

На правах рукописи



СТУПАКОВА ЕКАТЕРИНА ВЛАДИМИРОВНА

**АНАЛИЗ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ОПЕРАЦИЙ СОКРАЩЕНИЯ И
СХЕМ ПОДГОТОВКИ ПРОБ НА ОБОГАТИТЕЛЬНЫХ ФАБРИКАХ**

Специальность 2.8.9. – «Обогащение полезных ископаемых»

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2024

Диссертационная работа выполнена на кафедре обогащения полезных ископаемых ФГБОУ ВО «Уральский государственный горный университет».

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор **Козин Владимир Зиновьевич**, заведующий кафедрой обогащения полезных ископаемых ФГБОУ ВО «Уральский государственный горный университет» (УГГУ)

Официальные оппоненты:

Морозов Валерий Валентинович – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры общей и неорганической химии ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Мамонов Сергей Владимирович – кандидат технических наук, заведующий отделом обогащения (наука) АО «Уралмеханобр»

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Иркутский национальный исследовательский технический университет» (ИРНИТУ)

Защита диссертации состоится «28» ноября 2024 г. в 14-00 часов на заседании диссертационного совета 24.2.423.02 при ФГБОУ ВО «Уральский государственный горный университет» по адресу: 620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30, 2-й учебный корпус, ауд. 2142.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО «Уральский государственный горный университет» - <https://ursmu.ru/stupakova-ekaterina-vladimirovna>

Автореферат разослан «27» сентября 2024 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
доктор технических наук, доцент



А.Е. Пелевин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Добыча минерального сырья всегда сопровождается опробованием. На обогатительных фабриках опробование выполняется постоянно (круглосуточно) во многих точках технологического процесса. Число анализируемых проб измеряется десятками и сотнями тысяч. Каждую анализируемую пробу нужно подготовить к анализу, так как крупность и масса начальной пробы не позволяют выполнить анализ без доведения крупности и массы проб до величин, приемлемых для выполнения анализа. Такая работа выполняется по специальным методикам, включающим схемы подготовки проб. Схемы разрабатывают на основе стандартов с детализацией параметров схем применительно к свойствам минерального сырья и требований к качеству подготовки. Но эта детализация выполняется без каких-либо расчётов, так как существующие стандарты предусматривают только экспериментальную оценку погрешностей, связанных с подготовкой проб.

Развитие теории опробования связано с работами Брунтон Д., Ричардса Р. Х., Чечотта Г. О., Таггарта А. Ф., Локонова М. Ф., Кипниса Ш. Ш., Ткачёва Ю. В., Пожарицкого К. Л., Каллистова П. Л., Краснова Д. А., Альбова М. Н., Карпенко Н. В., Морозова В. В., Комлева А. С., и других.

В работах Козина В.З. представлен комплексный подход к вопросам теории опробования полезных ископаемых исходя из законов распределения вероятностей содержаний контролируемых компонентов и погрешностей опробования.

Мощный импульс теории опробования дали работы П. Жи. На основе его теории (Gy's sampling theory) разрабатываются международные стандарты по опробованию и проводятся международные конгрессы по теории опробования TOS (Theory of Sampling).

Практика опробования отражена в стандартах и инструкциях, используемых на обогатительных фабриках.

Подготовка проб связана с изменением крупности и массы пробы. Уже со времён Везина и Брунтон появилось понятие минимальной массы пробы, отражающее тот факт, что изменение массы пробы вносит в конечный результат анализа неустранимую случайную погрешность. Со временем появилось понимание, что это фундаментальное свойство процедур изменения массы пробы, а случайная погрешность, возникающая при этом, получила название фундаментальной погрешности опробования FSE (Fundamental Sampling Error). Известные формулы минимальной массы прямо или косвенно связывали массу пробы со случайными погрешностями.

Формулы появились в восьмидесятых годах XX века в эвристической и аналитической формах. В эвристической формуле фундаментальная погрешность опробования связана с крупностью частиц пробы и изменением её массы с помощью коэффициентов, назначаемых ориентировочно, корректирующих рассчитываемую погрешность в зависимости от выбранных для коррекции свойств руды.

До настоящего времени продолжают дискуссии и попытки улучшения эвристической формулы. На основе эвристической формулы созданы международные стандарты на опробование.

Аналитическая формула отличается тем, что выведена после формулировки фундаментального понятия «покусковое опробование». При покусковом опробовании сегрегация не влияет на расчёт фундаментальной погрешности опробования (ФПО).

Основное применение формула фундаментальной погрешности опробования получает при расчёте, анализе и совершенствовании операций подготовки проб в отделениях пробоподготовки, а также при подготовке стандартных образцов предприятий, обогащающих руды, и при определении погрешностей отбора анализируемых навесок, так как пробы в этих условиях можно перемешать. В связи с тем, что идеальное перемешивание производственных опробуемых массивов недостижимо, погрешность отбора проб не может быть рассчитана по формуле фундаментальной погрешности опробования. Но использование поточных анализаторов, приближающих отбор проб к покусковому, и высокочастотный отбор проб создают возможности использования формул ФПО и при отборе проб.

В связи с относительно большими случайными погрешностями опробования минеральных продуктов расчёты и выводы, связанные с опробованием, выполняют с использованием статистических методов обработки получаемых результатов. Статистические экспериментальные оценки погрешностей технологических показателей необходимы, они привычны для пользователей, однако не позволяют рассчитывать и совершенствовать технологию опробования.

Известные формулы фундаментальной погрешности опробования постоянно улучшают, пытаясь приспособить их к разнообразным условиям опробования, но если условия опробования учтены, то расчёт случайных погрешностей позволяет исключить из практики работы на обогатительных фабриках трудоёмкие и длительные эксперименты определения статистических характеристик.

Диссертационная работа, направленная на изучение особенностей применения в опробовании статистических схем определения случайных погрешностей и развитие формул расчета фундаментальной погрешности опробования для анализа и совершенствования схем подготовки проб, является **актуальной**.

Объект исследований

Операции сокращения проб перемешанных массивов минеральных продуктов и подготовки проб на обогатительных фабриках.

Предмет исследований

Особенности применения при сокращении и подготовке проб статистических методов определения случайных погрешностей и аналитических формул расчета фундаментальной погрешности опробования.

Цель работы

Разработка методики расчета случайных погрешностей операций сокращения и схем подготовки проб на основе развития формул фундаментальной погрешности опробования.

Идея работы

Использование формул фундаментальной погрешности опробования взамен статистических методов определения случайных погрешностей, развитие формул фундаментальной погрешности опробования для анализа и совершенствования операций сокращения и схем подготовки проб.

Задачи исследований:

1. Изучить достоинства и недостатки экспериментальных и аналитических методов определения случайных погрешностей сокращения проб при опробовании минерального сырья.
2. Получить аналитические решения определения параметров формул случайных погрешностей сокращения и подготовки проб.
3. Предложить методику расчета случайных погрешностей сокращения и схем подготовки пробы на основе усовершенствованных формул фундаментальной погрешности опробования.

Методы исследований

Изучение и анализ теории опробования, нормативно-технической документации, стандартов на опробование.

При выполнении работы применяли методы анализа: пробирный, атомно-абсорбционный, атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой (ICP-AES), рентгенофлуоресцентный.

Гранулометрический состав материалов определяли с помощью лазерного анализатора крупности частиц Mastersizer 3000 (Malvern), для минералогического исследования материалов использовали количественный рентгенографический анализ.

Математическую обработку результатов лабораторных исследований осуществляли с помощью пакета прикладных программ.

Научные положения, выносимые на защиту:

1. Экспериментальные методы определения случайных погрешностей опробования при рекомендуемых международными и отечественными стандартами числах параллельных определений неэффективны.

Для определения случайных погрешностей операций сокращения проб целесообразно использование аналитических формул.

2. Аналитическая формула фундаментальной погрешности опробования, учитывающая нелинейность кумулятивной характеристики гранулометрического состава пробы, узость используемого класса крупности и величину максимального размера куска, является современным развитием теории опробования (TOS).

Опорные зависимости случайной погрешности от массовой доли являются основой получения формул оценки неоднородности проб при подготовке стандартных образцов предприятия.

3. Методика расчета случайных погрешностей схем подготовки проб, основанная на аналитической формуле фундаментальной погрешности опробования, позволяет пооперационно анализировать, разрабатывать и совершенствовать схемы подготовки проб.

Обоснованность и достоверность результатов работы подтверждается положительными результатами выполненных исследований, согласованностью выводов теоретических и экспериментальных работ, использованием аттестованных методик при выполнении физико-химических методов анализа, применением современных средств измерений, а также математической обработкой результатов исследований с использованием пакетов прикладных компьютерных программ.

Научная новизна работы состоит в следующем:

- получены уточненные значения коэффициентов формулы фундаментальной погрешности опробования, учитывающие особенности опробуемого продукта;
- предложен способ расчета случайной погрешности стандартных образцов предприятия на основе опорной зависимости;
- предложена методология анализа и совершенствования схем подготовки проб на основе формулы фундаментальной погрешности опробования.

Практическая значимость работы:

1. На основе формулы расчета погрешности сокращения показана возможность анализа и совершенствования схем подготовки проб на обогатительных фабриках.

2. На основе опорных зависимостей получены формулы расчёта случайных погрешностей стандартных образцов предприятий состава руд и продуктов переработки.

Реализация результатов работы:

1. Полученные формулы фундаментальной погрешности опробования для расчета погрешности сокращения проб и анализа схем подготовки проб используются в АО «Иргиредмет» при исследованиях однородности материалов руд и продуктов переработки.

2. Методика определения параметров схемы подготовки проб на основе расчёта случайной погрешности схемы подготовки внедрена в практику работы отдела технического контроля ООО «Правоурмийское».

Апробация работы

Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на Международной конференции «Современные проблемы комплексной и глубокой переработки минерального сырья природного и техногенного происхождения» Плаксинские чтения (г. Владивосток, 2022 г.); на Международной научно-технической конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья» (г. Екатеринбург, 2019 г., 2022 г., 2023 г., 2024 г.).

Публикации

Основные положения работы опубликованы в 17 работах, в том числе в 11 работах в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК.

Личный вклад автора заключается в обосновании цели, задач исследований, а также применяемых методик, выполнении экспериментов по оценке однородности руд и продуктов их переработки, обработке полученных результатов, практической апробации результатов исследований, а также в обобщении полученных результатов и формулировании выводов.

Объем и структура работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованных источников информации из 76 наименований, 2 приложений, содержит 163 листа машинописного текста, 40 рисунков, 32 таблицы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении дано обоснование актуальности темы исследований, сформулированы задачи, цель и идея исследований, обоснованы научная новизна и практическое значение работы, приведены сведения о методах исследований, апробации работы и о публикациях автора.

В первой главе представлена общая схема опробования в виде многооперационной технологической процедуры, выполнен анализ экспериментальных методов определения случайной погрешности сокращения проб и рассмотрены подходы к получению формул фундаментальной погрешности опробования, сформулированы задачи исследования.

К операциям подготовки проб относится также операция, выполняемая непосредственно в аналитической лаборатории – это отбор навески для анализа от материала, передаваемого с участка подготовки проб в аналитическую лабораторию. Подготовка проб увеличивает случайную погрешность результата опробования, поэтому погрешность схемы подготовки проб или операций сокращения определяют, что, в свою очередь, позволяет изменять параметры схемы.

Случайная погрешность подготовки проб возникает прежде всего вследствие уменьшения числа кусков руды в сокращенной пробе. Так как эта погрешность не зависит от качества работы исполнителя, а предопределяется исключительно физической сущностью операций сокращения, такая случайная погрешность в опробовании получила название фундаментальной. Так как уменьшение массы материала происходит и при отборе пробы от опробуемого массива, и при анализе (отбор навески), т.е. возникает во всех операциях опробования, то такая погрешность получила название фундаментальной погрешности опробования.

Отобранная начальная проба, в отличие от опробуемого массива, может быть перемешана, и тогда при сокращении случайная погрешность предопределяется только неоднородностью кусков материала. Эта

неоднородность может быть оценена заранее экспериментально или аналитически, что и даёт возможность рассчитывать схемы подготовки проб.

Отбор навески – это операция сокращения пробы. Причём заключительная операция в полной схеме подготовки пробы к анализу. Для полной схемы подготовки пробы погрешности повторяемости и воспроизводимости не определялись и в инструкциях на подготовку проб не упоминаются. В значительной мере это можно объяснить уникальностью каждой схемы подготовки пробы и трудоёмкостью получения большого числа параллельных экспериментальных определений. Но, несмотря на это, в отечественных и международных стандартах экспериментальное определение случайных погрешностей подготовки проб предусмотрено.

В отличие от классического понятия случайной погрешности, как вызываемой небольшими многочисленными отклонениями при выполнении технологических операций, случайная погрешность сокращения пробы связана с уменьшением массы кускового материала и поэтому может быть рассчитана. Предложено много формул, связывающих массу пробы, её крупность и случайную погрешность.

Для практических расчётов формулы обрастали рядом эмпирически определяемых коэффициентов, требующих в каждом отдельном случае их определения.

Аналитическая формула, хотя и основана на фундаментальном кусковом распределении массовой доли, требует развития по расчёту коэффициентов, связанных с грансоставом пробы, определению коэффициента формы, крупности зёрен отдельных минералов, учёта случайных погрешностей при выполнении работ.

Экспериментальные методы определения фундаментальной погрешности опробования основаны на использовании дисперсионного анализа и при небольшом числе параллельных анализов (в пределах при использовании дубликатного опробования) дают оценку фундаментальной погрешности опробования с большой погрешностью. Получаемые значения погрешности характеризуют результат опробования целиком, и при любых изменениях параметров опробования необходимо повторять экспериментальную работу.

Анализ и совершенствование операций подготовки проб возможно на основе аналитических формул расчёта фундаментальной погрешности опробования. Но использование формул требует измерения различных величин и знания отдельных коэффициентов. Их получение требует в каждом отдельном случае дополнительных измерений или учёта условий выполнения операций. Поэтому необходимо развитие формул как с учётом различных условий опробования, так и формулировки методических условий измерений, либо получения необходимых для расчёта данных.

Во второй главе выполнен анализ эффективности экспериментальных способов определения фундаментальной погрешности опробования.

В основе экспериментальных методов определения случайных погрешностей лежит дисперсионный анализ. На рисунке 1 приведен протокол

результатов фактического экспериментального определения и расчета однородности материала стандартного образца (СО) состава руды золотосодержащей. Оценка выполнена на 20 пробах ($N = 20$), измерения массовой доли золота для каждой пробы выполнены на 4-х параллельных навесках ($n = 4$), рассчитана погрешность метода анализа и общая погрешность, а по их разности дисперсия неоднородности.

Расчет характеристики однородности руды полиметаллической золотосодержащей (ПЗР-01-10) Au, г/г										
Номер пробы N	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X _{ср,n}	(X ₁ -X _{ср,n}) ²	(X ₂ -X _{ср,n}) ²	(X ₃ -X _{ср,n}) ²	(X ₄ -X _{ср,n}) ²	(X _{ср,n} -X _{ср}) ²
1	1,63	1,64	1,62	1,70	1,648	0,000306250	0,000056250	0,000756250	0,002756250	0,000017016
2	1,68	1,60	1,62	1,65	1,638	0,001806250	0,001406250	0,000306250	0,000156250	0,000199516
3	1,65	1,66	1,68	1,67	1,665	0,000225000	0,000025000	0,000225000	0,000025000	0,000178891
4	1,69	1,72	1,69	1,58	1,670	0,000400000	0,002500000	0,000400000	0,008100000	0,000337641
5	1,69	1,67	1,66	1,65	1,668	0,000506250	0,000006250	0,000056250	0,000306250	0,000252016
6	1,62	1,66	1,67	1,66	1,653	0,001056250	0,000056250	0,000306250	0,000056250	0,000000766
7	1,73	1,70	1,60	1,63	1,665	0,004225000	0,001225000	0,004225000	0,001225000	0,000178891
8	1,64	1,62	1,67	1,68	1,653	0,000156250	0,001056250	0,000306250	0,000756250	0,000000766
9	1,64	1,62	1,61	1,64	1,628	0,000156250	0,000056250	0,000306250	0,000156250	0,000582016
10	1,66	1,62	1,64	1,68	1,650	0,000100000	0,000900000	0,000100000	0,000900000	0,000002641
11	1,71	1,62	1,64	1,65	1,655	0,003025000	0,001225000	0,000225000	0,000025000	0,000011391
12	1,75	1,61	1,62	1,64	1,655	0,009025000	0,002025000	0,001225000	0,000225000	0,000011391
13	1,61	1,77	1,60	1,77	1,688	0,006006250	0,006806250	0,007656250	0,006806250	0,001287016
14	1,70	1,65	1,68	1,61	1,660	0,001600000	0,000100000	0,000400000	0,002500000	0,000070141
15	1,74	1,60	1,63	1,60	1,643	0,009506250	0,001806250	0,000156250	0,001806250	0,000083266
16	1,67	1,69	1,68	1,65	1,673	0,000006250	0,000306250	0,000056250	0,000506250	0,000435766
17	1,63	1,69	1,64	1,65	1,653	0,000506250	0,001406250	0,000156250	0,000006250	0,000000766
18	1,69	1,63	1,66	1,63	1,653	0,001406250	0,000506250	0,000056250	0,000506250	0,000000766
19	1,58	1,62	1,61	1,65	1,615	0,001225000	0,000025000	0,000025000	0,001225000	0,001341391
20	1,64	1,58	1,60	1,60	1,605	0,001225000	0,000625000	0,000025000	0,000025000	0,002173891
				X _{ср}	1,652	0,042468750	0,022118750	0,016968750	0,028068750	0,007165937
N=	20									
J=	4									
Сумма квадратов отклонений результатов внутри проб										S _{Se} 0,1096250
Сумма квадратов отклонений между средними арифметическими по пробам										S _{Su} 0,02866375
Выборочные средние квадраты отклонений результатов внутри проб										S _{Secp} 0,0018271
Выборочные квадраты отклонений результатов между пробами										S _{Sncp} 0,0015086
Учитывая, что M ₀ /M = 1, а S _{Sncp} < S _{Secp}										S _{n(uh)} 0,0142

Рисунок 1 – Протокол результатов экспериментального определения однородности материала стандартного образца по ГОСТ 8.531-2002.

Схема дисперсионного анализа характеризуется недостатками:

1. Большая трудоёмкость, стоимость и длительность эксперимента.
2. Большая погрешность определения дисперсий и расчёт определяемых величин по разности дисперсий.
3. Дисперсионный анализ имеет собственные погрешности, зависящие от числа анализируемых проб.
4. Не предусмотрена оценка возможного влияния вероятной систематической погрешности.

Недостатки дисперсионного анализа демонстрирует сравнительная оценка определения относительных погрешностей отбора навесок для анализа 32 стандартных образцов состава руд и продуктов их переработки по ГОСТ 8.531-2002 и по расчету дисперсий по размаху R_{80} результатов анализов всех навесок. Результаты представлены в таблице 1. Прослеживается занижение погрешности при расчете по схеме дисперсионного анализа по всем стандартным образцам, получено 30 % протоколов с отрицательной дисперсией.

Дубликатный анализ является предельным минимально возможным вариантом дисперсионного анализа и предусмотрен ГОСТ 14180-80, ISO 12743:2021.

В таблице 2 представлены результаты дубликатной оценки случайной погрешности отбора и подготовки проб, выполненной на одной из действующих фабрик. По двум металлам получены отрицательные значения, по которым невозможно рассчитать погрешность опробования. Погрешности опробования для цветных и благородных металлов получены примерно одинаковые, что противоречит практике опробования.

Таблица 1 – Сравнение результатов расчета случайных погрешностей неоднородности навесок по ГОСТ 8.531-2002 и по размахам R_{80}

Номер СО	Массовая доля золота - α , г/т	Погрешность неоднородности по ГОСТ 8.531		$R_{80} = \alpha_{\max} - \alpha_{\min}$, г/т	Погрешность неоднородности по размаху R_{80}	
		S_H , г/т	P_H , %		S_H , г/т	P_H , %
1	0,28	0,0027	1,93	0,30 – 0,26	0,0100	7,14
2	1,43	0,0963	13,50	1,96 – 1,19	0,1925	26,90
3	2,92	0,1186	8,12	4,05 – 2,52	0,3825	26,20
4	7,79	0,2560	6,57	9,10 – 6,60	0,6250	16,04
5	6,43	0,2882	8,96	8,20 – 5,20	0,7500	23,30
6	21,75	0,0879	10,04	2,44 – 1,42	0,2550	29,20
7	0,68	0,0793	23,32	1,31 – 0,48	0,2075	61,00
8	2,68	0,0556	4,15	3,82 – 2,10	0,4300	32,10
9	0,26	0,0065	4,97	0,31 – 0,24	0,0175	13,30
10	4,27	0,0861	4,03	4,70 – 3,66	0,2600	12,20
11	31,81	0,3081	1,94	32,60 – 31,10	0,3750	2,36
12	1,51	0,0428	5,66	1,64 – 1,27	0,0925	12,20
13	0,18	0,0114	12,30	0,24 – 0,14	0,0250	27,00
14	1,04	0,0689	13,20	1,46 – 0,81	0,1625	31,10
15	2,48	0,0317	2,55	3,09 – 2,08	0,2525	20,30
16	1,65	0,0142	1,72	1,77 – 1,58	0,0475	5,70
17	0,35	0,0026	1,47	0,37 – 0,33	0,0100	5,70
18	11,00	0,1135	2,06	11,80 – 10,40	0,3500	6,40
19	117,30	2,1237	3,60	124,00 – 98,10	6,475	11,00
20	0,77	0,0090	2,32	0,88 – 0,69	0,0475	12,30
21	2,40	0,0327	2,73	2,57 – 2,21	0,0900	7,50
22	3,37	0,1659	9,83	3,84 – 3,04	0,2000	11,85
23	40,60	0,5147	2,53	43,50 – 37,90	1,4000	6,90
24	1,11	0,0195	3,52	1,23 – 1,00	0,0575	10,38
25	3,37	0,0829	4,92	3,90 – 3,04	0,2150	12,76
26	4,00	0,0517	2,58	4,28 – 3,60	0,1700	8,50
27	45,84	0,7823	3,40	49,40 – 40,90	2,1250	9,30
28	1,61	0,0144	1,79	1,68 – 1,51	0,0425	5,28
29	39,71	0,3512	1,77	41,48 – 38,40	0,7700	3,90
30	0,09	0,0061	13,00	0,11 – 0,08	0,0062	13,30
31	7,47	0,0919	2,46	7,83 – 6,97	0,2150	5,76
32	2,32	0,0296	2,55	2,60 – 2,11	0,1225	10,56

Таблица 2 - Результаты оценки погрешности опробования медно-никелевой руды по схеме дубликатного анализа (ГОСТ 14180-80)

Элемент	Средняя массовая доля - $\bar{\alpha}$	Погрешность опробования (отбора и подготовки проб)	
		Абсолютная %, г/т	Относительная, %
Ni	1,8 %	0,02 %	0,9
Cu	4,8 %	0,04 %	1,2
Co	0,1 %	0,001 %	1,0
S	20,0 %	0,1 %	0,5
Pt	6,9 г/т	отрицательное значение	
Pd	6,7 г/т	0,02 г/т	0,3
Rh	0,4 г/т	0,002 г/т	0,5
Ru	0,12 г/т	0,002 г/т	1,7
Ir	0,04 г/т	0,0005 г/т	1,2
Au	0,21 г/т	0,01 г/т	4,7
Ag	5,0 г/т	отрицательное значение	

На рисунке 2 показано занижение результатов дубликатного опробования.

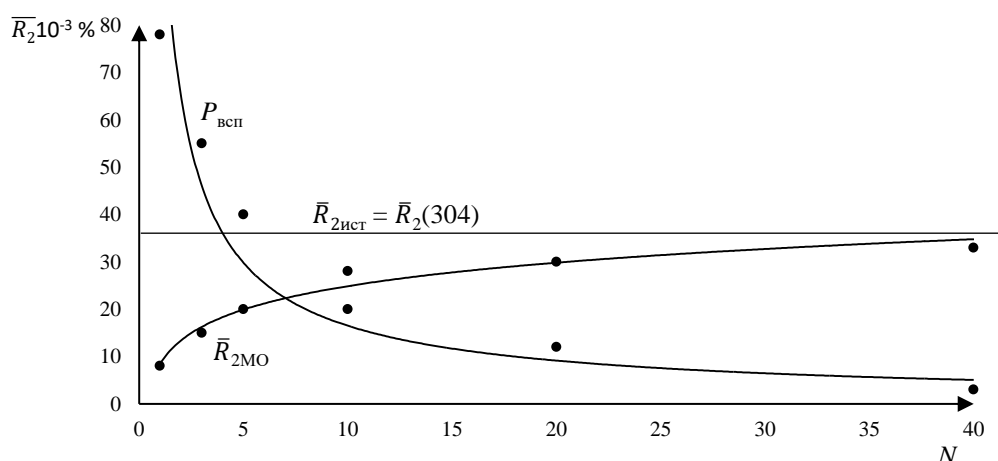


Рисунок 2 – Величина моды распределения - \bar{R}_{2MO} и относительная вероятная систематическая погрешность определения среднего размаха - $P_{всп}$ как функции N .

Дубликатное опробование, выполняемое с целью определения погрешности сокращения проб при принятых в стандартах числах дубликатных определений – $N = 10$, позволяет получить оценку погрешности сокращения с высокой долей неопределённости, а также с вероятным систематическим занижением 20 %. Таким образом, для получения приемлемого результата число дубликатных определений должно составлять несколько сотен.

Непосредственная проверка качества экспериментальных определений возможна при наличии опорных (истинных) значений. Опорные значения – установленные при аттестации методик анализа границы случайных погрешностей. Обобщение опорных значений, полученных во многих лабораториях, в виде функций от массовой доли приводит к введению понятия «опорная зависимость».

Опорная зависимость – это установленная связь предела случайной погрешности и массовой доли компонента.

Опорная зависимость представлена на рисунке 3.

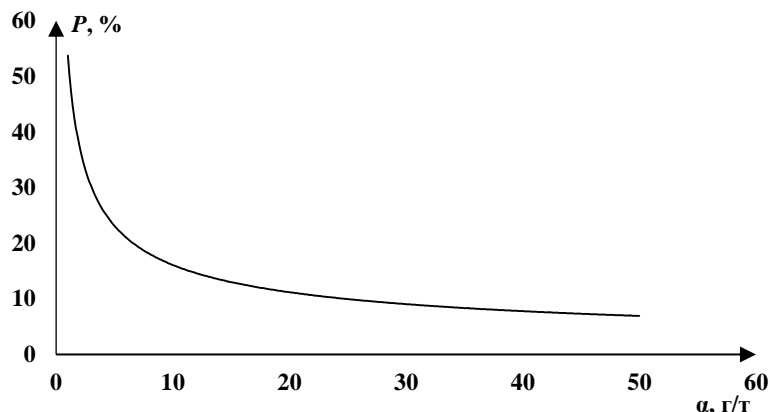


Рисунок 3 – Опорная зависимость относительной погрешности анализа от массовой доли золота.

Опорные зависимости позволяют показать недостатки дисперсионного анализа, и в тоже время определить погрешность неоднородности навески, т.е. фундаментальную погрешность опробования, а сами опорные зависимости считать отражающими именно ФПО. Сопоставление погрешностей, оцениваемых по опорным зависимостям, и полученных по дисперсионному анализу показало существенное (в несколько раз) занижение последних. Это практически исключает определение погрешности сокращения по схеме дисперсионного анализа при $N = 20$.

Экспериментально полученные оценки относительных случайных погрешностей отбора навесок - P_n наглядно представлены на рисунке 4 в функции массовой доли золота - α .

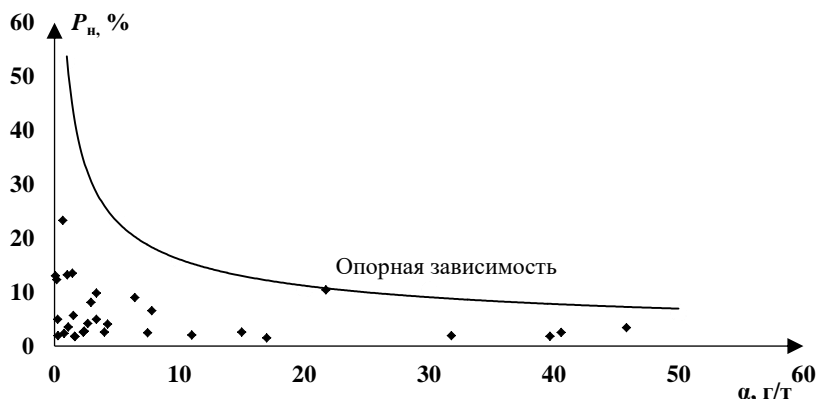


Рисунок 4 - Экспериментально полученные относительные случайные погрешности отбора навесок ($N \cdot n = 80$, N – количество проб, n - количество параллельных навесок) и опорная зависимость

Как видно из рисунка 4, полученные экспериментальные значения относительной случайной погрешности отбора навесок рассеяны во всём диапазоне от 0 до опорной зависимости. Это значит, что при выполнении

экспериментов по схеме дисперсионного анализа можно получить любой результат в диапазоне доверительного интервала для случайных погрешностей. С использованием опорных зависимостей показано, что 80 определений, рекомендуемых стандартом, не позволяют получить оценку случайной погрешности сокращения на уровне доверительных интервалов.

Экспериментальные способы определения случайных погрешностей операций сокращения при практически назначаемых количествах параллельных опытов неэффективны. Они приводят к занижению результата до 20 %, а также к получению отрицательной дисперсии при расчете случайной погрешности сокращения по разности дисперсий.

В третьей главе рассмотрены возможности расчётных способов определения случайных погрешностей опробования. Сравнительный анализ формулы фундаментальной погрешности опробования показал различие эвристического и аналитического подхода к её получению.

Эвристическая формула FSE получена из логических соображений путем наращивания коэффициентов к основе, в которую входят крупность опробуемого массива и массы проб и имеет вид:

$$S_{\alpha}^2 = Rfgcld^3 \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right),$$

где R – коэффициент, учитывающий сегрегацию; f – коэффициент формы; g – коэффициент, зависящий от гранулометрического состава; c – минералогический фактор; l – коэффициент высвобождения; d – максимальная крупность опробуемого массива; $q_{\text{нач}}$ – начальная масса при отборе пробы; $q_{\text{кон}}$ – конечная масса после отбора пробы.

Показано, что в эвристической формуле коэффициенты и степени раскрытия зёрен принимаются ориентировочно, нелинейность характеристик гранулометрического состава не учитывается, минералогический фактор не определён. Это приводит к тому, что с момента получения эвристической формулы вводятся различные дополнения её структуры, т.е. вводятся новые коэффициенты и уточняются старые.

Аналитическая формула ФПО получена с использованием фундаментального понятия «покусковое опробование» и формулы покусковой дисперсии $S_{\kappa}^2 = \frac{\rho_{\text{м}}}{\rho_{\text{п}}} \alpha (\beta_{\text{м}} - \alpha)$:

$$S_{\alpha}^2 = K_{\text{и}} k_{\text{д}} f \rho S_{\kappa}^2 d^3 \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right),$$

где $K_{\text{и}}$ – коэффициент качества работы исполнителя при подготовке проб; $k_{\text{д}}$ – коэффициент, зависящий от гранулометрического состава; f – коэффициент формы; ρ – плотность материала пробы; d – максимальный размер кусков опробуемого массива; $q_{\text{нач}}$ – начальная масса при отборе пробы; $q_{\text{кон}}$ – конечная масса после отбора пробы; $\rho_{\text{м}}$ – плотность минерала, содержащего определяемый элемент; $\rho_{\text{п}}$ – плотность породы; α – массовая доля определяемого элемента в материале пробы; $\beta_{\text{м}}$ – массовая доля определяемого элемента в минерале.

Эвристическая и аналитическая формулы структурно близки и показывают зависимость погрешности опробования от массы пробы, крупности и свойств частиц опробуемого материала.

Общие недостатки эвристической и аналитической формул следующие:

1. Гранулометрический состав определяется только размером и формой частиц. Для расчёта величины случайной погрешности необходимо учесть:

- нелинейность характеристики гранулометрического состава;
- ограниченность классов крупности материала пробы;
- реальную форму частиц.

2. Неоднозначно понятие крупности – d . При опробовании продуктов с малыми массовыми долями, крупность $d_{max} = d_{95}$ неприемлема, так как редкие частицы полезного минерала, оказываясь, в основном, в надрешётном продукте и заметно отличаясь по размеру от d_{95} искажают результат анализа.

3. Различны толкования учёта в формуле минералогического состава и описания раскрытия минеральных зёрен.

4. Условие использования формул фундаментальной погрешности связано с требованием идеального перемешивания пробы, что в реальных условиях не выполнимо.

В представленной работе выполнено развитие аналитической формулы ФПО:

1. Учтена нелинейность кумулятивной характеристики гранулометрического состава в виде коэффициента k_{50} , где k_{50} является функцией отношения $C = d_{50}/d_{max}$:

$$k_{50} = [1 + C + C^2 + C^3(1 + \frac{f_{50}}{f_{max}})].$$

2. Учтена ограниченность классов крупности (проба может быть представлена материалом из которого отсеян какой-либо класс) в виде коэффициента k_d , учитывающего свойства гранулометрического состава, который находят, умножая найденный коэффициент $g = d_{min}/d_{max}$ на коэффициент k_{50} , $k_d = gk_{50}$.

3. Определен коэффициент формы в диапазоне от 0,32 до 0,40 для руд, в диапазоне 0,16-0,20 для ковких зерен, в частности для золотосодержащих руд.

4. Минералогический состав пробы и раскрытия зерен минерала учтены в аналитической формуле через покусковую дисперсию, в формулу которой входит размер зерна и величина b , зависящая от текстуры руды.

В рамках развития аналитической формулы проведены экспериментальные работы по установлению значений коэффициента качества перемешивания материала пробы – $K_{и}$, который в стандарте ISO 12743:2021 принят как коэффициент сегрегации и равен 2. $K_{и}$ найден экспериментально с использованием маркеров, вводимых в сокращаемую пробу в качестве определяемых компонентов. Использование маркеров (цветные бусины, магнетит) при проведении экспериментальной оценки коэффициента на пробе дробленого кварца позволило не учитывать погрешность методики анализа и определить значение коэффициента равное 1,3 и 2,0. Сопоставлением допустимых погрешностей воспроизводимости и повторяемости в стандартах на анализ

медных и золотосодержащих продуктов показано, что для учета качества работы различных исполнителей поправочный коэффициент может достигать до 3,0.

Граничное значение крупности материала навесок для случая, если в пробе присутствуют ковкие зерна, предложено учитывать крупностью d_{99} , таким образом формула расчета погрешности может быть представлена в виде:

1. для однородных по физическим свойствам зерен навесок:

$$S_H^2 = \frac{K_i k_a f \alpha \beta_M \rho_M d_{95}^3}{q_H},$$

2. для неоднородных по физическим свойствам зерен навесок (в частности золота):

$$S_H^2 = \frac{K_i k_a f \alpha \beta_M \rho_M d_{99}^3}{q_H}.$$

Для стандартных образцов (СО) выполнен расчет по формуле для неоднородных по физическим свойствам зерен, результаты погрешности неоднородности представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты расчета случайной погрешности СО по формуле для неоднородных по физическим свойствам зерен

Номер СО	Массовая доля золота - α , г/г	d_{99} , мм	S_H , г/г	P_H , %
1	0,85	0,105	0,246	58,0
2	12,70	0,079	0,621	9,8
3	0,55	0,130	0,27	99,5
4	1,64	0,106	0,348	42,4
5	6,20	0,088	0,511	16,5

Полученные результаты относительной погрешности неоднородности, рассчитанные по аналитической формуле, близки к опорной зависимости (рисунок 5).

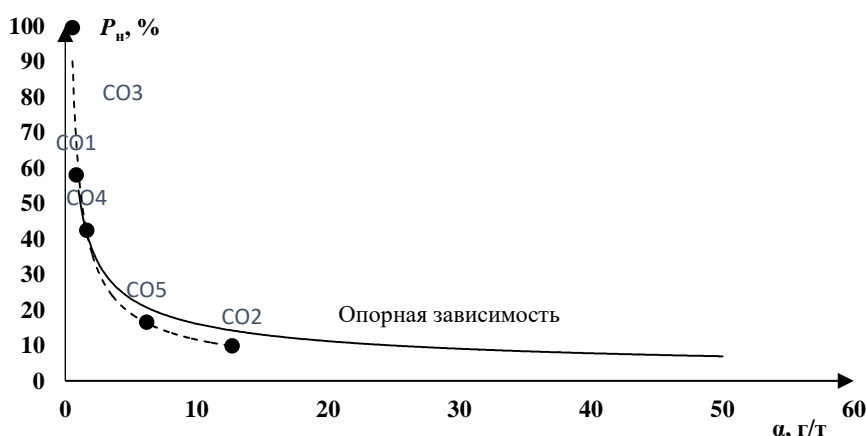


Рисунок 5 - Сопоставление расчётных значений относительной погрешности неоднородности - P_H с опорной зависимостью.

Различие формул фундаментальной погрешности опробования представлено в таблице 4. Расчеты показателей в аналитической формуле являются обоснованными и могут быть экспериментально определены при практическом применении формулы.

Таким образом, получена усовершенствованная формула фундаментальной погрешности опробования, которая позволяет рассчитывать случайные погрешности опробования в виде границ доверительных интервалов.

Таблица 4 - Различие формул фундаментальной погрешности опробования

Наименование показателя	Эвристическая формула	Аналитическая формула	Отличие аналитической формулы от эвристической
нелинейность кумулятивной характеристики гранулометрического состава	не учитывает	$k_{50} \leq 2$	рассчитывают по экспериментальной кривой
ограниченность классов крупности	$g = 1; 1,3; 2; 4$	$k_d = g \cdot k_{50}$	g определяют по отношению d_{\min} / d_{\max}
коэффициент формы	$f = 0,5$	$f = 0,33; f = 0,17$	найден экспериментально для руд и ковких минералов
максимальная крупность	d_{95}	$d_{95} - d_{99}$	гибкий выбор d_{\max} по кривой грансостава
минералогический фактор	$c = \frac{(1 - \alpha_m)[(1 - \alpha)\rho_{\Pi} + \alpha_m \rho_m]}{\alpha_m}$	$S_{\text{кр}}^2 = \frac{\rho_m}{\rho_{\Pi}} \alpha (\beta_m - \alpha) \left(\frac{d_3}{d}\right)^{3-b}$	покусковая дисперсия получена аналитически
фактор раскрытия	$\left(\frac{d_1}{d}\right)^{0,5}$ d_1 (эксперимент)	$\left(\frac{d_3}{d}\right)^{3-b}$ d_3 и b	учитывает крупность зёрен минерала и текстуру руды
качество перемешивания	$R = 2,0$	$K_{\Pi} = 1,3-2,0$	определено экспериментально

В четвертой главе представлены результаты использования расчетной формулы фундаментальной погрешности опробования в практике работы обогатительных фабрик.

Методология расчёта и совершенствования схем подготовки проб рассмотрена в работе на схеме подготовки пробы медной руды, рисунок 6.

Показано, что расчет и анализ схем с использованием формул на основе покусковых коэффициентов вариации позволяет принимать обоснованные решения по совершенствованию схем подготовки проб.

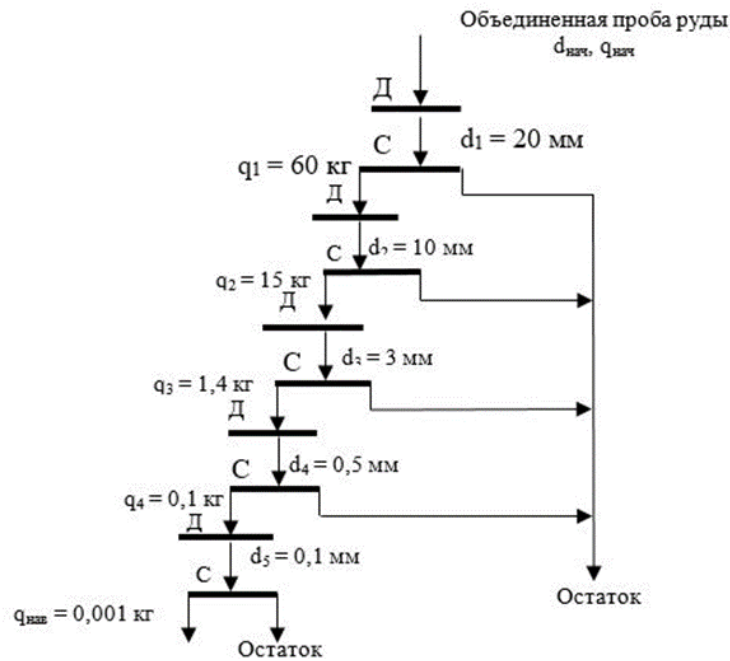


Рисунок 6 - Схема подготовки пробы медной руды, Д – операция дробления или измельчения, С – операция сокращения пробы.

Предложенная в диссертационной работе методика определения параметров схем подготовки проб состоит в следующем:

1. Составляется схема подготовки пробы с учетом возможностей оборудования;
2. Рассчитывается погрешность схемы подготовки пробы – $P_{сх}$ по формулам:

Так как в общем случае начальная крупность пробы может быть больше крупности зерна - d_3 , то в формуле погрешности будут две группы слагаемых:

$$P_{сх}^2 = \sum_{j=1}^t P_{кспj}^2 + \sum_{j=t+1}^l P_{kj}^2 ;$$

$$P_{сх}^2 = K_c \cdot \left[\sum_{j=1}^t \frac{d_j^b}{q_j} + \sum_{j=t+1}^l \frac{d_j^3}{q_j \cdot d_3^{3-b}} \right] ;$$

$$K_c = \frac{K_{и} k_{df} \rho_M \beta_M d_3^{3-b} \cdot 10^4 \cdot 10^{-9}}{\alpha},$$

где в величину коэффициента схемы - K_c включены все постоянные величины для рассматриваемой схемы подготовки пробы.

3. Выбирая параметры схемы (число стадий, крупности и массы пробы) в технологически допустимых пределах находят сочетание параметров, обеспечивающих наименьшую погрешность.

Практическое применение методологии рассмотрено на схемах подготовки оловянной руды крупностью 80 мм (рисунок 7) и 10 мм. Изменения в схемы внесены, не выходя за пределы возможностей имеющегося оборудования, позволили сократить погрешность схем в 1,5-2 раза. Оптимизированные схемы приняты в практику работы отдела технического контроля ООО «Правоурмийское».

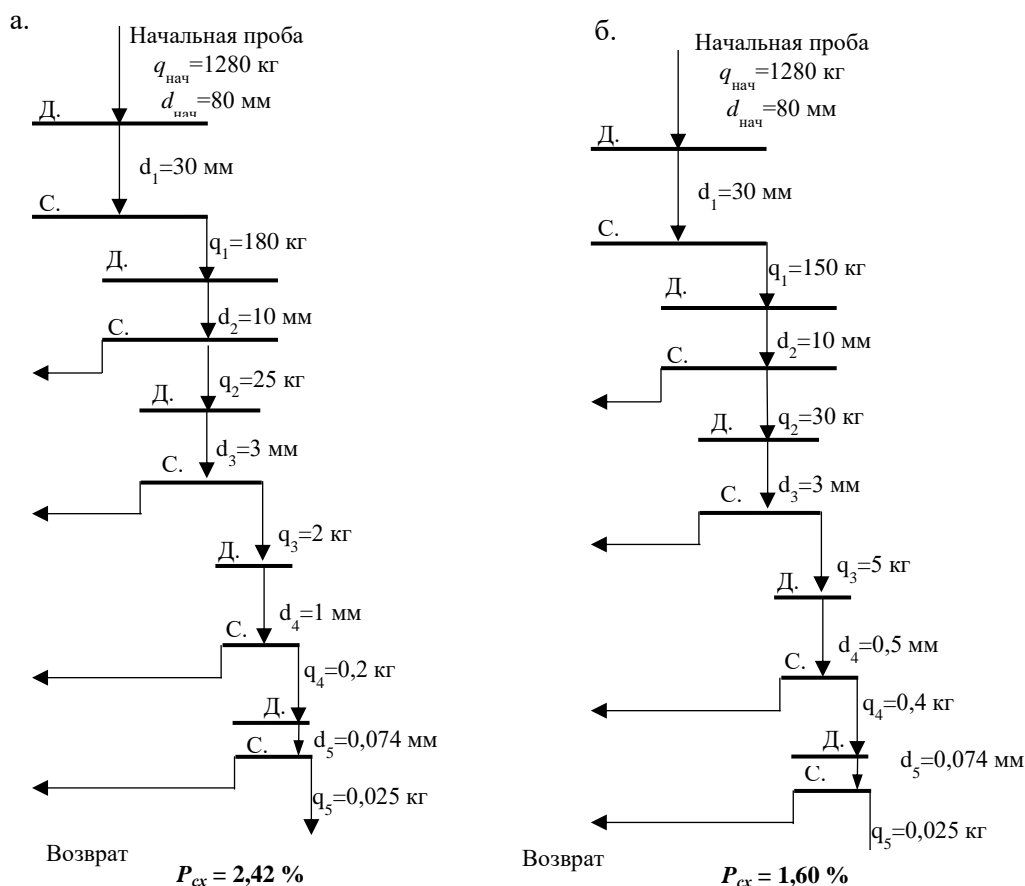


Рисунок 7 - Запроектированная – (а) и оптимизированная – (б) схема подготовки пробы крупностью 80 мм, Д – операция дробления или измельчения, С – операция сокращения пробы.

Расчет схем подготовки проб сводится не только к уменьшению величины случайной погрешности схемы. Так, например, для никелевой руды введена дополнительная операция измельчения, что позволило снизить погрешность схемы с 1,66 % до 1,24 %; для золотосодержащей руды уменьшение массы измельчаемой пробы незначительно увеличило погрешность схемы, но существенно снизило трудоемкость подготовки пробы.

Получена формула относительной случайной погрешности схемы подготовки проб, позволяющая на основе измеренных характеристик руды найти погрешность запланированной схемы, после чего изменить крупности и массы пробы по стадиям, получив усовершенствованный вариант схемы подготовки пробы. При этом может быть существенно снижена случайная погрешность схемы, либо снижена трудоёмкость её выполнения с допустимым повышением случайной погрешности.

Формула относительной случайной погрешности технологии опробования, полученная на основе формулы фундаментальной погрешности опробования позволяет рассчитать погрешность технологии опробования в целом и сопоставлять влияние отдельных операций опробования с целью минимизации погрешности.

Определение фундаментальной погрешности опробования отдельной операции подготовки проб – сокращения, эффективно выполнять с помощью

аналитической формулы ФПО с определёнными для конкретных условий коэффициентами, а также подобранным значением крупности d_{\max} . Для золотых руд $d_{\max}=d_{99}$.

Практическое применение формулы фундаментальной погрешности опробования рассмотрено при проведении работ по оценке однородности материала стандартных образцов предприятия.

На основе опорной зависимости получены *формулы*, позволяющие рассчитывать погрешности однородности для стандартных образцов предприятия:

$$P_H = \frac{2S_H}{\alpha} \cdot 100 = 2 \cdot 100 \cdot \sqrt{K_{\text{и}} k_{df} \rho_M \beta_M} \cdot \sqrt{\frac{d_{\max}^3}{\alpha \cdot q_H}} = K_0 \sqrt{\frac{d_{\max}^3}{\alpha \cdot q_H}}.$$

Расчёт случайной погрешности отбора навесок для анализа по формуле, полученной на основе опорной зависимости, даёт границы случайных погрешностей, соответствующие погрешностям пробирного анализа, и позволяет сократить затраты на разработку стандартных образцов.

Полученные результаты позволяют сделать вывод о том, что аналитическая формула ФПО описывает технологию подготовки проб, учитывающую массы и крупности проб по каждой стадии подготовки, а также с выделением слагаемых для сростков и раскрытых продуктов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленная диссертация является научно-квалификационной работой, в которой на основании теоретических и экспериментальных исследований изложены новые обоснованные решения по анализу и совершенствованию схем подготовки проб, имеющие существенное значение в опробовании минерального сырья.

Основные научные и практические результаты диссертационной работы заключаются в следующем:

1. Экспериментальные способы определения случайных погрешностей сокращения при практически назначаемых количествах параллельных опытов неэффективны. Они приводят к занижению результата до 20 %, а также к получению отрицательной дисперсии при расчёте случайной погрешности сокращения по разности дисперсии анализа и дисперсии метода выполнения измерений.

Введено понятие опорных зависимостей, представляющих собою границы абсолютных величин случайных погрешностей в функции массовой доли, включаемые в методики определения массовых долей минеральных продуктов. Эти границы установлены аттестованными лабораториями и позволяют оценивать качество получаемых экспериментально результатов.

2. Аналитическая формула фундаментальной погрешности опробования развивает теорию опробования и позволяет рассчитывать случайные погрешности опробования в виде границ доверительных интервалов. Отдельные составляющие формул следует принимать на основе знаний характеристик гранулометрического состава: нелинейность кумулятивной характеристики гранулометрического состава пробы, узость класса крупности, назначаемая величина d_{\max} . Коэффициент

формы следует принимать в диапазоне 0,32-0,40 для большинства руд и 0,16-0,20 для руд с ковкими зёрнами. Необходимо учитывать раскрытие зёрен по структуре минеральных агрегатов. Качество перемешивания оценивается коэффициентами в диапазоне 1,3-2,0.

3. Разработана методика расчета случайных погрешностей и совершенствования схем подготовки проб. На примерах медной, оловянной, никелевой и золотосодержащей руды показано, что достигается снижение погрешности схемы подготовки пробы в 1,5-2 раза, возможно введение дополнительных операций подготовки проб и обоснованное изменение измельчаемых масс.

Получены формулы расчета случайных погрешностей стандартных образцов предприятий. Расчет погрешности однородности материала стандартных образцов является экономически целесообразным в связи с исключением затрат на анализ большого количества проб. Сокращение затрат при аттестации 40 типов стандартных образцов составляет 9,6 млн.руб.

Основные положения диссертации опубликованы в следующих издания

Публикации в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК:

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

2. Козин, В. З. Оценка однородности навесок и погрешности метода выполнения измерений при анализе руд и продуктов обогащения / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2019. № 3. С. 72 – 80.

3. Козин, В. З. Об использовании дубликатного опробования для оценки случайных погрешностей / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Обогащение руд. 2019. № 6. С. 36 – 41.

4. **Ступакова, Е.В.** Определение погрешностей стандартных образцов состава золотосодержащих руд / **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2019. № 6. С. 81 – 89.

5. **Ступакова, Е.В.** Воспроизводимость и повторяемость результатов измерений и их использование в расчетах погрешностей и анализа подготовки проб руды и продуктов обогащения / **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2019. № 8. С. 81 – 87.

6. Козин, В. З. Анализ схем подготовки проб минерального сырья / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2020. № 1. С. 68 – 77.

7. Козин, В. З. Анализ схем подготовки проб на основе покусковых коэффициентов вариации массовых долей компонентов / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Обогащение руд. 2021. № 1. С. 15 – 19.

8. **Ступакова, Е. В.** Экспериментальная проверка формулы случайной погрешности сокращения проб / **Е. В. Ступакова**, А. С. Комлев // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2021. № 4. С. 37 – 44.

9. Козин, В. З. Определение относительных случайных погрешностей опробования продуктов обогащения / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Обогащение руд. 2022. № 3. С. 28 – 34.

10. Козин, В. З. Поправочный коэффициент к формуле погрешности сокращения проб / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2023. № 1. С. 66 – 77.

11. **Ступакова, Е.В.** Расчет и оптимизация схем подготовки проб / **Е. В. Ступакова** // Известия высших учебных заведений. Горный журнал. 2023. № 6. С. 60 – 67.

Публикации в прочих научных изданиях:

12. Козин, В. З. Распределение массовой доли ценного компонента в точечных пробах / В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Современные проблемы комплексной и глубокой переработки минерального сырья природного и техногенного происхождения (Плаксинские чтения – 2022): Материалы международной конференции. 2022. С. 184 – 187.

13. **Ступакова, Е.В.** Сравнительный анализ коэффициентов формул расчета фундаментальной погрешности опробования/ **Е.В. Ступакова** // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XXVIII Международной научно-технической конференции. 2023. С. 93 – 97.

14. **Ступакова, Е.В.** Сопоставление полной и сокращенной фундаментальной формулы расчета случайных погрешностей подготовки проб/ **Е.В. Ступакова** // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XXVII Международной научно-технической конференции. 2022. С. 57 – 60.

15. Козин, В. З. Теоретические основы и оборудование комбинированного высокочастотного способа отбора и подготовки проб на обогатительных фабриках/ В. З. Козин, А. С. Комлев, **Е. В. Ступакова** // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XXVII Международной научно-технической конференции. 2022. С. 50 – 57.

16. **Ступакова, Е.В.** Методические особенности определения погрешностей стандартных образцов состава руд и продуктов обогащения/ **Е. В. Ступакова** // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XXIV Международной научно-технической конференции. 2019. С. 199 – 203.

17. **Ступакова, Е.В.** Методология расчета и совершенствования схем подготовки проб. / **Е. В. Ступакова** // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XXIX Международной научно-технической конференции. 2024. С. 102 – 106.

Подписано в печать 18.09.2024. Формат 60x84 1/16
Печ. л. 1,0. Тираж 100 экз. Заказ № 44
Копировальный центр «Университетский» 620144, г. Екатеринбург,
Университетский пер., д. 3, тел. 8-343-257-90-50