ОБОГАЩЕНИЕ ПОЛЕЗНЫХ ИСКОПАЕМЫХ

УДК 622.7.09:620.113 DOI: 10.21440/0536-1028-2023-1-66-77

Поправочный коэффициент к формуле погрешности сокращения проб

Козин В. З.[1], Комлев А. С.[1]*, Ступакова Е. В.[2]
[1] Уральский государственный горный университет, г. Екатеринбург, Россия
[2] ПАО «Русолово», г. Москва, Россия
e-mail: tails2002@inbox.ru

Реферат

Введение. *Получены теоретические результаты, позволяющие рассчитывать случайные погрешности опробования. Одной из основных расчетных формул для определения погрешности опробования является формула погрешности сокращения проб. Погрешности опробования, определенные по данной формуле, отличаются от погрешностей, определяемых экспериментально. Погрешность сокращения проб состоит из нескольких составляющих, отдельное количественное определение которых необходимо при разработке методического обеспечения процессов опробования. Определение всех указанных составляющих отдельно друг от друга экспериментальным путем невозможно. Необходимым является определение соотношения составляющих указанной формулы.*

Методика выполнения исследований. *Погрешность сокращения проб, определяемая аналитическим путем, является минимально возможной погрешностью сокращения при идеальном выполнении этой операции. Для учета отклонения от идеальных условий выполнения операции сокращения следует экспериментально оценить величину фактического отклонения и связать ее с теоретическим результатом. В итоге может быть получена величина поправочного коэффициента, который следует ввести в формулу расчета погрешности сокращения. Для исключения необходимости экспериментального определения погрешности методики выполнения измерений массовой доли опыты по определению поправочного коэффициента следует выполнять на искусственных пробах с маркерами.*

Порядок выполнения исследований. *Проведены эксперименты по сокращению проб с маркерами. Выполнено 480 сокращений одной и той же пробы, показавших совпадение теоретического и экспериментального распределений числа маркеров в сокращенных пробах. Поправочный коэффициент в эксперименте с маркерами правильной формы оказался равным 1,3. Тот же коэффициент в эксперименте с маркерами, совпадающими по гранулометрическому составу с материалом пробы, составил 2,0. Средняя величина поправочного коэффициента в условиях воспроизводимости оказалась равной 2,13.*

Результаты и их анализ. *В результате двух экспериментов по многократному сокращению пробы установлено, что поправочный коэффициент в условиях повторяемости должен находиться в диапазоне от 1,3 до 2,0. Аналогичная информация о различиях погрешностей воспроизводимости и повторяемости в международных и российских стандартах показывает, что для перехода от теоретической формулы к реальной погрешности воспроизводимости следует вводить поправочный коэффициент, равный величине от 2,0 до 3,0.*

Выводы. *Введение в формулу погрешности сокращения поправочных коэффициентов позволяет рассчитывать реальные погрешности сокращения проб, а также на основе расчета давать количественную оценку получаемым результатам опробования минеральных продуктов.*

Ключевые слова: *погрешность сокращения проб; поправочный коэффициент; искусственные пробы; маркеры; распределения массовых долей.*

Введение. В теории опробования центральное место занимает формула случайной погрешности сокращения проб, называемая в зарубежных источниках фундаментальной погрешностью опробования [1–5]. Формула случайной погрешности сокращения, используемая в отечественной литературе [6], имеет следующий вид:

$$S_{\text{с}}^2 = 2f\rho\left(\overline{d}\right)^3 S_{\text{к}}^2\left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}}\right), \tag{1}$$

где f – коэффициент формы зерен пробы, определяемый экспериментально (для руд равен примерно 0,4); ρ – плотность материала пробы, кг/м^3; $\overline{d}$ – средняя крупность материала пробы, мм; $q_{\text{кон}}$ – масса пробы после сокращения, кг; $q_{\text{нач}}$ – масса пробы до сокращения, кг; $S_{\text{к}}^2 = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}}\alpha\left(\beta_{\text{м}} - \alpha\right)$ – покусковая дисперсия, %^{2}; $\rho_{\text{м}}$ и $\rho_{\text{п}}$ – плотность минерала и породы соответственно, кг/м^3; α – массовая доля определяемого компонента в пробе, %; $\beta_{\text{м}}$ – массовая доля определяемого компонента в минерале, %.

Формула (1) описывает теоретическую погрешность сокращения, так как предполагается, что все используемые в формуле величины найдены с достаточной точностью, а сама процедура сокращения выполнена идеально.

В реальных условиях необходимые величины определяются с различной точностью, а само сокращение выполняется с результатом, отличающимся от идеального. Это зависит от применяемого оборудования и инструментов, а также квалификации исполнителя.

В итоге рассчитанная по формуле (1) погрешность сокращения и экспериментально определяемая погрешность сокращения отличаются друг от друга. В связи с этим появляется необходимость во введении в формулу поправочного коэффициента.

На этапах подготовки и анализа работа с пробой включает в себя выполнение операций сокращения и последующего анализа.

Погрешность сокращения проб минерального сырья состоит из нескольких составляющих [2, 6]:

$$S_{\alpha}^2 = S_{\text{с}}^2 + S_{\text{и}}^2 + S_{\text{л}}^2 + S_{\text{м}}^2, \tag{2}$$

где $S_{\text{с}}^2$ – погрешность, связанная с уменьшением массы материала, представляющего опробуемый массив (фундаментальная погрешность, определяемая по формуле (1), %^{2}; $S_{\text{и}}^2$ – погрешность исполнителя, работающего по одной методике на одном и том же оборудовании, %^{2}; $S_{\text{л}}^2$ – погрешность, связанная с использованием других методик и оборудования при выполнении сокращения, %^{2}; $S_{\text{м}}^2$ – погрешность метода анализа навески (навеска формируется в результате завершающей операции сокращения перед выполнением анализа), %^{2}.

Погрешность по формуле (2) получила название *погрешность воспроизводимости.*

Если из формулы (2) исключить величину $S_{\text{л}}^2$, то формула будет преобразована в формулу погрешности, получившей название *погрешности повторяемости*:

$$S_{\alpha}^2 = S_{\text{с}}^2 + S_{\text{и}}^2 + S_{\text{м}}^2. \tag{3}$$

Определение величины отдельных слагаемых в формулах (2) и (3) необходимо при составлении методик подготовки проб. Но так как при каждом отдельном

сокращении анализ сокращенной пробы не выполняется, оценить соотношение величин $S_{с}^{2}$, $S_{и}^{2}$, $S_{л}^{2}$, $S_{м}^{2}$ невозможно.

Существует возможность и необходимость оценки указанных величин в том случае, когда анализ выполнен. Это свойственно работе аналитических лабораторий, так как при выполнении анализа в результат опробования входит погрешность сокращения (отбора навески), включающая составляющие $S_{с}^{2}$, $S_{и}^{2}$ и погрешность метода анализа $S_{м}^{2}$.

Целью работы является определение соотношения фундаментальной составляющей погрешности сокращения проб $S_{с}^{2}$ и составляющих, вносимых исполнителем $S_{и}^{2}$, а также различием условий сокращения $S_{л}^{2}$.

Теория вопроса. Составляющие погрешности подготовки проб $S_{и}^{2}$, $S_{л}^{2}$ не могут быть описаны аналитически и должны определяться экспериментально.

Действующий стандарт ГОСТ 8.531-2002 (*ГОСТ 8.531-2002. ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М., 2002. 12 с.*) определяет порядок экспериментального определения так называемой «однородности» навесок, отбираемых для анализа [7]. Согласно указанному стандарту, предлагается выполнять серию $n_{ан}$ параллельных анализов на одной и той же навеске и находить $S_{м}^{2}$, затем выполнять другую серию $n_{нав}$ анализов на разных навесках, получая $S_{α}^{2}$, после чего рассчитывать погрешность «однородности» по формуле

$$S_{од}^{2} = S_{α}^{2} - S_{м}^{2}/n_{нав}. \tag{4}$$

Опыт определения однородности навесок показал, что при предусмотренном стандартом числе параллельных анализов и навесок значения $S_{м}^{2}$ и $S_{α}^{2}$ определяются со сравнительно большой погрешностью, что не позволяет найти величину $S_{од}^{2}$ по формуле (4) с необходимой точностью. Более того, в результате расчета по формуле (4) зачастую получают отрицательные значения $S_{од}^{2}$. Это означает, что погрешности определения величины превышают саму определяемую величину, составляя более 100 % относительных. Тем не менее данная ситуация предусмотрена стандартом, хотя в этом случае результат предопределяется погрешностями дисперсий, а не их разностью. В литературе [7, 8] приведены данные определения «однородности» навесок при анализе массовой доли полезных компонентов в рудах цветных металлов и золотосодержащих рудах. Результаты показали, что в половине случаев дисперсия «однородности» получалась отрицательной и в соответствии со стандартом принималась произвольной (по стандарту одна треть от $S_{α}^{2}$).

Трудоемкую и не позволяющую получить реальную погрешность сокращения процедуру следует изменить: найти устойчивое соотношение $S_{с}^{2} + S_{и}^{2}$ и ввести в формулу (1) коэффициент $K_{и}$, учитывающий это соотношение.

Тогда формула (3) может быть записана как

$$S_{α}^{2} = K_{и}S_{с}^{2} + S_{м}^{2}. \tag{5}$$

В формуле (5) неизвестна погрешность метода анализа $S_{м}^{2}$. Если использовать маркеры, вводимые в сокращаемую пробу в качестве определяемых компонентов [9], то погрешность $S_{м}^{2}$ окажется равна нулю и $K_{и}$ будет определяться формулой

$$S_{α}^{2} = K_{и}S_{с}^{2}. \tag{6}$$

Использование маркеров позволяет определить $S_{\text{с}}^2$ расчетом строго по известной формуле – распределению Пуассона, для чего нужно только знать ожидаемое среднее число маркеров в сокращенной пробе $\overline{m}$:

$$P_{m\ \text{теор}} = \frac{\overline{m}^m}{m!} e^{-\overline{m}}, \tag{7}$$

где m – фактическое число маркеров в сокращенной пробе.

Дисперсия распределения Пуассона численно равна среднему числу маркеров:

$$S_{m\ \text{теор}}^2 = S_{\text{с}}^2 = \overline{m}.$$

Если определяемая массовая доля маркеров $\overline{\alpha} = \overline{m}\dfrac{q_1}{q_{\text{с}}}$, то

$$S_{\alpha\ \text{теор}}^2 = \left(\frac{q_1}{q_{\text{с}}}\right)^2 S_{m\ \text{теор}}^2 = \left(\frac{\overline{\alpha}}{\overline{m}}\right)^2 \overline{m} = \frac{\left(\overline{\alpha}\right)^2}{\overline{m}}, \tag{8}$$

где q_1 – масса одного маркера, кг; $q_{\text{с}}$ – масса сокращенной пробы, кг.

Материалы и методы. Коэффициент $K_{\text{и}}$ может быть найден как при подсчете числа маркеров в сокращенных пробах с определением $S_{m\ \text{эксп}}$, так и при определении массовых долей и расчете $S_{\alpha\ \text{эксп}}$.

Экспериментальные дисперсии при большом числе результатов возможно определить с помощью распределений по формулам

$$S_{m\ \text{эксп}}^2 = \sum_{i=1}^{k} \left(m_i - \overline{m}\right)^2 P_{mi}; \tag{9}$$

$$S_{\alpha\ \text{эксп}}^2 = \sum_{i=1}^{k} \left(\alpha_i - \overline{\alpha}\right)^2 P_{\alpha i}, \tag{10}$$

где m_i или α_i – число маркеров или массовая доля в i-м интервале распределения; $\overline{m}$ и $\overline{\alpha}$ – среднее число маркеров или средняя массовая доля; P_{mi} и $P_{\alpha i}$ – доля результатов опробования, попавшая в i-й интервал распределения, %; k – число интервалов на оси абсцисс.

Тогда величина $K_{\text{и}}$ может быть определена также по двум формулам:

$$K_{\text{и}} = \frac{S_{m\ \text{эксп}}^2}{S_{m\ \text{теор}}^2}; \tag{11}$$

$$K_{\text{и}} = \frac{S_{\alpha\ \text{эксп}}^2}{S_{\alpha\ \text{теор}}^2} = \frac{\overline{m} S_{\alpha\ \text{эксп}}^2}{\left(\overline{\alpha}\right)^2}. \tag{12}$$

Для определения $K_{\text{и}}$ поставлен эксперимент, состоящий в сокращении искусственной пробы массой 100 г, в которую было введено 2 г маркеров. Проба

Таблица 1. Результаты определения числа маркеров $m_{эксп}$ в сокращенных пробах
Table 1. The results of distribution of a number of markers $m_{эксп}$ in reduced samples

Показатель	Интервалы чисел маркеров										
	2–4	4–6	6–8	8–10	10–12	12–14	14–16	16–18	18–20	20–22	22–24
Число маркеров в интервале $m_{эксп}$	10	10	58	115	124	67	53	14	14	10	5
Доля числа маркеров в интервале $P_{m\ эксп}$	0,002	0,02	0,12	0,24	0,26	0,14	0,11	0,03	0,03	0,02	0,01
Массовая доля маркеров в интервале $\alpha_{эксп}$, %	0,55	0,92	1,29	1,66	2,03	2,40	2,77	3,14	3,51	3,87	4,24

Таблица 2. Результаты сокращения проб с маркерами из магнетита
Table 2. The results of reducing the samples with magnetite markers

Показатель	Интервалы массовых долей, %					
	1,7–1,8	1,8–1,9	1,9–2,0	2,0–2,1	2,1–2,2	2,2–2,3
Средняя массовая доля в интервале α_i	1,75	1,85	1,95	2,05	2,15	2,25
Число результатов сокращений в интервале n_i	1	8	51	60	7	1
Доля результатов в интервале $P_{\alpha эксп\ i} = \frac{n_i}{128}$	0,0078	0,0625	0,3984	0,4695	0,0540	0,0078

состояла из дробленого кварца, в качестве маркеров использованы цветные кварцевые бусины. Масса одного маркера 11,76 мг, в пробу введено 170 маркеров. Степень сокращения равна 16. Ожидаемое число маркеров в сокращенных пробах $\overline{m}$ = 10,625.

Результаты экспериментов. В ходе эксперимента выполнено 480 сокращений искусственной пробы, результаты которых представлены в табл. 1.

На рис. 1 приведены теоретическое распределение $P_{m\ \text{теор}}$, рассчитанное по формуле (7), а также экспериментальное распределение $P_{m\ \text{эксп}}$, построенное по данным табл. 1.

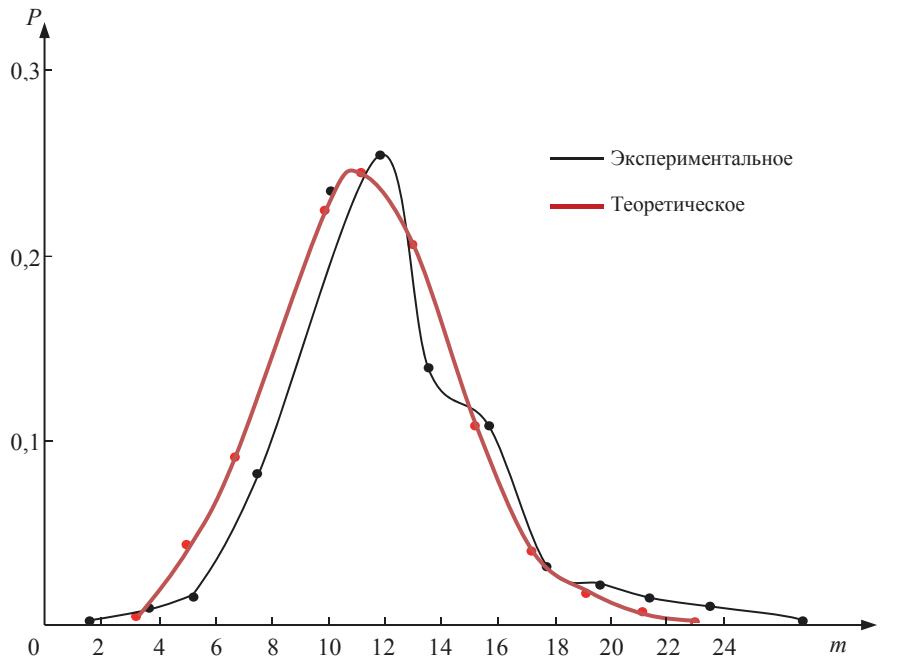

Рисунок 1. Экспериментальное и теоретическое распределение числа маркеров m в сокращенных пробах по распределению Пуассона по формуле $P_{m\ \text{теор}} = \frac{10{,}625^m}{m!} e^{-10{,}625}$

Figure 1. Experimental and theoretical distribution of a number of markers m in reduced samples according to Poisson distribution by formula $P_{m\ \text{теор}} = \frac{10{,}625^m}{m!} e^{-10{,}625}$

По указанным распределениям найдены теоретические и экспериментальные среднеквадратичные отклонения числа маркеров и массовых долей в сокращенных пробах.

Теоретические значения:

$$S_{m\ \text{теор}} = \sqrt{\overline{m}_{\text{теор}}} = \sqrt{10{,}625} = 3{,}26;$$

$$S_{\alpha\text{теор}} = \frac{\overline{\alpha}_{\text{теор}}}{\sqrt{\overline{m}_{\text{теор}}}} = \frac{1{,}96}{\sqrt{10{,}625}} = 0{,}6013\ \%.$$

Экспериментальные значения:

$$\overline{m}_{\text{эксп}} = 11{,}22.$$

$$S^2_{m\ \text{эксп}} = \sum_{i=1}^{k} P_{m\ \text{эксп}} \left(m_{\text{эксп}\ i} - \overline{m}_{\text{эксп}}\right)^2 = 0{,}02\cdot(3-11{,}22)^2 + 0{,}02\cdot(5-11{,}22)^2 +$$
$$+0{,}12\cdot(7-11{,}22)^2 + 0{,}24\cdot(9-11{,}22)^2 + 0{,}26\cdot(11-11{,}22)^2 + 0{,}14\cdot(18-11{,}22)^2 +$$
$$+0{,}11\cdot(15-11{,}22)^2 + 0{,}03\cdot(17-11{,}22)^2 + 0{,}03\cdot(19-11{,}22)^2 + 0{,}02\cdot(21-11{,}22)^2 +$$
$$+0{,}01\cdot(23-11{,}22)^2 = 13{,}76;$$
$$S_{m\ \text{эксп}} = 3{,}71\ \%.$$

Аналогично рассчитана величина $S_{\alpha\ \text{эксп}} = 0{,}6844$.

Расчет возможно выполнять по любой из формул (11) или (12):

$$K_{\text{и}} = \left(\frac{S_{m\ \text{эксп}}}{S_{m\ \text{теор}}}\right)^2 = \left(\frac{3{,}71}{3{,}26}\right)^2 = 1{,}3$$

или

$$K_{\text{и}} = \left(\frac{S_{\alpha\ \text{эксп}}}{S_{\alpha\ \text{теор}}}\right)^2 = \left(\frac{0{,}6844}{0{,}6013}\right)^2 = 1{,}3.$$

Аналогичные эксперименты выполнены с маркерами из магнетита. Крупность магнетита и материала пробы составила (–1+0,5 мм).

Проба массой 500 г, в которой находилось 10 г магнетита (массовая доля $\overline{\alpha}$ = 2 %), сокращалась до массы 62,5 г. Из сокращенной пробы ручным магнитом извлекался магнетит и взвешивался.

Средняя масса одного маркера

$$q_1 = f\rho\left(\overline{d}\right)^3 = 0{,}4\cdot 5000\cdot\left(0{,}75\cdot 10^{-3}\right)^3 = 840\cdot 10^{-9}\ \text{кг} = 0{,}84\ \text{мг},$$

где ρ – плотность магнетита (5000 кг/м^3); f – коэффициент формы, для дробленых руд f = 0,4; $\overline{d}$ – средняя крупность маркеров ($\overline{d}$ = 0,75 мм).

Среднее число маркеров в сокращенной пробе

$$\overline{m} = \frac{q_{\text{с}}\overline{\alpha}}{q_1} = \frac{62{,}5\cdot 0{,}02}{0{,}84\cdot 10^{-3}} = 1488,$$

где $q_{\text{с}}$ – масса сокращенной пробы, г; $\overline{\alpha}$ – средняя массовая доля магнетита, доли ед.; q_1 – масса отдельного маркера, г.

Выполнено 128 сокращений, результаты которых представлены в табл. 2.

По данным табл. 2 получены следующие результаты.

Средняя массовая доля $\overline{\alpha}$:

$$\overline{\alpha} = \sum_{i=1}^{k} P_{\alpha\ \text{эксп}\ i}\alpha_i = 0{,}0078\cdot 1{,}75 + 0{,}0625\cdot 1{,}85 + 0{,}3984\cdot 1{,}95 +$$
$$+0{,}4695\cdot 2{,}05 + 0{,}0540\cdot 2{,}15 + 0{,}0078\cdot 2{,}25 = 2{,}0\ \%.$$

Экспериментальная дисперсия $S^2_{\alpha\ \text{эксп}}$:

$$S^2_{\alpha\ \text{эксп}} = \sum_{i=1}^{k} P_{\alpha\ \text{эксп}\ i}\left(\alpha_i - \overline{\alpha}\right)^2 = 0{,}0078\cdot(1{,}75-2)^2 + 0{,}0625\cdot(1{,}85-2)^2 +$$
$$+\ 0{,}3984\cdot(1{,}95-2)^2 + 0{,}4695\cdot(2{,}05-2)^2 + 0{,}0540\cdot(2{,}15-2)^2 +$$
$$+\ 0{,}0078\cdot(2{,}25-2)^2 = 0{,}005446\ \%^2;$$
$$S_{\alpha\ \text{эксп}} = 0{,}0738\ \%.$$

Поправочный коэффициент $K_{\text{и}}$:

$$K_{\text{и}} = \frac{\overline{m}\ S^2_{\alpha\ \text{эксп}}}{\left(\overline{\alpha}\right)^2} = \frac{1488\cdot 0{,}0738^2}{2^2} = 2{,}0.$$

В государственных стандартах и рабочих методиках анализа значения погрешностей воспроизводимости D и повторяемости d имеют большой разброс, характеризуемый «неопределенностью» экспериментальных величин как средних, так и среднеквадратичных отклонений [10–16]. Эта «неопределенность» для 10–12 лабораторий и трех параллельных опытов в каждой лаборатории равна 30–40 % (*ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений…*).

В рекомендациях по межгосударственной стандартизации РМГ-2003 (*РМГ 61-2003. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа…*) указано, что отношение D/d должно быть в диапазоне 1,2–2,0, и при относительной погрешности в 30–40 % может доходить до значения 3.

В других стандартах (*ГОСТ 15934.10-82. Концентраты медные. Методы определения золота и серебра; ГОСТ 15934.1-91. Концентраты медные. Методы определения меди*) приведены значения D и d, дающие большой разброс отношений:

– для золота – от 1,27 до 1,50;
– для серебра – от 1,10 до 1,70;
– для меди – от 1,2 до 2,0.

Средняя величина D/d по этим стандартам равна 1,46.

В формулу сокращения проб данное отношение входит во второй степени. Следовательно

$$K_{\text{и}} = \left(\frac{D}{d}\right)^2 = 2{,}13.$$

Таким образом, коэффициент $K_{\text{и}}$ для определения погрешности воспроизводимости должен быть больше двух.

Обсуждение результатов. В теоретической формуле погрешности сокращения проб не учитываются погрешности исполнителей, выполняющих эту технологическую операцию в условиях участков пробоподготовки обогатительных фабрик, что приводит к дополнительным погрешностям. Такие погрешности целесообразно учитывать коэффициентом $K_{\text{и}}$. Непосредственными экспериментами на пробах дробленого кварца с маркерами (стеклянными бусинками) получен коэффициент $K_{\text{и}} = 1{,}3$ с маркерами правильной формы и постоянной массы и $K_{\text{и}} = 2{,}0$ с маркерами

из магнетита той же крупности, что и материал пробы, полностью извлекаемыми из сокращенной пробы с помощью ручного магнита.

Сопоставлением допустимых погрешностей воспроизводимости и повторяемости в стандартах на анализ медных и золотосодержащих продуктов показано, что для учета качества работы различных исполнителей (лабораторий) поправочный коэффициент (в среднем равный 2,13) может увеличиваться до 3,0.

Введение в формулу погрешности сокращения коэффициентов $K_и$ позволяет рассчитывать реальные погрешности сокращения и на их основе оценивать получаемые результаты опробования минеральных продуктов.

Выводы. Теоретическая формула фундаментальной случайной погрешности сокращения предусматривает определение составляющих ее величин с высокой точностью, а также выполнение процедуры сокращения для перемешанного материала. На практике величины, входящие в формулу фундаментальной погрешности, определяются с различной точностью, а условия сокращения пробы отличаются от идеальных. На этом основании в фундаментальную формулу погрешности сокращения проб целесообразно вводить поправочный коэффициент $K_и$, зависящий от качества выполнения операции сокращения проб в условиях обогатительного производства.

Установленная нормативной документацией методика экспериментального определения однородности навесок характеризуется низкой точностью экспериментальных величин. Вместо указанной методики предложен эксперимент с сокращением искусственных проб, содержащих маркеры, число которых в сокращенных пробах определяется с абсолютной точностью путем пересчета. Теоретическое распределение числа маркеров в сокращенных пробах определяется распределением Пуассона.

Экспериментальным путем определена величина $K_и$, находящаяся в интервале от 1,3 до 2,0 для условий повторяемости и составляющая 2,13 для условий воспроизводимости. На этом основании поправочный коэффициент $K_и$ для отдельных исполнителей операций сокращения должен находиться в диапазоне от 1,3 до 2,0. Это будет соответствовать реальным погрешностям сокращения в условиях повторяемости. Поправочный коэффициент $K_и$ для различных исполнителей должен находиться в диапазоне от 2,0 до 3,0. Это будет соответствовать реальным погрешностям сокращения в условиях воспроизводимости.

Расчет погрешностей сокращения с поправочными коэффициентами позволяет реально оценивать возможные результаты опробования как непосредственно на обогатительной фабрике, так и в случае сопоставления контрольных и арбитражных результатов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Gy P. Sampling of particulate material: Theory and practice. Elsevier: Amsterdam, 1982. 431 p.

2. Engströrn K., Esbensen K. H. Evaluation of sampling systems in iron concentrating and pelletizing processes – Quantification of total sampling error (TSE) vs. process variation // Minerals Engineering. 2018. 15 January. Vol. 116. P. 203–208.

3. Lotter N. O., Evans C. L., Engströrn K. Sampling – A key tool in modern process mineralogy // Minerals Engineering. 2018. 15 January. Vol. 116. P. 196–202.

4. Napier-Munn T. J., Whiten W. J., Faramarzi F. Bias in manual Sampling of rock particles // Minerals Engineering. 2020. 1 July. Vol. 153. Art. 106260.

5. Gleeson D. Getting to the core // International Mining. 2019. February. P. 64–68.

6. Козин В. З. Опробование минерального сырья. Екатеринбург: УГГУ, 2011. 316 с.

7. Ступакова Е. В. Определение погрешностей стандартных образцов состава руд золотосодержащих // Известия вузов. Горный журнал. 2019. № 6. С. 136–143.

8. Козин В. З., Комлев А. С., Волков П. С., Ступакова Е. В. Определение случайных погрешностей подготовки и анализа проб руды и продуктов обогащения // Известия вузов. Горный журнал. 2018. № 5. С. 82–86.

9. 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.

10. Петров С. В., Бедерова Л. Л., Бороздин А. П. К методике достоверного определения содержания благородных металлов в пробах с крупными выделениями самородных металлов // Обогащение руд. 2015. № 4. С. 44–48.

11. Бондаренко А. В., Захаров П. А., Шевелев Е. С. Создание автоматической системы опробования пульповых продуктов для горно-обогатительных предприятий // Горный журнал. 2016. № 11. С. 75–79.

12. Ушеров А. И., Ишметьев Е. Н., Ляпин А. Г., Ямщиков А. В., Цыгалов А. М. Непрерывный контроль химического состава сульфидной медно-цинковой руды // Заводская лаборатория. 2014. № 4. Т. 80. С. 69–73.

13. Глазатов А. Н., Лукашова М. В., Степаненко В. М., Рябушкин М. И., Данченко Э. В. Совершенствование метода опробования и подготовки проб к анализу шлаков никелевых печей // Цветные металлы. 2011. № 8/9. С. 182–188.

14. Романчук А. И., Жарков В. В., Богомолов В. А. Опыт подготовки проб руд со свободным золотом // VI Конгресс обогатителей стран СНГ. Материалы Конгресса. Т. I. М.: Альтекс, 2007. С. 176–177.

15. Локонов М. Ф., Петрова М. И., Рейнгардт Е. П. Методика подготовки для анализа проб руды, содержащей интерметаллические соединения платиновых металлов // Обогащение руд. 1984. № 1. С. 44–47.

16. Васильев П. И. Многократный сократитель руд и продуктов обогащения // Обогащение руд. 1962. № 2. С. 42–43.

Поступила в редакцию 7 июля 2021 года

Сведения об авторах:

Козин Владимир Зиновьевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обогащения полезных ископаемых, декан горно-механического факультета Уральского государственного горного университета. E-mail: gmf.dek@ursmu.ru; https://orcid.org/0000-0001-7184-919X

Комлев Алексей Сергеевич – кандидат технических наук, старший научный сотрудник кафедры обогащения полезных ископаемых Уральского государственного горного университета. E-mail: tails2002@inbox.ru; https://orcid.org/0000-0002-2484-2726

Ступакова Екатерина Владимировна – руководитель службы технического контроля ПАО «Русолово». E-mail: stupakova_ev@seligdar.ru; https://orcid.org/0000-0001-9340-8301

DOI: 10.21440/0536-1028-2023-1-66-77

Correction factor to the formula of sample reduction error

Vladimir Z. Kozin[1], Aleksei S. Komlev[1], Ekaterina V. Stupakova[2]

[1] Ural State Mining University, Ekaterinburg, Russia.

[2] Rusolovo PJSC, Moscow, Russia.

Abstract

Introduction. *Theoretical results have been obtained that allow calculating random sampling errors. One of the main calculation formulas for determining the sampling error is the sample reduction error formula. The sampling errors determined by this formula differ from the errors determined experimentally. The sample reduction error consists of several components, a separate quantitative determination of which is necessary when developing methodological support for testing processes. It is impossible to determine all these components separately from each other experimentally. It is necessary to determine the ratio of the components of the specified formula.*

Methods of research. *The sample reduction error, determined analytically, is the minimum possible reduction error when this operation is ideally performed. To take into account the deviation from the ideal conditions for performing the reduction operation, it is necessary to experimentally estimate the amount of the actual deviation and link it with the theoretical result. As a result, the value of the correction factor can be obtained, which should be entered into the formula for calculating the reduction error. In order to eliminate the need for experimental determination of the error of the method of measuring the mass fraction, experiments to determine the correction factor should be performed on artificial samples with markers.*

Research procedure. *Experiments were performed to reduce samples with markers. 480 reductions of the same sample were performed, which showed the coincidence of the theoretical and experimental distributions of the number of markers in the reduced samples. The correction factor in the experiment with markers of the correct shape was 1.3. The same coefficient in the experiment with markers whose granulometric composition match with that of the sample material was 2.0. The average value of the correction factor in reproducibility conditions was 2.13.*
Results and analysis. *As a result of two experiments on multiple reduction of the sample, it was found that the correction factor under reproducibility conditions should be within 1.3 and 2.0. Similar information about the differences in reproducibility and repeatability errors in international and Russian standards shows that in order to move from a theoretical formula to a real reproducibility error, a correction factor from 2.0 to 3.0 should be introduced.*
Conclusions. *The introduction of correction coefficients into the reduction error formula makes it possible to calculate the real errors of sample reduction, as well as quantify the results of mineral products testing based on the calculation.*

Keywords: *sample reduction error; correction factor; experiment with artificial samples; markers; mass fraction distributions.*

REFERENCES

1. Gy P. *Sampling of particulate material: Theory and practice*. Elsevier: Amsterdam, 1982.
2. Engströrn K., Esbensen K. H. Evaluation of sampling systems in iron concentrating and pelletizing processes – Quantification of total sampling error (TSE) vs. process variation. *Minerals Engineering*. 2018; 15 January; 116: 203–208.
3. Lotter N. O., Evans C. L., Engströrn K. Sampling – A key tool in modern process mineralogy. *Minerals Engineering*. 2018; 15 January; 116: 196–202.
4. Napier-Munn T. J., Whiten W. J., Faramarzi F. Bias in manual Sampling of rock particles. *Minerals Engineering*. 2020; 1 July; 153; 106260.
5. Gleeson D. Getting to the core. *International Mining*. 2019; February: 64–68.
6. Kozin V. Z. *Sampling crude minerals*. Ekaterinburg: UrSMU Publishing; 2011. (In Russ.)
7. Stupakova E. V. Measuring errors in the compositional reference materials of gold ore. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Gornyi zhurnal = News of the Higher Institutions. Mining Journal*. 2019; 6: 81–89. (In Russ.)
8. Kozin V. Z., Komlev A. S., Volkov P. S., Stupakova E. V. Defining random errors of ore and concentrates samples preparation and analysis. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Gornyi zhurnal = News of the Higher Institutions. Mining Journal*. 2018; 5: 82–86. (In Russ.)
9. Kushparenko Iu. S. The value of the K coefficient in reliable sample weight determination. In: *Plaksin Readings. Innovative processes in technologically complex and environmentally friendly processing of mineral and unconventional raw materials*. Novosibirsk; 2009. P. 289–290. (In Russ.)
10. Petrov S. V., Bederova L. L., Borozdin A. P. Upon the method of reliable determination of noble metals grades in samples with high occurrence of native metals. *Obogashchenie rud = Mineral Processing*. 2015; 4: 44–48. (In Russ.)
11. Bondarenko A. V., Zakharov P. A., Shevelev E. S. Creating automatic control system for pulp products sampling for ore enrichment enterprises. *Gornyi zhurnal = Mining Journal*. 2016; 11: 75–79. (In Russ.)
12. Usherov A. I., Ishmetiev E. N., Liapin A. G., Iamshchikov A. V., Tsygalov A. M. Continuous monitoring of the chemical composition of sulfide copper-zinc ore. *Zavodskaia laboratoriia = Industrial Laboratory*. 2014; 4(80): 69–73. (In Russ.)
13. Glazatov A. N., Lukashova M. V., Stepanenko V. M., Riabushkin M. I., Danchenko E. V. Development of control method of melted slag for anode furnaces at the nickel plant of the polar division of MMC Norilsk Nickel. *Tsvetnye metally = Non-Ferrous Metals*. 2011; 8/9: 182–188. (In Russ.)
14. Romanchuk A. I., Zharkov V. V., Bogomolov V. A. Practice of sampling ore with free gold. In: *6th Congress of CIS Countries with Enrichment Technologies. Congress proceedings. Vol. 1.* Moscow: Alteks Publishing; 2007. P. 176–177. (In Russ.)
15. Lokonov M. F., Petrova M. I., Reingardt E. P. Methods of sample analysis preparation of ore containing platinum intermetallides. *Obogashchenie rud = Mineral Processing.* 1984; 1: 44–47. (In Russ.)
6. Vasiliev P. I. Recurrent reducer of ore and concentrates. *Obogashchenie rud = Mineral Processing*. 1962; 2: 42–43. (In Russ.)

Received 7 July 2022

Information about the authors:

Vladimir Z. Kozin – DSc (Engineering), Professor, Head of the Department of Mineral Processing, Dean of the Mining Engineering Department, Ural State Mining University. E-mail: gmf.dek@ursmu.ru; https://orcid.org/0000-0001-7184-919X
Aleksei S. Komlev – PhD (Engineering), senior researcher, Department of Mineral Processing, Ural State Mining University. E-mail: magister-43@mail.ru; https://orcid.org/0000-0002-2484-2726
Ekaterina V. Stupakova – Head of the Technical Control Department, Rusolovo PJSC. E-mail: stupakova_ev@seligdar.ru; https://orcid.org/0000-0001-9340-8301

Для цитирования: Козин В. З., Комлев А. С., Ступакова Е. В. Поправочный коэффициент к формуле погрешности сокращения проб // Известия вузов. Горный журнал. 2023. № 1. С. 66–77. DOI: 10.21440/0536-1028-2023-1-66-77
For citation: Kozin V. Z., Komlev A. S., Stupakova E. V. Correction factor to the formula of sample reduction error. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Gornyi zhurnal = Minerals and Mining Engineering*. 2023; 1: 66–77 (In Russ.). DOI: 10.21440/0536-1028-2023-1-66-77