Анализ схем подготовки проб минерального сырья

Козин В. З.¹, Комлев А. С.^{1*}, Ступакова Е. В.²

¹ Уральский государственный горный университет, г. Екатеринбург, Россия

² Иркутский научно-исследовательский институт благородных и редких металлов и алмазов,
г. Иркутск, Россия

*e-mail: tails2002@inbox.ru

Реферат

Введение. Схемы подготовки проб многостадийны. Сокращение проб в процессе пробоподготовки вносит дополнительную погрешность в результат опробования, поэтому следует рассчитывать погрешность схемы подготовки проб с последующим выбором ее рациональных параметров.

Методология исследования основана на расчете по формуле случайной погрешности сокращения проб.

Расчет погрешности схемы подготовки проб. Выполнен расчет схемы, рекомендуемой ГОСТ 14180-80. Показано парадоксальное увеличение погрешности подготовки пробы с повышением однородности руды.

Определение масс проб по стадиям подготовки. В стандартах и методиках на опробование руд и концентратов цветных металлов для составления схем подготовки проб рекомендуется находить коэффициент в формуле минимальной массы в зависимости от коэффициента вариации массовой доли в опробуемом продукте. Подготовка проб выполняется в лабораторных условиях, и масса пробы не может зависеть от этого коэффициента вариации. Неоднородность пробы в лаборатории зависит только от неоднородности отдельных кусков пробы. Неоднородность пробы в лаборатории пробоподготовки описывается покусковой дисперсией, а коэффициент является функцией этой дисперсии, допустимой погрешности сокращения пробы и размеров вкраплений зерен минерала, содержащего определяемый компонент. Для каждой фабрики может быть найден свой коэффициент и рассчитаны массы проб по стадиям подготовки.

Анализ схем подготовки проб. Приведена формула погрешности схемы подготовки проб. Расчет и анализ типовой схемы подготовки пробы по ГОСТ 14180-80 показал, что в третьей стадии дробления пробу целесообразно дробить не до 3, а до 2 мм, а рекомендованная крупность пробы последней стадии 0,08 мм почти не улучшает результат подготовки, поэтому можно использовать прежнюю рекомендацию 0,1 мм.

Ключевые слова: подготовка проб; крупность проб; масса проб; размер вкраплений; погрешность подготовки.

Введение. Схемы подготовки проб являются обязательной составной частью методик подготовки проб и приводятся в стандартах на опробование руд и концентратов.

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 $q_{нав} \ll q_{нач}$; $d_{нав} \ll d_{нач}$, 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».

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. Для того чтобы получить результат, соответствующий объединенной пробе, анализатор 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: $q_{\text{нач}} = q_{\text{нав}}$; $d_{\text{нач}} = d_{\text{нав}}$.

Рис. 1. Возможная – а и реальная – б схемы подготовки проб
Fig. 1. Possible – а and actual – б schemes of sample preparation

Для этого необходимо, чтобы в пробу отбирались кусочки крупностью $d_{\text{нав}}$, а их очень большое число составило бы за контрольный период массу $q_{\text{нав}}$.

Однако основным решением на фабриках остается отбор проб сравнительно большой крупности и массы, нуждающихся в подготовке. Основными операциями подготовки проб являются операции дробления (измельчения, истирания) и сокращения, т. е. уменьшения массы.

Вообще говоря, пробу можно в одну операцию раздробить до $d_{\text{нав}}$ и сократить за одну операцию до $q_{\text{нав}}$. Тогда схема подготовки любой пробы выглядела бы так, как показано на рис. 1, а.

Однако 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. 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 и сокращения пробы (ГОСТ 14180-80. Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги. Введ. 1980-07-01. М.: Госстандарт СССР. 27 с.).

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 ($l_i > 1$), 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.

Основой для составления схем подготовки руд цветных металлов и концентратов является ГОСТ 14180-80.

В 1990 г. стандарт на опробование руд и концентратов цветных металлов ГОСТ 14180-80 был переиздан с изменением в схеме подготовки, а именно доизмельчение в окончательной стадии подготовки пробы предложено доводить до крупности 0,08 мм вместо прежней 0,1 мм. Казалось бы, небольшое изменение, но возникли вопросы. Почему 0,08, а не 0,06 или 0,04 мм? Почему такие массы в схеме после сокращения, какие указаны в табл. 4 стандарта, почему крупности по стадиям 20; 10; 3; 0,5 мм? Все эти величины могли быть тоже изменены. Но почему нужно что-то менять?

Подготовка проб к анализу увеличивает погрешность результата опробования, поэтому погрешность подготовки проб определяют при необходимости выбора параметров схемы (крупностей и масс пробы по стадиям). Преобладает экспериментальный подход, основанный на дубликатном опробовании, который трудновыполним, а получаемые результаты приблизительны [1, 2]. Подходы, основанные на стандартных образцах при оценке погрешностей анализа [3–6], не могут быть реализованы при подготовке проб. Расчетный вариант оценок случайных погрешностей позволяет выполнять расчеты и анализ схем подготовки проб.

Методология исследования. Случайные погрешности, возникающие при подготовке проб, можно рассчитать, так как они связаны с изменением массы пробы [7].

Любая операция сокращения вносит в результат случайную погрешность:

$$S_c^2 = \frac{1}{4} f \rho S_k^2 (d_{\max})^3 \left(\frac{1}{q_{\text{кон}}} - \frac{1}{q_{\text{нач}}} \right),$$

где $q_{\text{нач}}$ и $q_{\text{кон}}$ – начальная и конечная массы при сокращении пробы, кг; f – коэффициент формы кусков, составляющих пробу, $f = 0,4$; ρ – плотность пробы, кг/м³; $d_{\max}$ – крупность пробы, м; S_k^2 – покусковая дисперсия, %² или (г/т)².

Для руд цветных и благородных металлов

$$S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_n} \alpha \beta_m \text{ для } d_{\max} \leq d_{\text{зmax}};$$

$$S_k^2 = \frac{\rho_m}{\rho_n} \alpha \beta_m \left(\frac{d_{\text{зmax}}}{d_{\max}} \right)^{3-b} \text{ для } d_{\max} > d_{\text{зmax}},$$

где α – массовая доля определяемого элемента в пробе, % или г/т; β_m – массовая доля определяемого элемента в минерале, содержащем определяемый элемент, % и г/т; ρ_m – плотность минерала, кг/м³; ρ_n – плотность породы, кг/м³ (принимается $\rho_n = \rho$); $d_{\text{зmax}}$ – размер зерен минерала, содержащего определяемый компонент, м; b – показатель, характеризующий вкрапленность зерен минерала в породе; для руд цветных металлов $b = 1,5-2$.

Так как обычно чередуют операции сокращения и дробления (измельчения, истирания), то погрешность подготовки пробы:

$$S_{\text{под}}^2 = \sum_{j=1}^k S_{cj}^2,$$

где k – число стадий, на которых выполняется сокращение.

Эта формула получена при условии тщательного перемешивания сокращаемой пробы.

Так как возможны случайные погрешности, связанные с качеством выполнения операций, зависящие от исполнителя, то следует ввести коэффициент качества подготовки $K_n = 2$.

Тогда итоговая формула случайной погрешности подготовки пробы будет следующей:

$$S_{\text{под}}^2 = K_n \sum_{j=1}^k \frac{1}{4} f \rho S_{kj}^2 (d_{\max j})^3 \left(\frac{1}{q_{\text{кон}j}} - \frac{1}{q_{\text{нач}j}} \right).$$

Расчет погрешности схемы подготовки проб. Рассчитаем погрешности схемы подготовки пробы, представленной в ГОСТ 14180-80, для чего схему подготовки следует представить в форме, удобной для расчета (рис. 2). На расчетной схеме указаны только операции дробления (Д) и сокращения (С).

Крупность продуктов сокращения соответствует указанной в стандарте, а массы соответствуют указанным в табл. 4 стандарта ГОСТ 14180-80 для среднеоднородной руды.

Расчет выполним для медной руды, приняв $K_n = 2$; $f = 0,4$; $\rho_m = 4100$ кг/м³; $\rho_n = \rho = 3000$ кг/м³; $b = 1,5$; $d_{\text{зmax}} = 1$ мм; $\beta_m = 34,6$ %.

Покусковые дисперсии

$$S_k^2(0) = S_k^2(d < 1 \text{ мм}) = \frac{4100}{3000} \alpha \cdot 34,6 = 47,3\alpha;$$

$$S_k^2(d = 3 \text{ мм}) = \frac{4100}{3000} \alpha \cdot 34,6 \left(\frac{1}{3} \right)^{1,5} = 9,1\alpha.$$

Аналогично $S_k^2(d = 10 \text{ мм}) = 1,5\alpha$ и $S_k^2(d = 20 \text{ мм}) = 0,53\alpha$.

Тогда

$$\begin{aligned}
 S_{\text{под}}^2 &= K_{\text{и}} \frac{1}{4} f_p \sum_{j=1}^4 S_{kj}^2 d_{\text{max}j}^3 \left(\frac{1}{q_{\text{кон}j}} - \frac{1}{q_{\text{нач}j}} \right) = 2 \cdot 0,25 \cdot 0,4 \cdot 3000 \times \\
 &\times [-0,53\alpha (20 \cdot 10^{-3})^3 \left(\frac{1}{60} - \frac{1}{400} \right) + 1,50\alpha (10 \cdot 10^{-3})^3 \left(\frac{1}{15} - \frac{1}{60} \right) + \\
 &+ 9,1\alpha (3 \cdot 10^{-3})^3 \left(\frac{1}{1,4} - \frac{1}{15} \right) + 47,3\alpha (0,5 \cdot 10^{-3})^3 \left(\frac{1}{0,1} - \frac{1}{1,4} \right)] = \\
 &= 6 \cdot 10^{-7} \alpha [60,1 + 74,95 + 159,0 + 54,9] = 2,1 \cdot 10^{-4} \alpha, \%^2. \\
 S_{\text{под}} &= 1,45 \cdot 10^{-2} \sqrt{\alpha}.
 \end{aligned} \tag{1}$$

Относительная случайная погрешность подготовки пробы $P_{\text{под}}$

$$P_{\text{под}} = \frac{2S_{\text{под}}}{\alpha} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 1,45 \cdot 10^{-2} \cdot \sqrt{\alpha}}{\alpha} \cdot 100 = \frac{2,9}{\sqrt{\alpha}}, \%$$

Аналогичный расчет для однородной руды дает

$$\begin{aligned}
 S_{\text{под}}^2 &= 6 \cdot 10^{-7} \alpha [95,4 + 112,5 + 248,2 + 52,6] = 3,05 \cdot 10^{-4} \alpha, \%^2. \\
 P_{\text{под}} &= \frac{3,5}{\sqrt{\alpha}}, \%.
 \end{aligned} \tag{2}$$

Для весьма однородной руды $P_{\text{под}} = \frac{4,4}{\sqrt{\alpha}}, \%$; для неоднородной руды $P_{\text{под}} = \frac{2,4}{\sqrt{\alpha}}, \%$.

На рис. 3 представлены зависимости $P_{\text{под}}$ от α . Зависимости рис. 3 показывают, что только для массовых долей меди в руде более 1 % получаем приемлемые погрешности около 4 %.

При меньших, чем 1 %, массовых долях меди в руде погрешность резко увеличивается, достигая при $\alpha = 0,5 \%$ уже 5–6 %, а массовая доля меди в руде около 0,5 % характерна для всех меднопорфировых руд. Эти предварительные выводы сделаны для крупности зерен халькопирита $d_{\text{зmax}} = 1$ мм. Размер зерен влияет на погрешность подготовки пробы очень сильно.

Определение масс проб по стадиям подготовки. Рис. 3 наглядно демонстрирует следующее: чем хуже по однородности руда, тем лучше результаты подготовки проб.

Это происходит потому, что данные табл. 4 стандарта ГОСТ 14180-80 рассчитаны в зависимости от коэффициента вариации опробуемого массива, т. е. от степени его перемешанности. Это значит, что при определении минимальных масс в схемах подготовки проб руд цветных металлов находят коэффициент k в формуле $q = kd^2$ в зависимости от коэффициента вариации массовой доли компонента в опробуемом массиве.

Однако подготовка проб выполняется в лаборатории, и проба перед сокращением перемешивается. Неоднородность пробы в лаборатории не зависит от коэф-

коэффициента вариации массовой доли компонента в опробуемом массиве, и коэффициент k в формуле $q = kd^2$ нельзя назначать в зависимости от этого коэффициента вариации. Формирование табл. 4 ГОСТ 14180-80 является принципиальной ошибкой стандарта. Использовать табл. 4, построенную на основе коэффициента вариации массовой доли в поступающей руде, нельзя. Такую таблицу следует формировать на основе размеров зерен минералов (в рассматриваемом случае – халькопирита).

Рис. 2. Схема подготовки пробы для расчета
Fig. 2. Sample preparation scheme for calculation

В работе [8] получена формула расчета коэффициента k – формула Ричардса–Чечотта:

$$k = 10^4 f \rho_m \beta_m P_{\text{доп}}^{-2} \left(\frac{d_{\text{зmax}}}{\alpha} \right), \quad (3)$$

где $P_{\text{доп}}$ – допустимая относительная случайная погрешность сокращения пробы на одной стадии, %.

В формуле (3) единицами измерения $d_{\text{зmax}}$ являются миллиметры, а α – проценты.

При прочих равных условиях k зависит от размера зерен $d_{\text{зmax}}$, содержащих определяемый компонент, и массовой доли компонента в руде.

Так, для медной руды: $f = 0,4$; $\rho_m = 4100 \text{ кг/м}^3$; $\beta_m = 34,6 \%$; $P_{\text{доп}} = 2 \%$

$$k = 0,14 \frac{d_{\text{зmax}}}{\alpha}.$$

Коэффициент k тем больше, чем меньше массовая доля меди в руде. Примем ее $0,5 \%$, тогда k может быть найден только в зависимости от размера зерен $d_{\text{зmax}}$:

$$k = 0,28 d_{\text{зmax}}.$$

Получаемые коэффициенты k для разных руд будут существенно разными.

Рис. 3. Зависимости относительной погрешности определения массовой доли, вносимой в результат опробования при подготовке пробы по стандартной схеме (рис. 2), от массовой доли меди в руде

Fig. 3. Dependences of relative inaccuracy of mass fraction determination introduced into the result of sampling during sample preparation according to the standard scheme (fig. 2) and mass fraction of copper in ore

Так, для молибденовой руды, для которой массовая доля $\alpha = 0,01 \%$ является наименьшей, при $P_{\text{доп}} = 10 \%$

$$k = 1,2 d_{\text{зmax}},$$

а минимальные массы значительно больше (даже при большой допустимой относительной погрешности сокращения 10%).

В соответствии с этим табл. 4 в ГОСТ 14180-80 следует представить, соответственно переработав стандарт так, как показано в табл. 1.

Табл. 1 приведена в качестве примера расчета коэффициента k и масс пробы на стадиях сокращения.

Анализ схем подготовки проб. Так как схемы подготовки проб многостадийны, то погрешность схемы подготовки проб

$$P_{\text{под}}^2 = \sum_j^n P_j^2.$$

Если все P_j равны, то

$$P_{\text{под}} = \sqrt{n}P_j,$$

где n – число стадий.

Так, если $P_j = 2\%$, а $n = 5$, то $P_{\text{под}} = 4,5\%$; если $P_j = 10\%$, а $n = 5$, то $P_{\text{под}} = 22,4\%$.

Для схем подготовки проб это большие погрешности, поэтому P_j следует назначать из требуемой погрешности схемы и числа стадий в схеме.

Правильно составленная схема должна вносить примерно одинаковую погрешность на каждой стадии сокращения [9].

Оценивая вклад каждой стадии сокращения в формулах (1) и (2), видим, что заметно больший вклад в погрешность подготовки вносит третья стадия. Можно изменить параметры схемы так: дробить руду в третьей стадии не до 3, а до 2 мм.

Тогда покусковая дисперсия будет

$$S_k^2(d = 2 \text{ мм}) = \frac{4100}{3000} \alpha \cdot 34,6 \cdot \left(\frac{1}{2}\right)^{3-1,5} = 16,7\alpha,$$

а третье слагаемое в расчете для среднеоднородной руды $16,7\alpha(2 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{1,4} - \frac{1}{15}\right)$ будет равным 86,1 вместо 159,0. Тогда $S_{\text{под}}^2 = 1,66 \cdot 10^{-4}\alpha$ и $P_{\text{под}} = 2,57/\sqrt{\alpha}$.

Только за счет принятия этого решения погрешность подготовки пробы для руды с массовой долей 1 % снизится с 2,9 до 2,57 %, по стадиям будут получены примерно одинаковые погрешности, а дробление пробы массой 1,4 кг до крупности 0,5 мм облегчится.

Можно выполнить расчет схемы, меняя ее параметры: крупности по стадиям и массы после сокращения на каждой стадии в пределах степеней дробления имеющегося оборудования и масс, предопределяемых вариантами сокращения, т. е. выполнить оптимизацию схемы для конкретной руды на фабрике [10].

Оценим, что изменил в результатах анализа перевод крупности пакета для анализа от 0,1 до 0,08 мм. Хотя формально отбор навески массой 0,001 кг уже не относится к подготовке пробы, но по существу это еще одна стадия в схеме подготовки.

Так как руда уже раскрыта (размер кусков 0,1 и 0,08 мм меньше, чем размер зерен халькопирита), то $S_k^2(d = 0,1 \text{ мм}) = 47,3\alpha$. Тогда в формуле (1) добавится пятое слагаемое $47,3\alpha(0,1 \cdot 10^{-3})^3 \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,1}\right)$. Здесь 0,001 кг – масса навески

для анализа на медь. Это приведет к значению $S_{\text{под}}^2$ для среднеоднородной руды к величине $2,37 \cdot 10^{-4} \alpha$. Отсюда $S_{\text{под}} = 1,54 \cdot 10^{-2} \sqrt{\alpha}$.

Относительная погрешность подготовки пробы, включающей отбор навески, будет равна

$$P_{\text{под}} = \frac{3,08}{\sqrt{\alpha}} \, \%.$$

Если же пакет массой 0,1 кг измельчить до крупности 0,08 мм, то слагаемое $47,3\alpha(0,08 \cdot 10^{-3})^3 \cdot \left(\frac{1}{0,001} - \frac{1}{0,1}\right)$ увеличит $S_{\text{под}}^2$ до значения $2,24 \cdot 10^{-4} \alpha$. Отсюда $S_{\text{под}} = 1,5 \cdot 10^{-2} \sqrt{\alpha}$, а относительная погрешность $P_{\text{под}} = 3,00/\sqrt{\alpha} \, \%$. Это означает, что переход в стандарте на крупность навески 0,08 мм почти не отражается на погрешности схемы в целом. Было $P_{\text{под}} = (3,08/\sqrt{\alpha}) \, \%$, стало $(3,00/\sqrt{\alpha}) \, \%$.

Следовательно, принятое решение по изменению стандарта неэффективно. Вполне можно оставить 0,1 мм, а при необходимости, например для рентгенофлюоресцентного анализа [11, 12], доводить до крупности 0,08 и даже до 0,02 мм саму навеску, т. е. 1 г.

Таблица 1. Коэффициенты k и массы проб по стадиям подготовки
Table 1. Coefficients k and sample mass by the stages of preparation

Категория руды, крупность зерен	Металл	k	Минимальная масса пробы, полученная после сокращения, кг, при размере максимального куска		
			I стадия, до 20 мм	II стадия, до 10 мм	III стадия, до 3 мм
Мелковкрапленная $d_{\text{зmax}} < 0,5$ мм	Cu	0,14	56	14	1,26
	Mo	0,60	240	60	5,40
Среднекрапленная $0,5 \text{ мм} < d_{\text{зmax}} < 1,0$ мм	Cu	0,28	112	28	2,50
	Mo	1,20	480	120	10,80
Крупновкрапленная $d_{\text{зmax}} > 1,0$ мм	Cu	0,56	224	56	5,00
	Mo	2,40	960	240	21,60

Выводы. Случайную погрешность схемы подготовки проб следует рассчитывать с целью выбора рациональных значений крупности пробы и ее сокращенной массы, обеспечивающих допустимую погрешность подготовки пробы.

Расчет и анализ типовой по ГОСТ 14180-80 схемы подготовки пробы показал, что в третьей стадии дробления пробу целесообразно дробить не до 3, а до 2 мм, а рекомендованная крупность пробы последней стадии 0,08 мм почти не улучшает результат подготовки пробы, и можно использовать прежнюю рекомендацию – 0,1 мм.

Рекомендуемый в стандарте выбор коэффициента k в формуле Ричардса–Чечотта в зависимости от коэффициента вариации массовой доли в опробуемом продукте не обоснован. Этот выбор следует делать в зависимости от размеров зерен минерала, содержащего определяемый компонент, а табл. 4 в ГОСТ 14180-80 должна быть переработана.

Коэффициент k значительно меняется с изменением не только крупности зерен минерала, но и с изменением массовой доли определяемого компонента

в руде, а также допустимой погрешности подготовки пробы, и для каждой фабрики его следует найти индивидуально по формуле (3).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Карпенко Н. В. Опробование и контроль качества продуктов обогащения руд. М.: Недра, 1987. 215 с.
2. Ступакова Е. В. Определение погрешностей стандартных образцов состава золотосодержащих руд // Известия вузов. Горный журнал. 2019. № 6. С. 136–143.
3. Markus Stoeppler, Wayne R. Wolf, Peter J. Jenks. Reference materials for chemical analysis: certification, availability and proper usage. Weinheim: John Wiley & Sons, 2008. 322 p.
4. Ramsey M. H. et. al. Quality in Measurement and testing. Ed. by Horst Czichos, Tetsuya Saito, Leslie E. Smith. Berlin: Springer, 2011. P. 97–115.
5. Tomas P. J. et. al. Homogeneity and stability of reference materials. Accred Qual Assur, Springer-Verlag, 2001. No. 6. P. 20–25.
6. Brand N. W. Gold homogeneity in certified reference materials. A comparison of five manufacturers // Explore. 2015. No. 169. P. 1–24.
7. Козин В. З. Опробование минерального сырья. Екатеринбург: УГГУ, 2011. 316 с.
8. Козин В. З., Комлев А. С. Об использовании формулы Ричардса–Чечотта для определения массы представительной пробы // Обогащение руд. 2016. № 3. С. 47–51.
9. Козин В. З., Комлев А. С. О разработке современного стандарта на опробование руд и продуктов обогащения // Обогащение руд. 2016. № 2. С. 27–32.
10. Андреев Е. Е., Львов В. В., Тарасов Ю. Д., Коваль О. Ю. Применение компьютерных программ для расчетов технологических схем обогащения // Обогащение руд. 2008. № 5. С. 18–23.
11. Uhlig S. Process control by modern X-ray fluorescence (XRF) analysis // Proc. of the XX International Mineral Processing Congress. Germany, 1997. P. 175–182.
12. Hassell D. C., Bowman E. M. Process analytical chemistry for spectroscopist // Appl. Spectrosc. 1998. Vol. 52. No. 1. P. 18A–29A.

Поступила в редакцию 16 октября 2019 года

Сведения об авторах:

Козин Владимир Зиновьевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обогащения полезных ископаемых Уральского государственного горного университета. E-mail: gmf.dek@ursmu.ru

Комлев Алексей Сергеевич – кандидат технических наук, старший научный сотрудник кафедры обогащения полезных ископаемых Уральского государственного горного университета. E-mail: tails2002@inbox.ru

Ступакова Екатерина Владимировна – начальник отдела метрологического обеспечения количественного химического анализа Иркутского научно-исследовательского института благородных и редких металлов и алмазов «Иргиредмет». E-mail: stupakova@irgiredmet.ru

DOI: 10.21440/0536-1028-2020-1-68-78

Analysis of crude mineral sample preparation schemes

Vladimir Z. Kozin¹, Aleksei S. Komlev¹, Ekaterina V. Stupakova²

¹ Ural State Mining University, Ekaterinburg, Russia.

² Irkutsk Research Institute on Precious and Rare Metals and Diamonds, Irkutsk, Russia.

Abstract

Introduction. Sample preparation schemes are multi-stage. Sample reduction in the process of preparation introduces extra inaccuracy in the result of sampling, consequently, sample preparation schemes inaccuracy should be calculated with further selection of its rational parameters.

Research methodology is based on calculation by the formula of sample reduction random inaccuracy.

Inaccuracy calculation of a sample preparation scheme. Calculation has been carried out of the scheme recommended by GOST 14180-80. Paradoxical growth of inaccuracy of sample preparation has been shown with ore homogeneity growth.

Determination of sample mass by the stages of preparation. Standards and techniques of ore and nonferrous metals concentrates sampling for the creation of sample preparation schemes recommend finding the coefficient in minimum mass formula depending on the mass fraction variation coefficient in the sampled product. Sample preparation is carried out in laboratory conditions, and sample mass cannot depend on this coefficient of variation. Sample inhomogeneity in the laboratory depends only on the inhomogeneity of separate lumps of a sample. Sample inhomogeneity in the preparation laboratory is defined by lump dispersion, and the coefficient is the function of this dispersion, admissible inaccuracy of sample reduction and the dimensions of grain impregnations of the mineral which contains the analyte.

For each factory, individual coefficient can be found, and sample masses can be calculated by the stages of preparation.

Analysis of sample preparation schemes. Sample preparation scheme inaccuracy formula is given. Calculation and analysis of the model scheme of sample preparation according to GOST 14180-80 have shown that at the third crushing stage the sample is advisable to be crushed not up to 3, but up to 2 mm, and the recommended sample size at the final stage 8.08 hardly improves the result of preparation, that is why the previous recommendation of 0.1 mm can be used.

Key words: sample preparation; sample size; sample mass; impregnations size; preparation inaccuracy.

REFERENCES

1. Karpenko N. V. *Sampling and control over the quality of ore dressing products*. Moscow: Nedra Publishing; 1987. (In Russ.)
2. 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: 136–143. (In Russ.)
3. Markus Stoeppler, Wayne R. Wolf, Peter J. Jenks. *Reference materials for chemical analysis: certification, availability and proper usage*. Weinheim: John Wiley & Sons, 2008. 322 p.
4. Ramsey M. H. et. al. *Quality in Measurement and testing*. Ed. by Horst Czichos, Tetsuya Saito, Leslie E. Smith. Berlin: Springer, 2011. P. 97–115.
5. Tomas P. J. et. al. *Homogeneity and stability of reference materials*. Accred Qual Assur, Springer-Verlag, 2001. No. 6. P. 20–25.
6. Brand N. W. Gold homogeneity in certified reference materials. A comparison of five manufacturers. *Explore*. 2015. No. 169. P. 1–24.
7. Kozin V. Z. *Sampling of mineral raw material at concentrating plants*. Ekaterinburg: UrSMU Publishing; 2018. (In Russ.)
8. Kozin V. Z., Komlev A. S. Upon use of Richards-Chechott equation for determination of representative sample mass. *Obogashchenie Rud = Mineral Processing*. 2016; 3: 47–51. (In Russ.)
9. Kozin V. Z., Komlev A. S. Upon development of an up-to-date ore and processing products sampling standard. *Obogashchenie Rud = Mineral Processing*. 2016; 2: 27–32. (In Russ.)
10. Andreev E. E., Lvov V. V., Tarasov Iu. D., Koval O. Iu. Computer software application for computation of mineral processing flow sheets. *Obogashchenie Rud = Mineral Processing*. 2008; 5: 18–23. (In Russ.)
11. Uhlig S. Process control by modern X-ray fluorescence (XRF) analysis. *Proc. of the XX International Mineral Processing Congress*. Germany, 1997. P. 175–182.
12. Hassell D. C., Bowman E. M. Process analytical chemistry for spectroscopist. *Appl. Spectrosc.* 1998; 52 (1): 18A–29A.

Received 16 октября 2019 года

Information about authors:

Vladimir Z. Kozin – DSc (Engineering), Professor, Head of the Department of Mineral Processing, Ural State Mining University. E-mail: gmf.dek@ursmu.ru

Aleksei S. Komlev – PhD (Engineering), senior researcher of the Department of Mineral Processing, Ural State Mining University. E-mail: tails2002@inbox.ru

Ekaterina V. Stupakova – Head of the Department of Metrological Provision of Quantitative Chemical Analysis, Irkutsk Research Institute of Precious and Rare Metals and Diamonds (IRGIREDMET). E-mail: stupakova@irgiredmet.ru

Для цитирования: Козин В. З., Комлев А. С., Ступакова Е. В. Анализ схем подготовки проб минерального сырья // Известия вузов. Горный журнал. 2020. № 1. С. 68–78. DOI: 10.21440/0536-1028-2020-1-68-78

For citation: Kozin V. Z., Komlev A. S., Stupakova E. V. Analysis of crude mineral sample preparation schemes. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Gornyi zhurnal = News of the Higher Institutions. Mining Journal*. 2020; 1: 68–78 (In Russ.). DOI: 10.21440/0536-1028-2020-1-68-78