

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЙ ЭЛЕМЕНТОВ Cu И Fe В ОБРАЗЦАХ
МЕДНО-МОЛИБДЕНОВЫХ РУД НА АНАЛИЗАТОРЕ РКЦ-1

Л. ДЭЛГЭРБАТ¹, Б. ОТГООЛЫ

РКЦ-1 АНАЛИЗАТОРООР ЗЭС-МОЛИБДЕНЫ ХҮДРИЙН ДЭЭЖНҮҮДЭД
 Cu , Fe ЭЛЕМЕНТҮҮДИЙН АГУУЛГЫГ ТОДОРХОЙЛОХ БОЛОМЖИЙН
СУДАЛГАА

Оросын Холбоот Улсын ВНИИТФА (Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики и автоматизаций)-д шинээр зохион бүтээгдсэн зөөврийн РКЦ-1 рентген анализаторыг "ЭРДЭНЭТ" Уулын баяжуулах үйлдвэрт нэвтрүүлэн ашиглах боломжийг судлах зорилгоор Эрдэнэтийн зэс-молибдены хүдрийн хувьд энэхүү анализаторын метролог характеристикийн бүрэн судалгаа хийгдсэн.

ВВЕДЕНИЕ

Из-за производственного требования к экспрессности и точности анализа, продолжительность и количество цикла измерений при заданной продолжительности одного полного анализа являются определяющими факторами производительности и правильности метода анализа и они должны быть самыми оптимальными и минимальными.

Большое практическое значение имеют создание и внедрение дешевых и доступных экспрессных методов анализа на основе ядерных излучений. Но при организации полного контроля за качеством руды в процессе её добычи, сортировки и переработки проведение анализа на случайных нескольких точках становится нецелесообразным. В силу своей малой представительности он не позволяет в полном объеме решать такую важную технологическую задачу, например, как опробование каждой транспортной емкости и рудопотока на конвейере, а в ряде случаев, его использование влечет за собой большие затраты материалов, энергии и рабочих сил.

Данный метод, проверяемый нами, позволяет уверенно проводить массовый анализ содержаний полезных компонентов в медно-молибденовых рудах и продуктах, получить достоверную информацию о качестве руд и продуктов с требуемой точностью при каждых 6 циклических измерениях и непрерывном режиме работы анализатора РКЦ-1.

Проведена полная метрологическая оценка данного метода на анализаторе РКЦ-1 при помощи эрдэнэтских контрольных образцов рудного слива и камня с крупностью частиц до 150 мм.

Представлены результаты экспериментального исследования, проведенного на данном анализаторе.

¹ "Эрдэнэт" уулын баяжуулах үйлдвэр

ОЦЕНКА РАСХОЖДЕНИЯ МЕЖДУ ПАСПОРТНЫМИ ДАННЫМИ И РЕЗУЛЬТАТАМИ ИЗМЕРЕНИЙ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В данной работе статистическая обработка результатов проведена по схеме "Справочные данные о методах измерений химического состава горных пород руд и продуктов и переработки М. Недра, 1979", рекомендованный научным советом по аналитическим методам Министерства геологии СССР.

Чтобы выяснить, удовлетворяет ли данная методика, требуемой категории анализа, вычисляется так называемый "запас точности":

$$Z = D_{\text{дп}} / S_{\text{сум}}$$

где $D_{\text{дп}}$ - допустимые относительные среднеквадратические отклонения результатов анализа для методов III категории

$S_{\text{пол}} = (\Delta^2 + S_r^2)^{0.5}$ - суммарная погрешность методики

$S_r = 100 \cdot S / C_{\text{сп}}$ - относительное стандартное отклонение

S^2 - выборочная дисперсия

$C_{\text{сп}}$ - среднее содержание определяемого элемента

Δ - относительные систематические расхождения между паспортными значениями содержания компонентов и результатами определений, выполненных по данной методике

Если $Z > 0.7$, то данная методика удовлетворяет требуемой категории анализа.

Результаты обработки для контрольных образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1. При $n=2$

№ конт-х образцов	Паспортные данные, %	$S_{\text{сум}}$ (%)	$D_{\text{дп}}$ (%)	Z (%)
Для меди				
1	0.7675	8.86	10.7	1.2
2	0.6700	1.48	10.7	7.2
3	0.7050	8.16	10.7	1.3
4	0.5300	1.52	10.7	7.1
5	0.8425	4.90	10.7	2.2
Руд.камень	0.6520	0.98	10.7	10.9
Для железа				
1	3.060	6.22	7	1.1
2	3.090	1.10	7	6.4
3	2.520	6.08	7	1.3
4	2.520	0.22	7	3.3
5	2.640	3.70	7	1.9
Руд.камень	3.160	0.48	7	14.6

Данные, приведенные в последней графе таблицы показывают что для определяемых элементов имеется достаточный запас точности уже при двух повторных измерениях $n=2$. Полученные результаты показывают, что данная методика соответствует категориям точности III категории анализа.

ПРОВЕРКА СТАБИЛЬНОСТИ РАБОТЫ РАДИОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗАТОРА ВО ВРЕМЕНИ

Оценка стабильности работы установки во времени проводилась согласно методике метрологической аттестации аппаратуры. С этой целью измерялся стандартный образец (КСМД) рудного камня в течении 10 часов. При этом первые 15 результатов считались первичными, а вторые 15 результатов, полученных через 8 часов - вторичными. Время одного цикла измерения составляет 60 сек.

Систематическая погрешность во времени оценивалась по критерию:

$$|\bar{x}_{1,n} - \bar{x}_{2,n}| \leq t_{0.05; 2(n-1)} \sqrt{\frac{S_{1,n}^2 + S_{2,n}^2}{n}}$$

t- коэффициент Стьюдента[1]

Систематическая погрешность была незначимой при $n > 2$ для меди а для железа при $n > 1$; А изменение относительной квадратичной погрешности оценено по условию:

$$\frac{S_{OT,1}^2}{S_{OT,2}^2} \leq F_{0.05}(n-1; n-1)$$

$$S_{OT}^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\frac{x}{x} - 1 \right)^2$$

Доказано, что изменение относительного квадратичного отклонения случайной составляющей погрешности во времени незначимо.

Для каждого цикла систематическое расхождение оценено по критерию

$$t = \frac{|\bar{x}_{t,n} - \mu|}{\frac{S_{t,n}}{\sqrt{n_t}}} \leq t_{0.05}(n-1)$$

и были незначимыми систематические расхождения по меди и железу при первичном и повторном измерениях.

Согласно схеме "Программы метрологической аттестации методики ядерного геофизического метода анализа химических элементов в руде" данные ядерного геофизического опробования признаются достоверными при выполнении условий:

$$S_n^2 \leq S_k^2$$

S_n -среднеквадратичное расхождение между данными первичного и повторного ядерного геофизических опробований

$$Sk = \frac{dd \cdot \sqrt{n}}{t[0.05; (n-1)]}$$

dd- абсолютная погрешность контрольного анализа, установленная "Нормами допустимых расхождений между результатами анализов продуктов медной и свинцово-цинковой промышленности на содержание основных компонентов"

Результаты измерения ядерного геофизических опробований по меди и железу удовлетворяют требованиям и считаются достоверными.

Определение оптимального количества цикла усредняемых результатов измерения, отвечающих категориям точности

В практике время выдачи достоверных результатов анализа является одним из важнейших критериев оценки технических характеристик установки.

Поэтому нами оценена возможность установления минимального оптимального количества цикла измерения, за которое может быть получена достоверную информацию, выполняющую III-ью категорию анализа.

Зависимости изменений погрешности методики от числа цикла измерения, полученные при определении Cu и Fe в образце KСМД рудного камня, показаны в рисунках 1 и 2.

Зависимости изменения систематической и случайной погрешностей от количества (числа цикла) измерения показаны в рисунках 3 и 4 в относительных единицах.

Из всех рисунков видно, что примерно после 6 циклических измерений все виды погрешностей остаются почти постоянными. Т.е. уже при 6 циклических измерениях среднее значение результатов анализов достигает достоверного значения с требуемой точностью. Это открывает возможность проведения экспрессной контроли на содержания элементов Cu и Fe в медно-молибденновых рудных образцах за 6-8 минут при автоматизированной системе.

Градуировка и сравнение результатов измерений в образцах с разными крупностями

Градуировка анализатора проводилась по стандартным образцам проб руды. Сравнения результатов ядернофизического и химического анализов показаны в рисунках 5 и 6. Видно, что результаты ядернофизического анализа достаточно хорошо совпадают с химическими определениями в данных диапазонах содержаний меди и железа.

А соответствующие коэффициенты линейной зависимости показаны в рисунках для каждого элемента.

Т.е. по химическим элементам Cu и Fe в стандартных образцах условие правильности проведения градуировки выполняется.

С помощью данных градуировок определены содержания меди и железа в образце эрдэнэтского рудного камня с крупностью частиц до 150 мм.

Средние значения $X_N(n=8)$, $Y_N(n=8)$ восемь повторных измерений ядернофизического метода показаны на градуировочных линиях. Видно, что результаты измерений ядернофизического метода, при разных крупностях частиц проб, достаточно хорошо укладываются в одной градуировке.

Т.е. для крупности частиц образцов не наблюдается существенного различия. Это связано с тем, что случайные распределения поверхностной плотности, неоднородности и крупности частиц образца рудного камня достаточно хорошо компенсируют углы падения на образец первичного и отбора флуоресцентного излучений.

Все эти подтверждаются ходами изменений средних определяемых значений содержаний меди и железа в образцах рудного камня и слива, которые показаны в рисунках 7, 8, 9 и 10.

Из рисунков видно, что во всех случаях средние значения, определяемых содержаний элементов, остаются почти постоянными величинами в пределах ошибок примерно после $n=5$ повторных измерений.

ПРАВИЛЬНОСТЬ И ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ МЕТОДА

Правильность и воспроизводимость методики проверялись путем сопоставления результатов ядернофизического анализа с паспортными данными для эрдэнэстского рудного камня при $n=2-15$.

Результаты сопоставления показаны в таблице 2.

Значимость расхождений между данными ядернофизических определений и паспортными значениями содержания различных элементов в контрольном образце рудного камня оценивалась по критериям "ничтожной погрешности".

Согласно этим критериям, систематическая погрешность $\Delta(\%)$ анализа не должна превышать одну треть от допустимой относительной среднеквадратической погрешности для данного метода анализа.

Из таблицы видно, что во всех случаях систематическая погрешность получилась несущественной.

Таблица 2.

n	I - измерение			II - измерение			
	$\Delta(\%)$	$S_r(\%)$	$S_{\text{сум}}(\%)$	$\Delta(\%)$	$S_r(\%)$	$S_{\text{сум}}(\%)$	$D_{\text{дп}}/3$
Для меди (0.652 %)							
2	0.97	0.13	0.98	1.53	0.16	1.54	3.57
3	0.28	1.20	1.23	1.14	0.69	1.33	3.57
4	0.05	1.09	1.09	0.72	1.00	1.23	3.57
5	0.03	0.96	0.96	0.64	0.90	1.10	3.57
6	0.14	0.89	0.90	0.51	0.85	1.00	3.57
7	0.35	0.97	1.03	0.41	0.83	0.93	3.57
8	0.28	0.93	0.97	0.54	0.85	1.01	3.57
9	0.20	0.87	0.89	0.81	1.13	1.39	3.57
10	0.30	1.06	1.06	0.77	1.08	1.33	3.57
11	0.30	1.42	1.45	0.66	1.09	1.27	3.57
12	0.30	1.35	1.38	0.60	1.06	1.22	3.57
13	0.02	1.62	1.62	0.60	1.01	1.17	3.57
14	0.10	0.93	0.94	0.60	0.97	1.14	3.57
15	0.12	1.55	1.55	0.55	1.00	1.14	3.57
Для железа (3.16%)							
2	0.37	0.31	0.48	0.57	0.32	0.65	2.33
3	0.61	0.48	0.78	0.41	0.35	0.54	2.33
4	0.72	0.45	0.85	0.20	0.52	0.56	2.33
5	0.73	0.32	0.80	0.03	0.59	0.59	2.33
6	0.69	0.37	0.78	0.01	0.53	0.53	2.33
7	0.59	0.43	0.73	0.16	0.67	0.69	2.33
8	0.56	0.40	0.69	0.20	0.62	0.65	2.33
9	0.59	0.38	0.70	0.16	0.59	0.61	2.33
10	0.58	0.36	0.68	0.17	0.56	0.59	2.33
11	0.54	0.37	0.65	0.16	0.53	0.55	2.33
12	0.50	0.38	0.63	0.14	0.52	0.54	2.33
13	0.33	0.71	0.78	0.09	0.52	0.53	2.33
14	0.29	0.70	0.76	0.12	0.51	0.52	2.33
15	0.26	0.68	0.74	0.12	0.49	0.50	2.33

Таким образом, статистическая обработка результатов анализа показывает, что данная методика анализа для всех проверяемых интервалов содержаний удовлетворяет по правильности и воспроизводимости требованиям, предъявляемым к методам анализа не хуже III категории классификации.

С другой стороны результат контрольного опробования, входящей руды на ОФ, является наглядным примером данного доказательства, который показан в рисунке 11. Т.е. средние значения результатов ядернофизического и химического анализов хорошо укладываются в пределах допустимых ошибок.

ВЫВОД И РЕКОМЕНДАЦИЯ

- Полный анализ статистических обработок показал, что данный проверяемый метод для всех рассмотренных интервалов содержаний удовлетворяет по правильности и воспроизводимости требованиям, предъявляемым к методам анализа не ниже III категории классификации.
- Проведена полная проверка стабильности работы анализатора РКЛ-1 во времени. Доказано, что уже при 6 циклических измерениях (время одного цикла составляет 60 сек.) среднее значение результатов анализов достигает достоверного значения с требуемой точностью III категории анализа.
- Проведено сравнение результатов анализов в образцах с разными крупностями частиц до 150 мм. В данном случае для крупности частиц образцов не наблюдалось существенного различия.
- В результате исследований установлено, что по точности предлагаемый метод практически не уступает химическому методу анализа.

При использовании данного типа анализатора имеется полная возможность вариантов конструктивного исполнения для установки над конвейером и для анализа на автосамосвалах любого типа и т.д.

Данный тип анализатора не имеет аналога в мире его работоспособность, доступность и преимущество не вызывают никаких сомнений.

Поэтому, прежде всего, целесообразно внедрить в практику данный тип анализатора для непрерывного оперативного анализа полезных компонентов в медно-молибденовых рудах непосредственно на конвейерах после крупного дробления с подключением к информационной системе, так как это позволит без запаздывания проводить контроль качества рудопотока на выходе РОР и на входе ОФ.

Такая контроль необходима не только для постоянного учета баланса руды для технологических задач ГОК, но и для управления работы погрузочно-транспортного комплекса в карьере.

Литература

1. Л.Н.Большев, Н.В.Смирнов

Таблица математической статистики Москва "НАУК" 1983

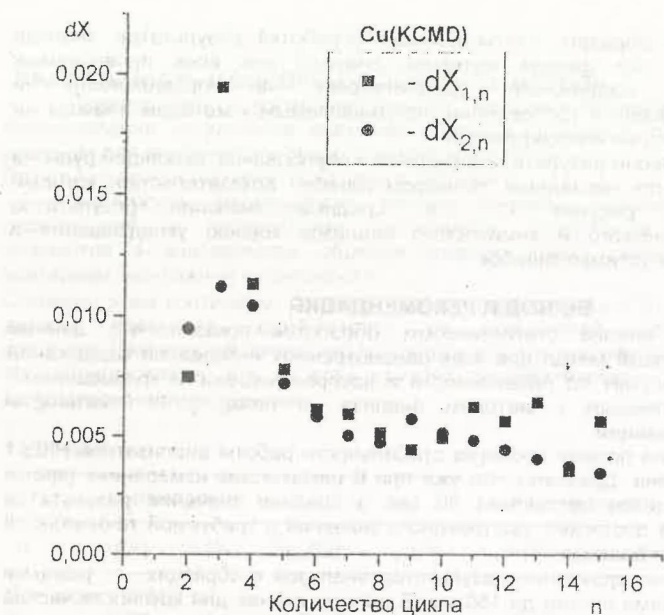


Рис.1 Зависимость изменения погрешности от числа цикла при определении Cu.

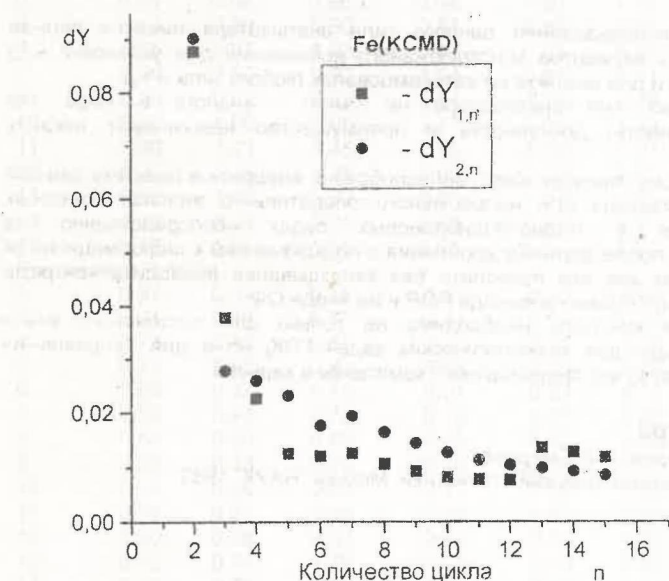


Рис.2 Зависимость изменения погрешности от числа цикла при определении Fe.

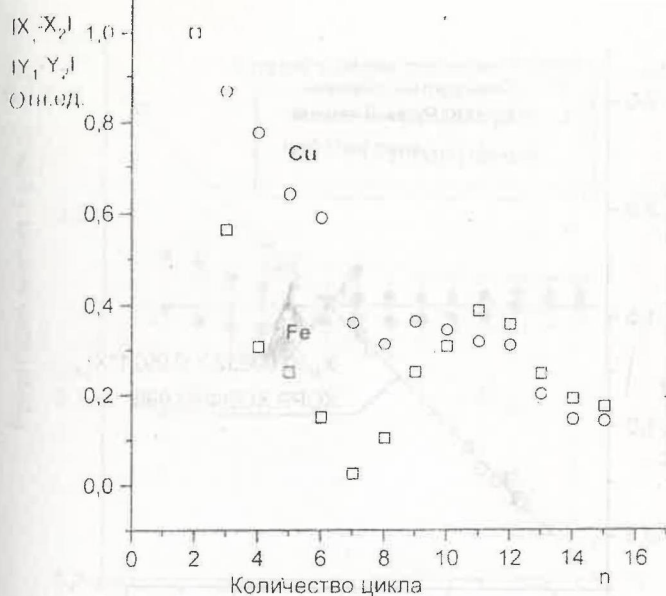


Рис.3 Зависимость изменения систематических погрешностей от числа циклов при определении Cu и Fe

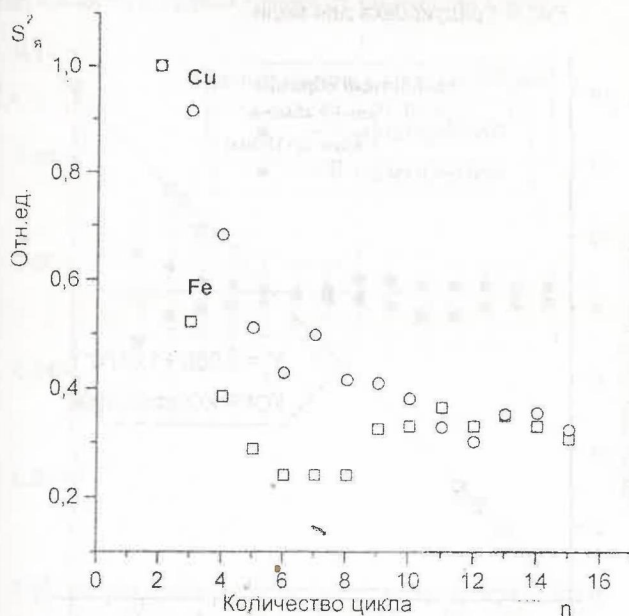


Рис.4 Зависимость изменения случайных погрешностей от числа циклов при определении Cu и Fe.

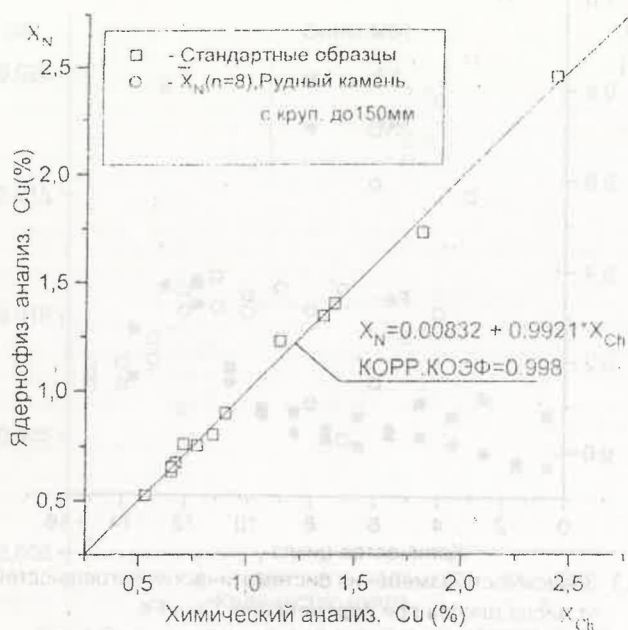


Рис.5 Градуировка для меди

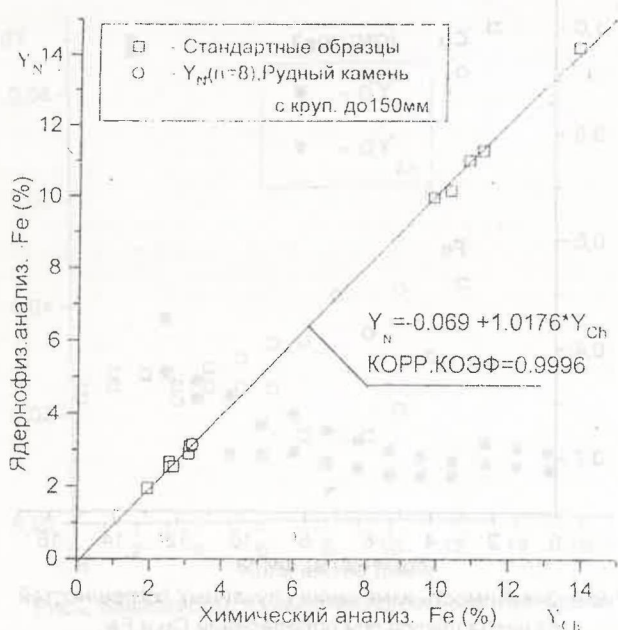


Рис.6 Градуировка для железа

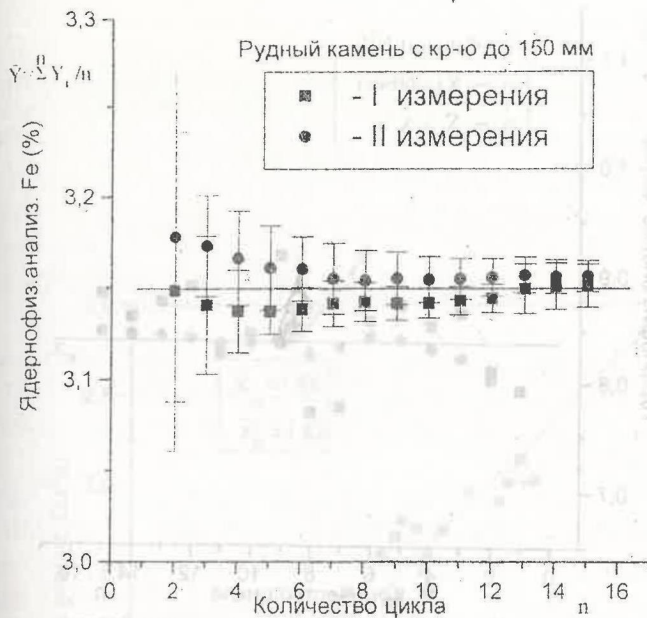


Рис.7 Зависимость усредненного определяемого значения содержания Fe в рудных камнях от количества цикла.

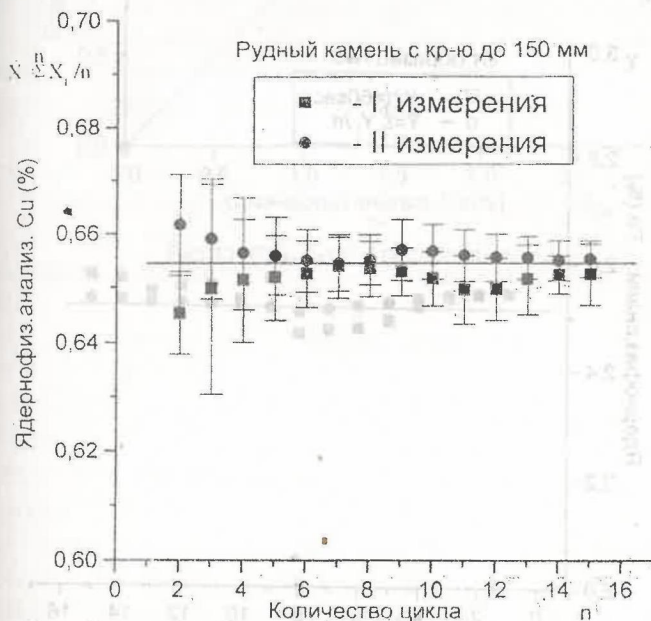


Рис.8 Зависимость усредненного определяемого значения содержания Cu в рудных камнях от количества цикла.

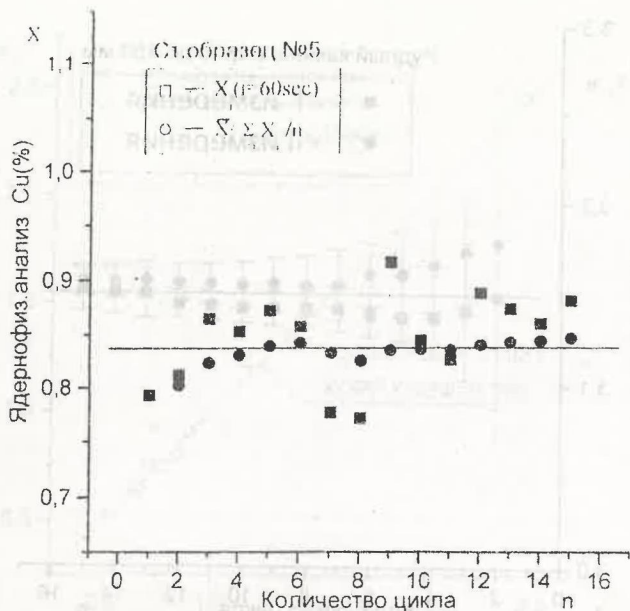


Рис.9 Зависимость единичного и усредненного определяемых значений содержания Si в прошковом образце рудного слива от n.

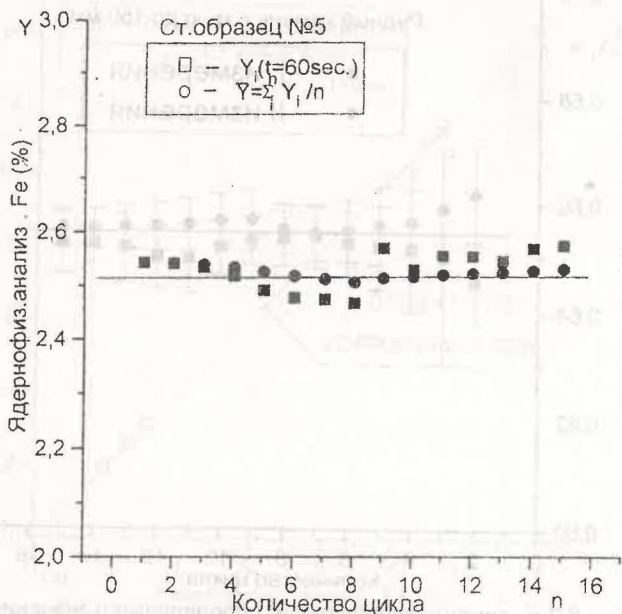


Рис.10 Зависимость единичного и усредненного определяемых значений содержания Fe в прошковом образце рудного слива от n.

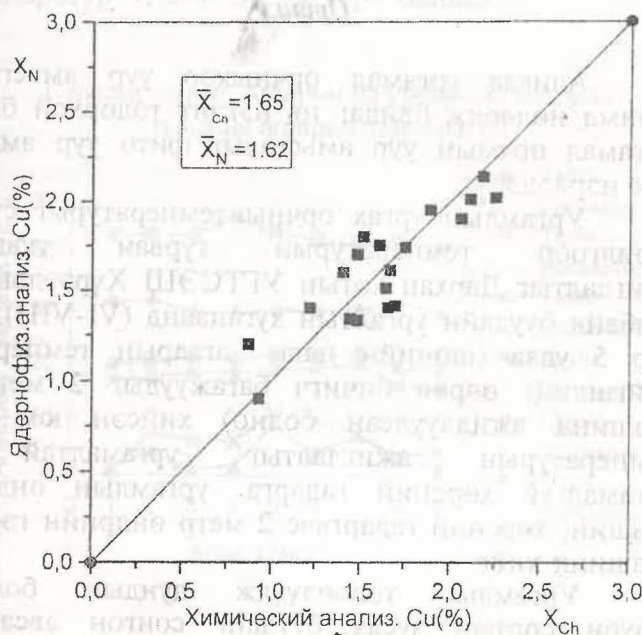


Рис.11 Результаты опробования руды