для одной стадии за основу значение $K_{\text{под1}} = 1,35$, приходим к выводу, что $K_{\text{под}}$ для схемы, состоящей из n стадий, будет $K_{\text{подn}} = K_{\text{под1}}^n$. Это значит, что для $n = 2-4$, $K_{\text{под}} = 1,8-2,5$.

Такая оценка качества работы исполнителей может быть использована при практическом внедрении рационального способа определения погрешностей опробования [3].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Козин В. З. Опробование минерального сырья. Екатеринбург: УГГУ, 2011. 316 с.
2. Кипнис Ш. Ш. Технический контроль на углеобогачительных фабриках. М.: Недра, 1978. 288 с.
3. Козин В. З., Комлев А. С. Экспериментальное определение случайных погрешностей опробования на обогачительных фабриках // Обогащение руд. 2017. № 2. С. 44–48.

Поступила в редакцию 13 марта 2018 года

DEFINING RANDOM ERRORS OF ORE AND CONCENTRATES SAMPLES PREPARATION AND ANALYSIS

Kozin V. Z., Komlev A. S., Volkov P. S. – The Ural State Mining University, Ekaterinburg, the Russian Federation.
E-mail: gmf.dek@ursmu.ru

Stupakova E. V. – OAO Irgidmed, Irkutsk, the Russian Federation.

Under the samples preparation and analysis, random errors occur in consequence of the reduction of sample's mass during cancellation and unavoidable errors of executors during the fulfillment of the analysis. Experimental determination of the said errors is associated with the fulfillment of preparation and analysis of the two sets of tests, which differ from each other in mass fraction in the source material. It makes it possible to calculate the error of samples preparation and analysis performance methods error. In order to determine the error of the executor, it is suggested to compare experimental error of sample preparation and the calculation one; it is also suggested to use the coefficient of sample preparation hereafter, which takes into account the errors of cancellation from the executor. For real schemes of preparation this coefficient is within the limits of 1,8–2,5.

Key words: sample preparation errors; executor's errors; analysis errors.

REFERENCES

1. Kozin V. Z. *Oprobovanie mineral'nogo syr'ia* [Mineral raw material sampling]. Ekaterinburg, UrSMU Publ., 2011. 316 p.
 2. Kipnis Sh. Sh. *Tekhnicheskii control' na ugleobogatitel'nykh fabrikakh* [Technical control at coal preparation plants]. Moscow, Nedra Publ., 1976. 288 p.
 3. Kozin V. Z., Komlev A. S. [Experimental determination of random sampling errors at concentrating mills]. *Obogashchenie rud – Mineral Processing*, 2017, no. 2, pp. 44–48. (In Russ.)
-