

Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет радіоелектроніки

Факультет інфокомунікацій
(повна назва)

Кафедра інформаційно-вимірювальних технологій
(повна назва)

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА
Пояснювальна записка

рівень вищої освіти другий (магістерський)

Забезпечення якості результатів вимірювання показників залізородної
продукції
(тема)

Виконала:

здобувач 2 курсу, групи ЗЯзм-23-1

Дядюра О.П.

(прізвище, ініціали)

Спеціальність 175 «Інформаційно-вимірювальні
технології»

(код і повна назва спеціальності)

Тип програми освітньо-професійна
(освітньо-професійна або освітньо-наукова)

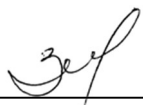
Освітня програма «Забезпечення якості»
(повна назва освітньої програми)

Керівник проф. Захаров І.П.

(посада, прізвище, ініціали)

Допускається до захисту

Зав. кафедри



(підпис)

2025 р.

Ігор ЗАХАРОВ

(прізвище, ініціали)

Харківський національний університет радіоелектроніки

Факультет _____ інфокомунікацій _____
 (повна назва)


Кафедра _____ інформаційно-вимірювальних технологій _____
 (повна назва)

Рівень вищої освіти _____ другий (магістерський) _____

Спеціальність _____ 175 – Інформаційно-вимірювальні технології _____
 (код і повна назва)

Тип програми _____ освітньо-професійна _____
 (освітньо-професійна або освітньо-наукова)

Освітня програма _____ «Забезпечення якості» _____
 (повна назва)

ЗАТВЕРДЖУЮ:
 Зав. кафедри 
 « 25 » 11 2024 р.

ЗАВДАННЯ НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ

здобувачеві Дядюра Оксана Павлівна _____
 (прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи
 «Забезпечення якості результатів вимірювання показників залізорудної продукції»
 затверджена наказом по університету від «12» _____ 11 _____ 20 24 р. №
188 Стз
2. Термін подання студентом роботи до екзаменаційної комісії –
 24-25.01. 2025 р.
3. Вихідні дані до роботи: дані контролю якості продукції
 залізорудного підприємства.
4. Перелік питань, що потрібно опрацювати в роботі: виконати огляд
 теоретичних методів забезпечення якості продукції, провести аналіз їх
 застосування на практиці, навести приклади застосування.

5. Перелік графічного матеріалу із зазначенням креслеників, схем, плакатів, комп'ютерних ілюстрацій (п.5 включається до завдання за рішенням випускової кафедри): презентація PowerPoint.

6. Консультанти розділів роботи (п.6 включається до завдання за наявності консультантів згідно з наказом, зазначеним у п.1)

Найменування розділу	Консультант (посада, прізвище, ім'я, по батькові)	Позначка консультанта про виконання розділу	
		підпис	дата

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

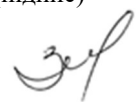
№	Назва етапів роботи	Терміни виконання етапів роботи	Примітка
1	Огляд показників якості, що досліджуються	02.12.2024 р.	
2	Теоретичний аналіз питання, що досліджується	09.12.2024 р.	
3	Розроблення алгоритму розв'язання поставленої задачі або моделювання процесу	23.12.2024 р.	
4	Аналіз отриманих результатів і рекомендації щодо їх застосування	10.01.2025 р.	

Дата видачі завдання 25 11 2024 р.

Здобувач  О.П. Дядюра

(підпис)

Керівник роботи


(підпис)

зав. каф. ІВТ Захаров І.П.

(посада, прізвище, ініціали)

РЕФЕРАТ

Пояснювальна записка кваліфікаційної роботи магістра: 51 с., 3 рис., 9 табл., 17 джерел.

ЗАЛІЗОРУДНА ПРОДУКЦІЯ, ЯКІСНІ ПОКАЗНИКИ, МЕТОДИКИ
ВИМІРЮВАНЬ

Об'єкт дослідження – показники якості залізорудної продукції.

Мета роботи – дослідження методів забезпечення показників якості залізорудної продукції.

Результатом кваліфікаційної роботи є вибір результативних методів управління якістю продукції.

ABSTRACT

Explanatory note of the master's qualification work: 51 p., 3 fig., 9 tables, reference list for 17 items.

IRON ORE PRODUCTS, QUALITY INDICATORS, MEASUREMENT METHODS

The object of the study is the quality indicators of iron ore products.

The purpose of the work is to study the methods of ensuring the quality indicators of iron ore products.

The result of the qualification work is the selection of effective methods of product quality management.

СКОРОЧЕННЯ ТА УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ

ВТК – відділ технічного контролю

ГМК – гірничо-металургійний комплекс

ДЗФ – дробарно-збагачувальна фабрика

ЗФ – збагачувальна фабрика

ККД – корпус крупного дроблення

СДД – середньо дрібне дроблення

СМС – суха магнітна сепарація

ЗМІСТ

	Вступ.....	9
1	Огляд показників якості залізорудної продукції	10
1.1	Огляд технологічних процесів залізорудного виробництва...	10
1.1.1	Видобування руди.....	10
1.1.2	Дроблення руди	10
1.1.3	Суша магнітна сепарація	11
1.1.4	Магнітне збагачення	12
1.1.5	Флотаційне доведення концентрату.....	12
1.1.6	Фільтрація та складування залізорудного концентрату.....	11
1.1.7	Виробництво залізорудних окатків	13
1.2	Якісні показники залізорудної продукції	17
1.3	Висновки до розділу 1.....	20
2	Методи вимірювання показників залізорудної продукції	21
2.1	Відбір та підготовка проб.....	21
2.2	Масова частка заліза загального.....	23
2.3	Масова частка діоксиду кремнію.....	26
2.4	Масова частка оксиду кальцію та оксиду магнію.....	28
2.5	Міцність на стиснення	31
2.6	Показник міцності та стирання.....	33
2.7	Масова частка контрольного класу крупності.....	35
2.8	Висновки до розділу 2.....	36
3	Практичне застосування методики вимірювання заліза загального та оцінювання невизначеності вимірювань	37
3.1	Методика вимірювання масової частки заліза загального в рудах залізних, концентратах, агломератах і окатках.....	37
3.1.1	Опис методики вимірювань	37
3.1.2	Алгоритм оцінки невизначеності вимірювань для масової	

	частки заліза загального за МВ №Х.....	39
3.2	Приклад розрахунку невизначеності для масової частки заліза загального титриметричним методом.....	43
3.2.1	Значення показників лабораторії.....	43
3.2.2	Розрахунок значень вхідних величин	44
3.2.3	Розрахунок стандартних невизначеностей вхідних величин... ..	44
3.2.4	Розрахунок внесків невизначеностей вхідних величин в невизначеність величини що вимірюється	45
3.2.5	Розрахунок сумарної стандартної невизначеності.....	47
3.2.6	Розрахунок коефіцієнта охоплення.....	47
3.2.7	Визначення розширеної невизначеності.....	47
3.2.8	Запис повного результату вимірювання.....	47
3.2.9	Складання бюджету невизначеності	48
3.3	Висновки до розділу 3.....	48
	Висновки.....	49
	Перелік посилань.....	51

ВСТУП

Чорна металургія України – галузь важкої промисловості, яка охоплює виробництво чорних металів та спорідненої сировини і напівфабрикатів.

Гірничо-металургійний комплекс (ГМК) незалежної України є цілісною системою з повним циклом гірничо-металургійного виробництва, що входить у десятку найбільших світових виробників сталі та чавуну.

До 2022 року, до складу ГМК України входило близько 280 підприємств, зокрема, 19 великих металургійних комбінатів і заводів (ПАТ «Арселор Міттал Кривий Ріг», ПАТ «Нікопольський завод феросплавів», ПАТ «Запорізький металургійний комбінат «Запоріжсталь», ПРАТ «Полтавський гірничо-збагачувальний комбінат» та інші, 12 трубних заводів (Нижньодніпровський, Дніпропетровський, Дніпровський завод спеціальних труб), більше 100 підприємств з переробки металобрухту, та майже 500 суміжних підприємств.

Продукція ГМК України має попит у багатьох країнах світу та включає: сталі різних марок, феросплави, чавун, сталевий прокат, вироби металургійного лиття, металеві порошки, залізорудний концентрат, агломерат, окатки, а також сировину для цементної, будівельної, хімічної промисловості.

Діяльність вітчизняних підприємств ГМК під час виробництва та реалізації залізорудної продукції регламентується вимогами стандарту ДСТУ 3704 [1], де встановлено класифікацію залізорудної продукції та показники її якості залежно від мінералогічного типу, способу отримання та сфери застосування; види та підвиди продукції, загальні технічні вимоги, правила приймання, методи контролювання, вимоги до транспортування та зберігання. Вимоги щодо безпечності продукції та охорони навколишнього середовища.

В кваліфікаційній роботі розглянуті практичні приклади забезпечення якості для показників залізорудної продукції діючого підприємства України.

1 ОГЛЯД ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ЗАЛІЗОРУДНОЇ ПРОДУКЦІЇ

1.1 Огляд технологічних процесів та показників якості залізорудної продукції

Технологію виробництва залізорудної продукції розглянуто на прикладі діючого гірничо-збагачувального комбінату, який має повний технологічний цикл – від видобування сирової руди до виробництва залізорудних окатків.

Переробка руди, виробництво концентрату та окатків проводиться на переробному комплексі, що складається з дробарно-збагачувальної фабрики (ДЗФ) і цеху виробництва окатків.

1.1.1 Видобування руди

Сировинна база комбінату – це два родовища магнітної аномалії, які розроблюються у кар'єрі, де проводиться видобуток руди декількох типів. Руда кожного типу складається та залучається до переробки відповідно до затвердженої виробничої програми на кожен період.

Після виконання буро-вибухових робіт з кар'єру руда екскаваторами перевантажується на самоскиди та транспортується на перевантажувальні майданчики. При цьому відстежується положення кожного з екскаваторів та переміщення кожного самоскида. З перевантажувальних майданчиків руда транспортується на ДЗФ залізничним транспортом.

1.1.2 Дроблення руди

До складу ДЗФ входять корпус крупного дроблення (ККД) великокускової руди, в якому розташовані дві дробарки великого дроблення ККД, два корпуси середньо-дрібного дроблення, два корпуси сухої магнітної сепарації та дві збагачувальні фабрики.

Дроблення руди здійснюється у чотири стадії: перша стадія у корпусі дроблення велико-кускової руди, друга та третя стадії у корпусах середньо-дрібного дроблення (СДД), четверта стадія у корпусах сухої магнітної сепарації.

Руда крупністю не більше 1200 мм подається в думпкарах на першу стадію дроблення в конусні дробарки. Крупність подрібненої руди після першої стадії дроблення становить 0-350 мм.

Системою конвеєрів руда подається в корпуси СДД на другу стадію дроблення. Крупність подрібненої руди після другої стадії дроблення становить 0-75 мм. Дроблений продукт піддається грохоченню, надрешітний продукт надходить на третю стадію дроблення. Крупність руди після третьої стадії дроблення становить 0-31,5 мм.

Руда трактів СДД спочатку піддається попередньому грохоченню. Надрешітний продукт надходить на другу стадію дроблення, подрібнений продукт після другої стадії дроблення піддається грохоченню, після чого надрешітний продукт надходить на третю стадію дроблення. Підрешітний продукт грохотів і дроблений продукт після третьої стадії дроблення розділяється на стрічкових магнітних сепараторах із виділенням двох продуктів: магнітного (промпродукт) і слабомагнітного (хвості). Дроблений продукт трактів СДД конвеєрами транспортується в корпуси сухої магнітної сепарації (СМС).

1.1.3 Суха магнітна сепарація

Після надходження до корпусів СМС початковий продукт піддається грохоченню. Підрешітний продукт збагачується на барабанних магнітних сепараторах. Надрешітний продукт збагачується на стрічкових магнітних сепараторах з виділенням магнітного продукту та щебеню. Після цього магнітний продукт подається на четверту стадію дроблення.

Магнітний продукт СМС конвесрами подається в параболічні бункери комплексу збагачувальної фабрики (ЗФ). Хвости, отримані після сепарації руди на магнітних сепараторах, подаються на склад сухих хвостів.

1.1.4 Магнітне збагачення

Технологічні секції ЗФ переробляють руду залізу тільки за затвердженими графіками.

Магнітне збагачення в секціях ЗФ включає 4-х стадійне послідовне подрібнення дробленої руди з класифікацією та додрібненням і мокрою магнітною сепарацією. Збагачення у заключній стадії магнітної сепарації проводиться з попереднім знешламлюванням зливів гідроциклонів та подальшим знешламлюванням концентрату в магнітних гідросепараторах.

Концентрат другої стадії магнітної сепарації є кінцевим продуктом магнітного збагачення. Концентрат магнітного збагачення технологічних секцій ЗФ подається до пульповідділювачів ділянок флотаційного доведення концентрату.

1.1.5 Флотаційне доведення концентрату

Живленням ділянки флотаційного доведення концентрату є магнетитовий концентрат, отриманий з руди на ЗФ. Концентрат із руди з технологічних секцій класифікується в гідроциклонах, піски гідроциклонів надходять на подрібнення до млинів, що працюють у замкнутому циклі з гідроциклонами, а злив надходить на гідросепарацію. Злив гідросепараторів надходить у хвостовий лоток, а згущені піски подаються на магнітне збагачення в магнітні сепаратори. Немагнітний продукт сепараторів є хвостами і спрямовується у хвостовий лоток, а магнітний продукт надходить на контактування і далі на флотацію в 9-ти камерну флотаційну машину.

Концентрат флотації спрямовується на станцію перекачування пульпи,

звідки насосами перекачується в цех виробництва окатків.

1.1.6 Фільтрація та складування залізорудного концентрату

Дільниця фільтрації та складування концентрату включає наступні відділення:

- відділення згущення;
- відділення фільтрації;
- закритий склад концентрату;
- вузол відвантаження концентрату у вагони.

Пульпа трубопроводами подається на фільтрацію із збагачувальних фабрик через станції перекачування пульпи і потрапляє в згущувач. У згущувачі тверда частина пульпи осідає на дно і збирається в центрі розвантажувального конуса. Освітлена вода переливається зі згущувача та повертається на збагачувальну фабрику. Згущений продукт – пульпа, перекачується в резервуар (усереднювальну ємність) з механічною мішалкою для накопичення та усереднення.

У відділенні фільтрації встановлено три фільтр-преси, в кожен з яких надходить пульпа з усереднювальної ємності. Залізорудний концентрат, отриманий з фільтр-пресів, може подаватися або на третю лінію цеху виробництва окатків або на склад.

1.1.7 Виробництво залізорудних окатків

Цех виробництва окатків складається з декількох технологічних ліній виробництва залізорудних окатків. Технологічна схема виробництва складається з наступних основних операцій:

- підготовка кека (прийом пульпи зі збагачувальної фабрики, усереднення пульпи концентрату та фільтрація концентрату);

- підготовка вапняку, бентоніту (складування, дроблення, сушіння та подрібнення);
- дозування компонентів шихти;
- огрудкування шихти;
- грохочення сирих окатків;
- сушіння, попереднє нагрівання та випалювання окатків;
- грохочення
- складування та відвантаження готової продукції.

Пульпа трубопроводами зі збагачувальної фабрики надходить у цех і потрапляє в згущувач. У згущувачі тверді частинки осідають на дно і збираються до центру розвантажувальної воронки. Освітлена вода переливається зі згущувача, збирається та повертається на збагачувальні фабрики. Згущений продукт – пульпа – видаляється з дна згущувача, розмагнічується і перекачуються в резервуари з механічними мішалками для накопичення, усереднення.

Для кожної технологічної лінії фільтрація концентрату здійснюється на дискових вакуум-фільтрах. Вода, відокремлена від пульпи, повертається в розподільну камеру згущувача. Відфільтрований кек системою стрічкових конвеєрів розподіляється по бункерах.

Бентоніт надходить у залізничних вагонах. У процесі підготовки проводиться його дроблення, складування та сушіння. Підсушений бентоніт подається у корпус подрібнення, де переробляється у млинах. Подрібнений бентоніт системою пневмотранспорту подається в бункери корпусу огрудкування.

Вапняк прибуває у залізничних вагонах партіями. У процесі підготовки проводиться його складування та сушіння. Підготовлений для використання вапняк системою пневмотранспорту подається у бункери корпусу огрудкування.

Біля кожного бункера кеку знаходяться два бункери добавок: один для подрібненого вапняку та інший для бентоніту. Регулювання кількості матеріалів,

що видаються з усіх бункерів, провадиться за допомогою автоматичних дозаторів. Після додавання до концентрату вапняку та бентоніту, сировина переміщається конвеєром, проходячи через змішувачі. Після змішування однорідна шихта конвеєром подається в барабанний огрудкувач. Підготовлена шихта попередньо змішується в одному змішувачі і подається до бункерів концентрату, з яких у заданій кількості дозується в барабанні огрудкувачі.

Барабанні огрудкувачі огрудковують вологу суміш магнетитового концентрату, подрібненого вапняку, бентоніту в сирі окатки. Барабанний огрудкувач працює у замкнутому циклі з роликівим грохотом. На грохоті відокремлюється клас крупності менше 9,5 мм і спрямовується системою конвеєрів на повторне огрудкування. Клас крупності більше 16 мм видаляється на додатково встановлених роликівим грохотах, руйнується на дезінтеграторах, і також спрямовується системою конвеєрів на повторне огрудкування. Окатки класу крупності більше +9,5-16,00 мм подаються конвеєрами на роликівий укладальник, де проводиться додаткове відділення фракції крупністю менше 9,5 мм і укладання сирих окатків на колосники рухової решітки.

Рухова решітка призначена для пересування шару окатків через три зони термічної обробки: сушіння низхідним потоком в двох зонах, попереднє нагрівання низхідним потоком.

Остаточний випал окатків відбувається в трубчастій печі, що обертається.

Охолодження окатків здійснюється в кільцевому охолоджувачі, що являє собою колосникове поле, яке складається з палет. Окатки після охолодження надходять у бункер і стрічковим конвеєром транспортуються на склад готової продукції або в обхід складів до бункерів для завантаження у залізничні вагони для безпосередньої відправки споживачам.

Схема руху залізородної продукції зображена на рис. 1.1.



Рисунок 1.1 – Схема руху залізорудної продукції

1.2 Якісні показники залізорудної продукції

Залізорудну продукцію залежно від способу отримання поділяють на види згідно з табл. 1.1 ДСТУ 3704 [1].

Таблиця 1.1 – Класифікація продукції залежно від способу отримання

Вид	Назва продукції	Спосіб отримання
I	Руда	Розроблення залізорудних родовищ
II	Концентрат	Збагачення руди та інших залізовмісних продуктів
III	Агломерат	Спікання агломераційної руди, концентрату, різних відходів металургійної та іншої сировини металургійної промисловості
IV	Окати окислені	Огрудкування й обпалення суміші концентрату та іншої сировини металургійної промисловості
V	Брикети окислені	Пресування та наступне спікання нещільних пилових і дрібних руд, концентратів та різних відходів металургії
VI	Залізо прямого відновлювання	Відновлення природних чи оброблених залізних руд (високоякісних концентратів та концентратів високої чистоти, окислених окатків та брикетів) без досягнення температури плавлення; гаряче або холодне брикетування

Показники якості, поділяють на обов'язкові, що характеризують конкретний вид продукції та викладені в технічних умовах (приймальні випробовування), і показники, що їх визначають під час розширеного аналізування та під час змінення технології виробництва.

Показники якості, установлені нормативною документацією на конкретну продукцію, є обов'язковими для виробника та споживача. Показники якості

можуть бути бракувальними, розрахунковими (для визначання ціни) або довідковими, що їх установлюють під час розроблення нормативної документації на конкретну продукцію.

Конкретні значення показників якості, зокрема, хімічний склад, фізико-механічні властивості, в нормативній документації на конкретну продукцію встановлюють за максимально або мінімально допустимим значенням (не більше ніж, не менше ніж) або з допустимим відхилом від установленого значення.

Типові якісні показники залізорудної продукції наведені в табл. 1.2.

Таблиця 1.2 – Якісні показники залізорудної продукції (окатки окислені)

Назва показника якості	Метод вимірювання	Норма
Масова частка заліза загального, %	ДСТУ 8811.1 [2]	65,0
Масова частка діоксиду кремнію, %	ДСТУ 8811.2 [3]	4,0
Масова частка оксиду кальцію, %	ДСТУ 8811.3 [4]	0,5
Масова частка оксиду магнію, %	ДСТУ 8811.3 [4]	0,3
Масова частка оксиду заліза (II), %	ДСТУ 8811.5 [5]	2,0
Міцність на стиснення, кгс/ок, не менше	ДСТУ ISO 4700 [6]	250
Показник міцності, % класу плюс 5 мм, не менше	ДСТУ 3200 [7]	96,0
Показник стирання, % класу мінус 0,5 мм, не більше	ДСТУ 3200 [7]	2,5
Масова частка контрольного класу крупності, мінус 5 мм, %, не більше	ДСТУ ISO 4701 [8]	4,5

Формулу основності (співвідношення оксиду кальцію, оксиду магнію, діоксиду кремнію) встановлюють у нормативному документі на конкретну продукцію залежно від її хімічного складу. Значення масової частки вологи

партії та інших особливих вимог замовника зазначають в договорах між виробником та споживачем.

До вимог щодо охорони навколишнього середовища та раціонального використання ресурсів належать норми вмісту основного компонента (масової частки заліза).

Контрольовані партії продукції формують із технологічною потоку або складу. Транспортування продукції виконують навалом у відкритих залізничних вагонах, трюмах суден або інших транспортних засобах згідно з чинними правилами перевезень вантажів. Вживають заходи проти змерзання продукції і примерзання її до стінок та підлоги вагонів у зимовий час, а також терміни початку й закінчення застосування засобів профілактики мають відповідати вимогам чинних правил перевезення вантажів.

Виробник і споживач повинні зберігати продукцію насипом у відкритих або закритих складських приміщеннях в умовах, що унеможливають засмічення її іншими матеріалами. Норма точності визначання маси партії — згідно з ДСТУ 7273 [9].

На кожен прийняту партію, що її постачають, видають документ про якість (сертифікат), у якому зазначають:

- назву продукції,
- номер і дату видання протоколу випробування:
- масу партії в тонах;
- кількість і номери вагонів у партії, назву судна та іншою транспортною засобу;
- значення показників якості продукції, визначених під час приймальною випробування;
- підпис відповідальної особи й печатку ВТК;
- позначки нормативних документів, за якими вироблено продукцію.

1.3 Висновки до розділу 1

Виконано огляд технологічних процесів залізорудного підприємства, на прикладі діючого гірничо-збагачувального комбінату, який має повний технологічний цикл – від видобування сирової руди до виробництва залізорудних окатків.

Наведена схема руху залізорудної продукції від кар'єру до цеху виробництва окатків.

Розглянуто класифікація продукції залежно від способу її отримання.

Наведені основні нормативні документи, що регламентують якісні показники залізорудної продукції, класифікацію продукції, методи випробувань.

2 МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ ПОКАЗНИКІВ ЗАЛІЗОРУДНОЇ ПРОДУКЦІЇ

2.1 Відбір та підготовка проб

Відбір проб та підготовку проб для визначення показників якості залізорудної продукції виконують відповідно до ДСТУ 3195 [10], ДСТУ 3196 [11], ДСТУ ISO 3082 [12]. Основна вимога правильної схеми відбирання проб, полягає в тому, щоб забезпечити однакову можливість відбирати проби від усіх частин руди в партії та долучити проби в часткову або загальну пробу для аналізування. Найменший відхил від цієї основної вимоги може призвести до неприпустимої втрати точності. Не можна бути впевненим у тому, що неправильна схема відбирання проб забезпечить представництво проб.

Найпридатнішим місцем відбирання проби, з погляду задоволення зазначеної вище вимоги, є перепад потоку між стрічками конвеєра. Тут зручно відбирати через однакові інтервали повний поперечний переріз потоку руди, завдяки чому стає можливим одержання представницьких проб. Спроби перевірення молоткових пробовідбирачів показали значну систематичну похибку порівняно зі спадним потоком або відбиранням із зупиненої стрічки конвеєра. Відбирати проби безпосередньо із суден, штабелів, контейнерів і бункерів не можна тому, що не можливо занурити пробовідбиральний пристрій до днища й вилучити повністю стовпчик руди. Отже, немає однакової можливості відбирання проб від усіх частин партії.

Єдина ефективна методика — відбирання проб на перепаді потоку в кінці або між конвеєрною стрічкою, під час переміщення руди в судно, штабель, контейнер чи бункер або з них. Відбирати проби безпосередньо від нерухомих мас таких, як вантажівки чи вагони, дозволено лише для руд з номінальним верхнім розміром менше ніж 1 мм, за наявності пробовідбирального пристрою, наприклад щупа чи шнекового бура, які опускають на повну глибину шару концентрату в точці, що вибирають для відбирання проби, й вилучають повний

стовпчик концентрату. Відбирання проб здійснюють систематичним відбиранням проби чи на основі маси (2.1), чи на основі часу (2.2), за умови, що немає похибки, яку вводять періодичною зміною якості чи кількості. Методи, застосовувані для відбирання та готування проб, залежать від остаточного вибору схеми відбирання проб і від заходів, потрібних для доведення до мінімуму можливих систематичних похибок та до прийнятної величини загальної похибки.

Маса проби буде дорівнювати:

$$m = \frac{q \cdot L}{3,6 \cdot V_c}, \quad (2.1)$$

де q – продуктивність потоку руди на конвеєрній стрічці, т/год; L – ширина щілини відсікача первинного пробовідбірника, м; V_c – швидкість відсікача первинного пробовідбірника, м/с.

Мінімальну масу точкової проби, яку може бути відібрано, поки що без систематичної похибки, визначають мінімальною шириною щілини відсікача, та максимальною швидкістю відсікача.

Інтервал часу Δt , у хвилинах, між точковими пробами обчислюють за рівнянням:

$$\Delta t \leq \frac{60m}{q_{\max} n}, \quad (2.2)$$

де m – маса партії, т; q_{\max} – максимальна швидкість потоку руди на конвеєрній стрічці, т/год; n – кількість первинних точкових проб, яка залежить від виду матеріалу, крупності матеріалу, варіації якості.

Проби на вологу обробляють якнайшвидше та наважки зважують відразу. Якщо це неможливо, проби зберігають у герметичних місткостях із мінімумом вільного повітряного простору, щоб знизити будь-які зміни у вмісті вологи, але

готують без зволікання.

Готування проби охоплює кілька стадій, кожна стадія складається з таких дій: сушіння (за потреби), дроблення, перемішування та скорочування. Готувати пробу треба так, щоб не було забруднення чи внесення інших матеріалів і зміни її якості. Пробу, треба зберігати в герметичному, вологонепроникному контейнері, щоб унеможливити будь-які зміни в масовій частці вологи. Для виявлення будь-яких суттєвих помилок методу регулярно треба виконувати експериментальне контролювання похибки готування та систематичної похибки. Випробну пробу готують від кожної точкової проби, від кожної часткової проби, складеної з точкових проб чи від загальної проби, складеної з часткових або точкових проб. Загальну пробу складають з усіх точкових або часткових проб, або після відбирання, або після окремого готування на відповідній стадії скорочування. Часткові проби складають із двох чи більше точкових проб, чи після відбирання, чи після окремого готування на відповідній стадії скорочування.

2.2 Масова частка заліза загального

Масову частку заліза загального в залізній руді, залізорудному концентраті, агломераті, окиснених залізорудних окатках і бирикетах визначають за ДСТУ 8811.1 [2] титрометричним методом для масової частки від 10 % до 72,5 %.

Метод ґрунтується на відновлюванні тривалентного заліза розчином двохлористого олова до двовалентного й титруванні останнього розчином двохромовокислою калію за наявності індикатору — дифеніламіносульфонату натрію. Надлишок відновника окислюють хлоридом ртуті (II).

Масову частку загального заліза (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{c(V_3 - V_1)K}{m} 100, \quad (2.3)$$

де c – масова концентрація розчину двохромовоокислого калію за залізом, г/см³; V_3 – об'єм розчину двохромовоокислою калію, витрачений на титрування аналізованою розчину, см³; V_1 — об'єм розчину двохромовоокислого калію, витрачений на титрування розчину контрольного дослід, см³; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки загального заліза на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою:

$$K = \frac{100}{100 - W_r}, \quad (2.4)$$

де W_r – масова частка гігроскопічної вологи в аналізованій пробі, яку визначають згідно з ДСТУ ISO 2596 [10]. Якщо $W_r = 0$, $K = 1$.

Перевіряють прийнятність результатів аналізування згідно з ДСТУ 8811.0 [14] з урахуванням вимог ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-6 [15], відповідно до табл. 2.1.

Таблиця 2.1 – Значення показника точності методики та нормативів контролювання точності результатів вимірювань у відсотках

Масова частка загального заліза	Межа збіжності, r за $P=0,95$	Межа відтворюваності, R	Норматив контролю внутрішньо-лабораторної прецизійності R_w за $P=0,95$	Показник точності, довірчі межі похибки, $\pm\Delta$, за $P=0,95$	Норматив контролю виконання вимірювання, K , за $P=0,90$
(10,0 – 20,0]	0,20	0,28	0,24	0,20	0,14
(20,0 – 50,0]	0,3	0,4	0,3	0,3	0,2
(50,0 – 72,5]	0,4	0,6	0,5	0,4	0,3

Результати визнають прийнятними, якщо абсолютна розбіжність між результатами двох вимірів (X_1, X_2) не перевищує значення межі повторюваності r :

$$|X_1 - X_2| \leq r \quad (2.5)$$

де X_1 і X_2 – результати паралельних вимірів; $r=2,77\sigma_y$ ($P=0,95$), P – прийнятий рівень довірчої ймовірності, σ_y – середній квадратичний відхил результатів вимірювання.

Результати вважають задовільними, якщо відхил результатів визначення масової частки компонента в зразку для контролювання \bar{X} від атестованого (розрахункового значення) A_{cs} не перевищує норматив контролю K_T :

$$|\bar{X} - A_{cs}| \leq K_T, \quad (2.6)$$

$$K_T = 1,64\sigma_{Rл} (P=0,90). \quad (2.7)$$

Розбіжність між двома результатами \bar{X}_1 та \bar{X}_2 не повинна перевищувати норматив контролю внутрішньолабораторної прецизійності $Rл$:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq Rл, \quad (2.8)$$

$$Rл = 2,77\sigma_{Rл} (P=0,95). \quad (2.9)$$

$\sigma_{Rл}$ – показник прецизійності (середній квадратичний відхил результатів вимірювання) за ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-3 [16].

Результати вимірювань, отриманих у двох лабораторіях \bar{X}_1 та \bar{X}_2 , вважають прийнятними за умови:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R_w, \quad (2.10)$$

Результати вимірювань \bar{X}_1 та \bar{X}_2 отримані в різних умовах. У разі порушення вищезазначених умов, збільшують кількість результатів вимірювань, усувають причини, що спричинили недопустиму розбіжність результатів вимірювання.

2.3 Масова частка діоксиду кремнію

Масову частку діоксиду кремнію в залізній руді, залізорудному концентраті, агломераті, окиснених залізорудних окатках і бирикетах визначають за ДСТУ 8811.2 [3] гравіметричним методом для масової частки від 1% до 45% та спектрофотометричний метод для масової частки від 0,2 % до 20% (табл. 2.2).

Таблиця 2.2 – Значення показника точності методики та нормативів контролювання точності результатів вимірювань у відсотках

Масова частка діоксиду кремнію	Межа збіжності, r за $P=0,95$	Межа відтворюваності, R	Норматив контролю внутрішньо-лабораторної прецизійності R_w за $P=0,95$	Показник точності, довірчі межі похибки, $\pm\Delta$, за $P=0,95$	Норматив контролю виконання вимірювання, K , за $P=0,90$
(0,2 – 0,5]	0,04	0,06	0,05	0,04	0,03
(0,50 – 1,0]	0,06	0,08	0,07	0,06	0,04
(1,0 – 2,0]	0,09	0,13	0,11	0,09	0,06
(2,0 – 5,0]	0,16	0,23	0,19	0,16	0,11
(5,0 – 10,0]	0,24	0,33	0,28	0,24	0,16
(10,0 – 20,0]	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3
(20,0 – 45,0]	0,7	1,0	0,8	0,7	0,5

Гравіметричний методом ґрунтується на виділені кремнієвої кислоти за наявності желатину і хлороводневого розчину за температури не вище ніж 60 °С.

Розкладання здійснюють розчиненням залізної руди, залізорудного концентрату, агломерату, окиснених залізорудних окатків чи бирикетів у хлористоводневій кислоті з доплавленням нерозчинного залишку з вуглекислим натрієм або спіканням із сумішшю вуглекислого натрію, щавлевої кислоти й азотнокислого калію.

Масову частку діоксиду кремнію (X) у відсотках гравіметричним методом обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} K \cdot 100, \quad (2.11)$$

де m_1 – маса тиглю з осадом оксиду кремнію до оброблення фтористоводневою кислотою, г; m_2 – маса тиглю із залишком після оброблення фтористоводневою кислотою, г; m_3 – маса тиглю з осадом холостого досліду до оброблення фтористоводневою кислотою, г; m_4 – маса тиглю із залишком холостого досліду до оброблення фтористоводневою кислотою, г; m — маса наважки, г; K — коефіцієнт перерахування масової частки загального заліза на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

За спектрофотометричним методом, після приготування проби застосовують спектрофотометр або фотокалориметр зі світлофільтром в інтервалі довжини хвиль 600 нм до 750 нм. Масову частку діоксиду кремнію знаходять за градувальним графіком за отриманими значеннями оптичної щільності досліджуваного розчину.

Масову частку діоксиду кремнію (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 K \cdot 100}{m \cdot 1000}. \quad (2.12)$$

де m_1 – маса діоксиду кремнію, знайдена за градуювальним графіком, мг; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки діоксиду кремнію на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

2.4 Масова частка оксиду кальцію та оксиду магнію

Масову частку оксиду кальцію та оксиду магнію в залізній руді, залізорудному концентраті, агломераті, окиснених залізорудних окатках і бирикетах визначають за ДСТУ 8811.3 [4] гравіметричним методом для масової частки оксиду кальцію та оксиду магнію від 1% до 30%, комплексонометричним методом для масової частки оксиду кальцію та оксиду магнію від 0,3% до 30%, атомно-абсорбційним методом для масової частки оксиду кальцію від 0,015% до 20% та оксиду магнію від 0,015% до 10% (табл. 2.3).

Гравіметричний метод передбачає підготовку розчину [4] з подальшим зважуванням та обробкою результатів вимірювань для визначення оксиду кальцію за формулою:

$$X = \frac{m_1 K \cdot 100}{m \cdot 1000}. \quad (2.13)$$

де m_1 – маса осаду оксиду кальцію після прожарювання за відніманням контрольного дослідження, г; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки оксиду кальцію на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

Обробку результатів вимірювань для визначення оксиду магнію виконують за формулою:

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,3621 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000}. \quad (2.14)$$

Таблиця 2.3 — Значення показника точності методики та нормативів контролювання точності результатів вимірювань у відсотках

Масова частка оксиду кальцію	Межа збіжності, r за $P=0,95$	Межа відтворюваності, R	Норматив контролю внутрішньо-лабораторної прецизійності R_w за $P=0,95$	Показник точності, довірчі межі похибки, $\pm\Delta$, за $P=0,95$	Норматив контролю виконання вимірювання, K , за $P=0,90$
(0,015 – 0,1]	0,006	0,009	0,0075	0,006	0,0045
(0,1 – 0,2]	0,025	0,033	0,029	0,025	0,017
(0,2 – 0,5]	0,06	0,08	0,073	0,06	0,04
(0,5 – 1,0]	0,1	0,14	0,122	0,1	0,067
(1,0 – 2,0]	0,15	0,22	0,18	0,15	0,1
(2,0 – 4,0]	0,2	0,28	0,23	0,2	0,13
(4,0 – 8,0]	0,3	0,41	0,35	0,3	0,2
(8,0 – 16,0]	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3
(16,0 – 30,0]	0,5	0,71	0,57	0,5	0,36
Масова частка оксиду магнію					
(0,015 – 0,05]	0,005	0,0075	0,0063	0,05	0,0038
(0,05 – 0,2]	0,01	0,015	0,0125	0,01	0,0075
(0,2 – 0,5]	0,04	0,053	0,047	0,4	0,027
(0,5 – 1,0]	0,1	0,14	0,122	0,1	0,67
(1,0 – 2,0]	0,15	0,22	0,18	0,15	0,1
(2,0 – 5,0]	0,2	0,28	0,23	0,2	0,13
(5,0 – 10,0]	0,3	0,41	0,35	0,3	0,2
(10,0 – 20,0]	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3
(20,0 – 30,0]	0,5	0,71	0,57	0,5	0,36

де m_1 – маса осаду пірофосфату магнію після прожарювання за відніманням контрольного дослід, г; 0,3621 – коефіцієнт перерахунку пірофосфату магнію на оксид магнію; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки оксиду магнію на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

Комплексонометричний метод ґрунтується на титруванні трилоном Б кальцію за $\text{pH} \sim 13$ за наявності індикатора кислотного хрому темно-синього або суміші індикаторів флуарексону і тимолфталейну й магнію за $\text{pH} \sim 9-10$ (після відокремлення його у вигляді гідроокису) наявності індикатора кислотного хрому темно-синього або тимолфталексону.

Масову частку оксиду кальцію (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C(V - V_1) \cdot V_2 \cdot K \cdot 100}{V_3 \cdot m} \quad (2.15)$$

де C – масова концентрація розчину трилону Б, обчислена за оксидом кальцію г/см³; V – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування оксиду кальцію в аліквоті аналізованого розчину, см³; V_1 – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування оксиду кальцію в аліквоті контрольного дослід, см³; V_2 – об'єм усього аналізованого розчину, см³; V_3 – об'єм аліквоти аналізованого розчину, см³; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки оксиду кальцію на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

Масову частку оксиду магнію (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C(V - V_1) \cdot V_2 \cdot K \cdot 100}{V_3 \cdot m} \quad (2.16)$$

де C – масова концентрація розчину трилону Б, обчислена за оксидом магнію, г/см³; V – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування оксиду кальцію й

оксиду магнію в аліквоті аналізованого розчину, см^3 ; V_1 – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування оксиду кальцію в аліквоті контрольного дослідження, см^3 ; V_2 – об'єм усього аналізованого розчину, см^3 ; V_3 – об'єм аліквоти аналізованого розчину, см^3 ; m – маса наважки, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки оксиду кальцію на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

Суть методу атомної абсорбції ґрунтується на вимірюванні поглинання випромінювання атомами кальцію за довжини хвилі 422,7 нм, атомами магнію – за довжини хвилі 285,2 нм. Для атомізації розчину під час визначення оксиду кальцію використовують полум'я закису азон-ацетилен, під час визначення магнію – повітря – ацетилен.

Масову частку оксиду кальцію (оксиду магнію) визначають з використанням градуовального графіку за формулою:

$$X = \frac{m_1 K \cdot 100}{m \cdot 1000}. \quad (2.17)$$

m_1 – маса оксиду кальцію (оксиду магнію) що знайдено за градуовальним графіком, мг; m – маса наважки, що відповідає аліквоті розчину, г; K – коефіцієнт перерахування масової частки оксиду кальцію (оксиду магнію) на його масову частку в сухому матеріалі, обчислений за формулою (2.4).

2.5 Міцність на стиснення

Показник міцність на стиснення визначається для окатків залізорудних за ДСТУ ISO 4700 [6], де встановлено метод, який встановлює міру стиснення навантаженням, за якої відбувається руйнування гарячеобпалених окатків.

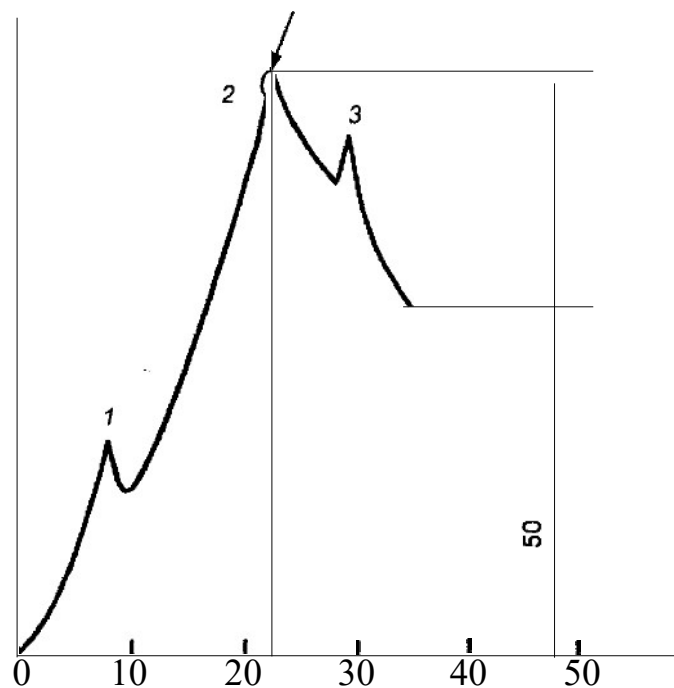
Виконують випробування на 60 або більше одиночних окатках. Зразок для випробування (по одному окатку) вміщують приблизно в центрі нижньої частини

загартованої поверхні пластини. До пластини застосовують навантаження з постійною швидкістю від 10 мм/хв до 20 мм/хв протягом усього періоду випробування.

Випробування завершують, коли:

1) або навантаження знизиться до величини 50%, або більше максимального навантаження що зареєстровано, як вказано на рисунку 2.1.

2) або проміжок між пластинами зменшиться до 50% попереднього середнього діаметра зразка для випробування, рисунок 2.2.



X – стиснення, %; Y – навантаження даН; 1 – перший пік; 2 – другий пік;
3 – третій пік; 4 – зупинка; 5 – міцність.

Рисунок 2.1 – Визначення міцності на стиснення за, як пояснено на прикладі 1

У будь якого випадку, міцність на стиснення – це максимальне навантаження, що досягається впродовж випробування.

Для автоматичного устаткування значення міцності окремого окатка нижче ніж 10 даН мас бути вилучено з розрахунку результатів.

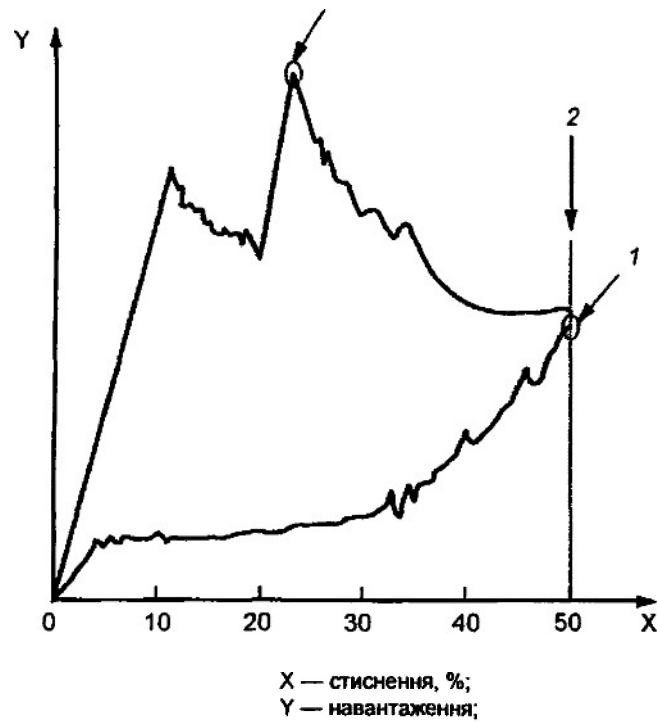


Рисунок 2.2 — Визначення міцності на стиснення за методом, як пояснено на прикладі 2

Міцність на стиснення, визначають як середнє арифметичне всіх отриманих вимірювань. Результат виражають у деканьютонах на окаток до першою десяткового знака.

2.6 Показник міцності та стирання

Показники міцності та стирання визначається за ДСТУ 3200 [7], що поширюється на сортовані грудкові залізні і миті марганцеві руди, агломерати і окатки (далі — руда) і встановлює метод визначення міцності. Метод ґрунтується на механічній обробці руди в обертовому сталевому барабані з по- визначенням за допомогою ситового аналізу зміни гранулометричного складу проби, що характеризує здатність руди чинити опір удару та стиранню.

Міцність руди у відсотках визначають за формулою:

$$X = \frac{m_1}{m_1 + m_2 + m_3} 100. \quad (2.18)$$

де m_1 – маса руди класу крупності понад 5 (6,3) мм, після випробувань в барабані, кг; m_2 – маса руди класу крупності від 5 (6,3) мм до 0,5 мм, після випробувань в барабані, кг; m_3 — маса руди класу крупності менш як 0,5 мм, після випробувань в барабані, кг.

Опір стиранню руди у відсотках визначають за формулою:

$$X = \frac{m_3}{m_1 + m_2 + m_3} 100. \quad (2.19)$$

Допустимі розбіжності між результатами визначень паралельних проб не повинні перевищувати значень, наведених у таблиці 2.4.

Таблиця 2.4 – Допустимі розбіжності між результатами визначень паралельних проб

Назва показника	Допустимі розбіжності		
	окатки	агломерати	Руди доменні і сортовані, концентрати марганцеворудні
Міцність	3	2	4
Опір стиранню	2	1,5	2

Якщо розбіжності між результатами паралельних визначень перевищують наведені величини, визначення повторюють.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне двох найбільш близьких результатів.

2.7 Масова частка контрольного класу крупності

Масова частка контрольного класу крупності залізорудної продукції визначається за ДСТУ ISO 4701 [8].

Визначення гранулометричного складу залізорудної продукції можна виконувати на «сухих» або «природних» (чи «безпосередньо після отримання») основних компонентах. Перед визначенням розміру частки потрібно спланувати всю послідовність супровідних процедур. Основа для визначення та послідовність супровідних процедур залежатимуть від:

- 1) призначеності аналізування сит;
- 2) властивостей залізної руди, що оцінюють;
- 3) виду проби залізорудної продукції, наприклад загальна проба, точкові або часткові проби;
- 4) устаткування, що в наявності.

Основні цілі визначання розміру частки такі:

а) вимірювання маси й обчислення відсотків маси руди, які пройшли або збереглися на одному чи більше контрольних ситах.

Вибір розмірів вічка сита визначають розміром ряду(-ів), що відповідає максимальному розміру частки продукту що аналізують.

б) створення кривої повного гранулометричного складу.

Вибір вічок сита залежить від аналізування, потрібного для кривої та дотримання граничних умов, що обмежують навантаження сита.

Вплив масової частки вологи в об'ємі проби на скорочення та розсіювання проби оцінюють перед процедурою визначання крупності.

Відсоток кожною класу крупності обчислюють за формулою із точністю до першого десяткового знаку так:

$$X = \frac{m_1}{m_1 + m_2 + \dots + m_n} \cdot 100. \quad (2.20)$$

де m_1 – маса класу крупності продукту, кг; $m_1 + m_2 + \dots + m_n$ – загальна маса всіх класів крупності, кг.

Похибка вимірювання класу крупності залізородного продукту складається з похибки підготовки, приготування та вимірювання та оцінена в ДСТУ ISO 3082 [12].

2.8 Висновки до розділу 2

Наведені особливості відбору та підготовки проб при визначенні показників якості залізородної продукції.

Виконано огляд методик вимірювання показників якості залізородної продукції: масової частки заліза загального, масової частки діоксиду кремнію; масової частки оксиду кальцію та оксиду магнію; міцності на стиснення; показника міцності та стирання; масової частки контрольного класу крупності.

Наведені значення показників точності методик та нормативів контролювання точності результатів вимірювань показників якості залізородної продукції.

3 ПРАКТИЧНЕ ЗАСТОСУВАННЯ МЕТОДИКИ ВИМІРЮВАННЯ ЗАЛІЗА ЗАГАЛЬНОГО ТА ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ

3.1 Методика вимірювання масової частки заліза загального в рудах залізних, концентратах, агломератах і окатках

Масова частка заліза загального є основним компонентом, який належить до вимог охорони навколишньої середовища та раціонального використання ресурсів – надр України. Лабораторії металургійних підприємств зазвичай розробляють внутрішні методики вимірювань, які базуються на вимогах та нормах точності стандартизованих методик. Лабораторії оцінки готової продукції часто проходять акредитацію в Національному агентстві з акредитації України на відповідність ДСТУ EN ISO/IEC 17025 [17]. Розглянемо приклад практичного застосування методики на базі ДСТУ 8811.1 [2], що наведена в п. 2.2 цієї роботи.

3.1.1 Опис методики вимірювань

Методика вимірювань масової частки заліза загального МВ №Х призначена для вхідного контролю сировини, контролю технологічних процесів та готової залізородної продукції титрометричним методом для масової частки заліза від 10 % до 72,5 %.

Метод ґрунтується на відновлюванні тривалентного заліза розчином двохлористого олова до двовалентного й титруванні останнього розчином двохромової кислоти калію за наявності індикатора — дифеніламіносульфонату натрію. Надлишок відновника окислюють хлоридом ртуті (II).

Під час виконання вимірювань витримуються умови оточуючого середовища, зазначені в таблиці 3.1

Таблиця 3.1 – Умови виконання вимірювань

№ п/п	Найменування показника	Діапазон значень
1	Температура оточуючого середовища в приміщеннях, °С: вагова кімната аналітична зала	20 ± 2 20 ± 5
2	Відносна вологість повітря, не більше, %	80
3	Напруга в мережі змінного струму, В	220 ± 22
4	Частота струму, Гц	50 ± 1

Засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання, що використовуються під час вимірювань, підлягають періодичній повірці, калібруванню чи перевірці метрологічних характеристик, наведені в таблиці 3.2

Таблиця 3.2 – Засоби вимірювальної техніки, випробувальне обладнання

Назва обладнання	Метрологічні характеристики обладнання
Ваги аналітичні Mettler Toledo, XS64	Діапазон вимірювання до 61 г, $U = \pm 0,00017$ г
Електрошафа сушильна СНОЛ 58/350	Діапазон температур від 0 °С до 350 °С, $U = \pm 0,26$ °С
Гігрометр психрометричний ВИТ-2	Діапазон вимірювання температури (15 - 40) °С $U = \pm 0,19$ °С
Бюретка	

Відповідно до вимог ДСТУ EN ISO/IEC 17025 [17] засоби вимірювальної техніки, що вносять істотний вплив у результат вимірювання повинні підлягати калібруванню та мати оцінену невизначеність вимірювання (U).

Масову частку загального заліза (X) у відсотках обчислюють за формулою 2.1 паралельно в двох наважках. Одночасно з аналізуванням виконують

холостий дослід для внесення до результату виправлення на забруднення реактивним компонентом. Результати визнають прийнятними, якщо абсолютна розбіжність між результатами двох вимірів (X_1, X_2) не перевищує значення межі повторюваності r , що обчислена за формулою (2.3). Якщо умова виконується, за результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів паралельних вимірювань. Якщо ні, кількість дослідів збільшують, застосовують аналізування згідно з ДСТУ 8811.0 [14], виявляють причину розбіжностей.

Вимоги до характеристик точності методики вимірювань масової частки заліза загального МВ №Х відповідають вимогам ДСТУ 8811.1 [2], та наведені в таблиці 2.2 цієї роботи.

3.1.2 Алгоритм оцінки невизначеності вимірювань для масової частки заліза загального за МВ №Х

Базовий алгоритм оцінки невизначеності вимірювань визначений в [17] і складається з наступних етапів:

1) Складання моделі вимірювання

Модель вимірювання виражає залежність між вихідною (вимірюваною) величиною X і вхідними величинами, та виражена формулами:

$$Y = T \frac{V_n \cdot 100 \%}{M}, \%; \quad (3.1)$$

$$T = \frac{A \cdot m}{V \cdot 100 \%}, \text{ г/см}^3, \quad (3.2)$$

де T – титр; $V_n (V)$ – об'єм титрованого розчину для проби (стандартного зразка), г; M - маса наважки проби що аналізується, г; A – атестоване значення стандартного зразка, мас. частка, % ; m – маса наважки стандартного зразка (СЗ), г;

2) Оцінювання вхідних величин

При проведенні багаторазових вимірювань за значення i -ї вхідної величини

приймають середнє арифметичне результатів ряду окремих спостережень:

$$T_i = \frac{A \cdot m_i}{V_i \cdot 100\%}, \text{ г/см}^3;$$

$$X_i = T \frac{V_{ni} \cdot 100\%}{M_i}, \text{ \%};$$

3) Обчислення оцінки вимірювальної величини

Оцінку вимірюваної величини отримують при підстановці в модель вимірювання оцінок вхідних величин

$$T_{\text{ср}} = \frac{T_1 + T_2 + T_3}{3}, \text{ г/см}^3, \text{ \%};$$

$$Y_{\text{ср}} = 100\% \cdot \bar{T} \frac{1}{2} \sum_{i=1}^2 \frac{V_{ni}}{M_i} = 50 * \bar{T} * \left(\frac{V_{n1}}{M_1} + \frac{V_{n2}}{M_2} \right).$$

4) Обчислення стандартних невизначеностей вхідних величин

$$u_B(M) = \frac{U(M)}{k} \text{ – де } k = 2; \quad u_B(m) = \frac{U(m)}{k} \text{ – де } k = 2;$$

$$u_B(V) = \frac{\theta_V}{\alpha}, \alpha = \sqrt{3} \text{ – для рівномірного закону розподілу значень } V;$$

$u_B(A) = \frac{\theta_A}{\alpha}, \alpha = \sqrt{3}$ – для рівномірного закону розподілу можливих значень A ;

$u_B(m) = \frac{\theta_A}{\alpha}, \alpha = \sqrt{3}$ – для рівномірного закону розподілу можливих значень A .

5) Обчислення внесків невизначеностей вхідних величини у невизначеність вимірювальної величини:

$$u_{m_i}(T) = C_{m_i} \cdot u(m_i); \quad u_A(T) = C_A \cdot u(A); \quad u_{V_i}(T) = C_{V_i} \cdot u(V_i),$$

де C – коефіцієнт чутливості, показує, як оцінка вихідної величини Y змінюватиметься зі зміною оцінок вхідних величин і X . Їх знаходять як часткові похідні вихідної величини за кожною з вхідних величин:

$$C_A = \frac{\partial \bar{T}}{\partial A} = \frac{1}{300} \sum_{i=1}^3 \frac{m_i}{V_i}; \quad C_{m_i} = \frac{\partial \bar{T}}{\partial m_i} = \frac{A}{300 \cdot V_i}; \quad C_{V_i} = \frac{\partial \bar{T}}{\partial V_i} = -\frac{A \cdot m_i}{300 \cdot V_i^2}.$$

$$u_{\bar{T}}(Y) = C_{\bar{T}} \cdot u(\bar{T}), \text{ де } C_{\bar{T}} = \frac{\partial Y}{\partial \bar{T}} = 50 \left(\frac{V_{n1}}{M_1} + \frac{V_{n2}}{M_2} \right);$$

$$u_{V_{n1}}(Y) = C_{V_{n1}} \cdot u(V_{n1}), \text{ де } C_{V_{n1}} = \frac{\partial Y}{\partial V_{n1}} = 50 \cdot \frac{\bar{T}}{M_2};$$

$$u_{V_{n2}}(Y) = C_{V_{n2}} \cdot u(V_{n2}), \text{ де } C_{V_{n2}} = \frac{\partial Y}{\partial V_{n2}} = 50 \cdot \frac{\bar{T}}{M_2};$$

$$u_{M_1}(Y) = C_{M_1} \cdot u(M_1), \text{ де } C_{M_1} = \frac{\partial Y}{\partial M_1} = -50 \bar{T} \cdot \frac{V_{n1}}{M_1^2};$$

$$u_{M_2}(Y) = C_{M_2} \cdot u(M_2), \text{ де } C_{M_2} = \frac{\partial Y}{\partial M_2} = -50 \bar{T} \cdot \frac{V_{n2}}{M_2^2}.$$

6) Обчислення стандартної невизначеності вихідної величини (сумарної стандартної невизначеності) здійснюється за формулою, яка називається законом поширення невизначеності:

$$u(\bar{T}) = \sqrt{u_A^2(\bar{T}) + C_A^2 u^2(A) + \sum_{i=1}^3 C_{m_i}^2 u^2(m_i) + \sum_{i=1}^m C_{V_i}^2 u^2(V_i) =}$$

$$= \sqrt{u_{m1}^2(T) + u_{m2}^2(T) + u_{m3}^2(T) + u_{V1}^2(T) + u_{V2}^2(T) + u_{V3}^2(T) + u_A^2(T) + u_A^2(\bar{T})};$$

$$u_A(\bar{T}) = \frac{s(T)}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (T_i - \bar{T})^2} = \sqrt{\frac{1}{3 \cdot 2} \sum_{i=1}^3 (T_i - \bar{T})^2};$$

$$u_A(\bar{Y}) = \frac{r}{2.77};$$

$$u(Y) = \sqrt{u_{M1}^2(Y) + u_{M2}^2(Y) + u_{Vn1}^2(Y) + u_{Vn2}^2(Y) + u_T^2(Y) + (r/2.77)^2 =}$$

$$= \sqrt{u_A^2(\bar{Y}) * C_{\bar{T}}^2 * u^2(\bar{T}) + u^2(V_n)[C_{V_{n1}}^2 + C_{V_{n2}}^2] + C_{M1}^2 u^2(M_1) + C_{M2}^2 u^2(M_2)}$$

6) Обчислення коефіцієнта охоплення

$$v_{eff} = \frac{u^4(\bar{T})}{\frac{u_A^4}{2}} = 2 \left[\frac{u(\bar{T})}{u_A(T)} \right]^4;$$

$$v_{eff} = \frac{u^4(Y)}{\frac{[C_{\bar{T}} \cdot u(\bar{T})]^4}{v(\bar{T})}} = v(\bar{T}) \left[\frac{u(Y)}{C_{\bar{T}} \cdot u(T)} \right]^4;$$

$$k = t_{0.95}(v_{eff})$$

7) Обчислення розширеної невизначеності

Розширену невизначеність U отримують шляхом множення невизначеності вихідної величини (сумарної стандартної невизначеності) на коефіцієнт охоплення:

$$U(Y) = k \cdot u(Y).$$

8) Запис повного результату вимірювання

Повний результат вимірювання включає в себе оцінку вихідної величини і приписане їй значення розширеної невизначеності із зазначенням рівня довіри:

$$Y = y \pm U, p = 0,95.$$

9) Складання бюджету невизначеності

Бюджет включає список всіх вхідних величин, їх оцінок разом з приписаними їм стандартними невизначеностями вимірювання, коефіцієнтами чутливості і числами ступенів свободи. Крім інформації про вхідні величини до бюджету зручно включати інформацію про вимірювану величину: числове значення, сумарну стандартну невизначеність, ефективне число ступенів свободи, коефіцієнт охоплення і розширену невизначеність.

3.2 Приклад розрахунку невизначеності для масової частки заліза загального титриметричним методом

3.2.1 Значення показників лабораторії

Значення m і V для СЗ під час визначення титру T ; значення M і V_n для визначення масової частки заліза в пробі що аналізується наведені в таблиці 3.3

Таблиця 3.3 – Значення показників лабораторії

№ п/п	m (г)	V (см ³)
1	0,5018	30,15
2	0,5030	30,20
3	0,5026	30,20

№ п/п	M (г)	V_n (см ³)
1	0,5011	31,5
2	0,5012	31,4

де Y – масова частка заліза загального в пробі; M – маса наважки проби; m –

маса наважки стандартного зразка (СЗ); А – атестоване значення масової частки заліза загального в СЗ; V_n, V – об'єм титрованого розчину для проби і СЗ відповідно; $A = 62,00 \%$; $\theta_A = 0,1 \%$ (похибка із сертифікату); $\theta_V = 0,1 \%$ (похибка бюретки); $r = 0,47 \%$ (допустима розбіжність).

3.2.2 Розрахунок значень вхідних величин

$$T_1 = \frac{62,0\% \cdot 0,5018 \text{ г}}{30,15 \text{ см}^3 \cdot 100\%} = 0,01032 \text{ г/см}^3; \quad Y_1 = 0,01032 \frac{\text{г}}{\text{см}^3} \cdot \frac{31,5 \text{ см}^3 \cdot 100\%}{0,5011 \text{ г}} = 64,88 \%;$$

$$T_2 = \frac{62,0\% \cdot 0,5030 \text{ г}}{30,20 \text{ см}^3 \cdot 100\%} = 0,01033 \text{ г/см}^3; \quad Y_2 = 0,01032 \frac{\text{г}}{\text{см}^3} \cdot \frac{31,4 \text{ см}^3 \cdot 100\%}{0,5012 \text{ г}} = 64,66 \%;$$

$$T_3 = \frac{62,0\% \cdot 0,5026 \text{ г}}{30,20 \text{ см}^3 \cdot 100\%} = 0,01032 \text{ г/см}^3; \quad Y_{\text{ср}} = 50 \cdot 0,01032 \left(\frac{31,5}{0,5011} + \frac{31,4}{0,5012} \right) = 64,77 \%;$$

$$T_{\text{ср}} = \frac{T_1 + T_2 + T_3}{3} = \frac{0,01032 + 0,01033 + 0,01032}{3} = 0,01032 \text{ г/см}^3;$$

3.2.3 Розрахунок стандартних невизначеностей вхідних величин

$$u_{B(m1)} = \frac{0,00013 + 1,608 \cdot 10^{-5} \cdot 0,5018}{2} = 6,9034 * 10^{-5};$$

$$u_{B(m2)} = \frac{0,00013 + 1,608 \cdot 10^{-5} \cdot 0,5030}{2} = 6,9044 * 10^{-5};$$

$$u_{B(m3)} = \frac{0,00013 + 1,608 \cdot 10^{-5} \cdot 0,5026}{2} = 6,9041 * 10^{-5};$$

$$u_B(V_{1,2,3}) = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,057735;$$

$$u_B(V_{п1,п2}) = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,057735;$$

$$u_B(A) = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,05773503.$$

$$u_{B(M1)} = \frac{0,00013 + 1,608 \cdot 10^{-5} \cdot 0,5011}{2} = 6,9029 \cdot 10^{-5};$$

$$u_{B(M2)} = \frac{0,00013 + 1,608 \cdot 10^{-5} \cdot 0,5012}{2} = 6,9030 \cdot 10^{-5};$$

3.2.4 Розрахунок внесків невизначеностей вхідних величин в невизначеність величини що вимірюється

$$u_{m1}(T) = 0,006854 \cdot (6,90345 \cdot 10^{-5}) = 4,73 \cdot 10^{-5};$$

$$u_{m2}(T) = 0,00684 \cdot (6,90441 \cdot 10^{-5}) = 4,7249 \cdot 10^{-5};$$

$$u_{m3}(T) = 0,00684 \cdot (6,90409 \cdot 10^{-5}) = 4,7247 \cdot 10^{-5};$$

$$u_{v1}(T) = -0,00011408 \cdot 0,057735 = 6,587 \cdot 10^{-6};$$

$$u_{v2}(T) = -0,00011398 \cdot 0,057735 = 6,581 \cdot 10^{-6};$$

$$u_{v3}(T) = -0,00011389 \cdot 0,057735 = 6,575 \cdot 10^{-6};$$

$$u_{A(T)} = 0,000166 \cdot 0,057735 = 9,61124 \cdot 10^{-6};$$

$$u_{M1}(Y) = -64,738 \cdot 6,90288 \cdot 10^{-5} = -0,0044683;$$

$$u_{M2}(Y) = -64,507 \cdot 6,90296 \cdot 10^{-5} = -0,00445292;$$

$$u_{V1\Pi}(Y) = 1,029857 \cdot 0,057735 = 0,059458;$$

$$u_{V2\Pi}(Y) = 1,029652 \cdot 0,057735 = 0,059447;$$

$$C_{\bar{T}} = 50 \cdot \left(\frac{31,5}{0,5011} + \frac{31,4}{0,5012} \right) = 6275,56;$$

$$C_{m1} = \frac{62}{300 \cdot 30,15} = 0,006854616;$$

$$C_{m2} = \frac{62}{300 \cdot 30,2} = 0,006843267;$$

$$C_{m3} = \frac{62}{300 \cdot 30,2} = 0,006843267;$$

$$C_{V1} = -\frac{62 \cdot 0,5018}{300 \cdot 30,15^2} = -0,00011408;$$

$$C_{V2} = -\frac{62 \cdot 0,5030}{300 \cdot 30,20^2} = -0,00011398;$$

$$C_{V3} = -\frac{62 \cdot 0,5026}{300 \cdot 30,20^2} = -0,00011389;$$

$$C_{M1} = -50 \cdot 0,010321 \frac{31,5}{0,5011^2} = -64,7386211;$$

$$C_{M2} = -50 \cdot 0,010321 \frac{31,4}{0,5012^2} = -64,5073528;$$

$$C_{Vn1} = 50 \frac{31,5}{0,5011} = 1,029857874;$$

$$C_{v_{n2}} = 50 \frac{31,4}{0,5012} = 1,029652396;$$

$$C_A = \frac{1}{300} \left(\frac{0,5018}{30,15} + \frac{0,5030}{30,20} + \frac{0,5026}{30,20} \right) = 0,000166;$$

$$u(\bar{T}) = 6,04619 \cdot 10^{-5}.$$

3.2.5 Розрахунок сумарної стандартної невизначеності

$$u_A(\bar{T}) = 6,10207 \cdot 10^{-5}.$$

$$u(Y) = 0,10608.$$

3.4.6 Розрахунок коефіцієнта охоплення

$$v_{eff} = 2 \cdot \left[\frac{6,044619 \cdot 10^{-5}}{9,6112 \cdot 10^{-6}} \right]^4 = 3132,1261; \quad k = t_{0,95}(v_{eff}) = 1,96;$$

$$v_{eff}(Y) = 50683,97293; \quad k = t_{0,95}(v_{eff}) = 1,96.$$

3.2.7 Визначення розширеної невизначеності

$$U(T) = k \cdot u(T) = 1,96 \cdot 1,61309 \cdot 10^{-5} = 3,1628 \cdot 10^{-5};$$

$$U(Y) = k \cdot u(Y) = 1,96 \cdot 0,10608 = 0,21.$$

3.2.8 Запис повного результату вимірювання

$$Y = (64,77 \pm 0,21)\%, \quad p = 0,95.$$

3.2.9 Складання бюджету невизначеності

Бюджет невизначеності представлений в таблиці 3.3.

Таблиця 3.3 – Бюджет невизначеності

Вхідна величина	Оцінка вхідної величини	Стандартна невизначеність	Число ступенів свободи	Вклад невизначеності
X_i	x_i	$u(x_i)$	ν_i	$u_i(y)$
$M_1, \text{г}$	0,5011	$6,90288 \cdot 10^{-5}$	10000	-0,004468832
$M_2, \text{г}$	0,5012	$6,90296 \cdot 10^{-5}$	10000	-0,00445292
$V_1, \text{см}^3$	31,5	0,057735	10000	0,059458872
$V_2, \text{см}^3$	31,4	0,057735	10000	0,059447009
$T, \text{г/см}^3$	0,0103	$1,61309 \cdot 10^{-5}$	3132,126125	0,101230383
Величина що вимірюється	Виміряне значення	Сумарна стандартна невизначеність	Ефективне число ступенів свободи	Розширена невизначеність
Y	y	$u(y)$	ν_{eff}	U
64,88	64,77	0,10608	50683,9	0,21
64,66				

3.3 Висновки до розділу 3

Розглянута методика вимірювання масової частки заліза загального в рудах залізних, концентратах, агломератах і окатках. Наведений опис методики вимірювань. Розроблено алгоритм оцінки невизначеності вимірювань для масової частки заліза загального за МВ №Х.

Розглянутий приклад розрахунку невизначеності для масової частки заліза загального титриметричним методом.

ВИСНОВКИ

Виконано огляд технологічних процесів залізорудного підприємства, на прикладі діючого гірничо-збагачувального комбінату, який має повний технологічний цикл – від видобування сирової руди до виробництва залізорудних окатків.

Наведена схема руху залізорудної продукції від кар'єру до цеху виробництва окатків.

Розглянуто класифікація продукції залежно від способу її отримання.

Наведені основні нормативні документи, що регламентують якісні показники залізорудної продукції, класифікацію продукції, методи випробувань.

Наведені особливості відбору та підготовки проб при визначенні показників якості залізорудної продукції.

Виконано огляд методик вимірювання показників якості залізорудної продукції: масової частки заліза загального, масової частки діоксиду кремнію; масової частки оксиду кальцію та оксиду магнію; міцності на стиснення; показника міцності та стирання; масової частки контрольного класу крупності.

Наведені значення показників точності методик та нормативів контролювання точності результатів вимірювань показників якості залізорудної продукції.

Розглянута методика вимірювання масової частки заліза загального в рудах залізних, концентратах, агломератах і окатках. Наведений опис методики вимірювань. Розроблено алгоритм оцінки невизначеності вимірювань для масової частки заліза загального за МВ №Х.

Розглянутий приклад розрахунку невизначеності для масової частки заліза загального титриметричним методом.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. ДСТУ 3704:2013 Продукція залізорудна. Загальні технічні умови
2. ДСТУ 8811.1:2018 Руди залізні, концентрати, агломерати, окатки та брикети. Метод визначення загального заліза
3. ДСТУ 8811.2:2018 Руди залізні, концентрати, агломерати, окатки та брикети. Методи визначення діоксиду кремнію
4. ДСТУ 8811.3:2019 Руди залізні, концентрати, агломерати, окатки та брикети. Методи визначення оксиду кальцію та оксиду магнію
5. ДСТУ 8811.5:2020 Руди залізні, концентрати, агломерати, окатки та брикети. Метод визначення заліза (II) у перерахунку на оксид
6. ДСТУ ISO 4700:2017 Окатки залізорудні для доменної печі та для сировини прямого відновлювання. Метод визначення міцності на стиснення (ISO 4700:2015, IDT)
7. ДСТУ 3200-95 Руди залізні і марганцеві, агломерати і окатки. Метод визначення міцності в обертовому барабані. З поправкою
8. ДСТУ ISO 4701:2019 Руди залізні та залізо прямого відновлювання. Визначення гранулометричного складу методом розсіювання (ISO 4701:2019, IDT)
9. ДСТУ 7273:2012 Руди залізні, концентрати, агломерати та окатки. Методи та норми точності визначання маси
10. ДСТУ 3195:2015 Рудизалізні та марганцеві. Методи відбирання проб.
11. ДСТУ 3196:2015 Рудизалізні та марганцеві. Методи готування проб.
12. ДСТУ ISO 3082:2018 Руди залізні. Методи відбирання та готування проб (ISO 3082:2017, IDT).
13. ДСТУ ISO 2596:2009 Руди залізні. Визначення гігроскопічної вологи у пробах для аналізу. Гравіметричний метод, метод Карла Фішера та метод втрати маси (ISO 2596:2006, IDT).

14. ДСТУ 8811.0:2019 Руди залізні, концентрати, агломерати, окатки та брикети. Загальні вимоги до методів хімічного аналізування.

15. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значення точності на практиці (ГОСТ ИСО 5725-6-2003, IDT).

16. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-3 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 3.

17. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM, 2008, 134 p.