

УДК 778

И.К. Младецкий, П.И. Пилов

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОГРЕШНОСТИ ВЫЧИСЛЕНИЯ
КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СЛОЖНЫХ
РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫХ СХЕМ**

Семинар № 24

Технологическая схема обогащения полезных ископаемых состоит из определенной последовательности операций подготовки, разделения и смешения. Первоочередной задачей технологического расчета таких соединений является определение извлечения узких фракций в продукты, получаемые во всех операциях схемы.

Основным параметром обогатительного производства есть выход продукта при выполнении разделительной операции, который чаще всего вычисляется на основании опробования качественных показателей. При этом неотъемлемой частью процесса контроля является анализ погрешности такого определения. Поскольку обычно процесс разделения является бинарным, то выход определяют по трем показателям. Если известны погрешности измерения каждой из этих величин, можно определить погрешность выхода. По мере усложнения разделительной схемы вычисление погрешности усложняется.

В случае, когда сложность разделительной схемы заключается в большом количестве обратных связей, аналитические преобразования становятся практически невозможными и единственным способом вычисления погрешности выхода остается численное исследование. При этом проблема состоит в определении частных производных от сепарационных характеристик и частных произ-

водных от функции распределения частиц по фракциям для сложной технологической схемы. С усложнением технологической схемы разделения эти производные становятся все более сложными и в определенный момент становятся настолько громоздкими, что их анализ практически невозможен. Следовательно, становится невозможным и вычисление погрешности выхода.

В настоящей работе предлагается подход, позволяющий определить искомую погрешность путем применения численных методов.

Сепарационные характеристики $P(\alpha)$ и функции распределения частиц по фракциям $F(\alpha)$ могут быть получены экспериментально. Именно по этой причине погрешности определения по каждой фракции можно считать известными:

$$\sigma_{p_{\alpha_1}}, \sigma_{p_{\alpha_2}}, \dots, \sigma_{p_{\alpha_n}}; \sigma_{F_{\alpha_1}}, \sigma_{F_{\alpha_2}}, \dots, \sigma_{F_{\alpha_n}}.$$

Выход продукта сложной схемы будет вычислен на основании многократного решения системы линейных уравнений баланса продуктов. Предположим вначале, что в результате получено определенное значение γ_1 .

Зная его, даем приращение функции $P(\alpha)$. Например, сдвигаем ее вверх или вниз, и вновь вычисляем выход. Теперь это будет γ_2 .

Рис. 1. Сепарационная характеристика аппарата и функция распределения сродков

Для определения погрешности необходимо, чтобы функции $F(\alpha)$ и $P(\alpha)$ имели производные на всем диапазоне α .

В данном случае дифференциал функции будет:

$$\Delta P(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) - P_2(\alpha_i);$$

$$\Delta \Delta F(\alpha_i) = \Delta F_1(\alpha_i) - \Delta F_2(\alpha_i).$$

Тогда дифференциал аргумента получается:

$$\Delta \gamma_P(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) \Delta F(\alpha_i) - P_2(\alpha_i) \Delta F(\alpha_i);$$

;

$$\Delta \gamma_F(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) \Delta F_1(\alpha_i) - P_1(\alpha_i) \Delta F_2(\alpha_i).$$

Производные функции можно записать следующим образом:

$$\frac{\partial \gamma_P}{\partial P} = \frac{\Delta \gamma_P(\alpha_i)}{\Delta P(\alpha_i)}; \quad \frac{\partial \gamma_F}{\partial F} = \frac{\Delta \gamma_F(\alpha_i)}{\Delta \Delta F(\alpha_i)}.$$

Тогда погрешность от изменения каждой переменной будет складываться из погрешностей определения каждой фракции продукта, поскольку функции $F(\alpha)$ и $P(\alpha)$ интегральные:

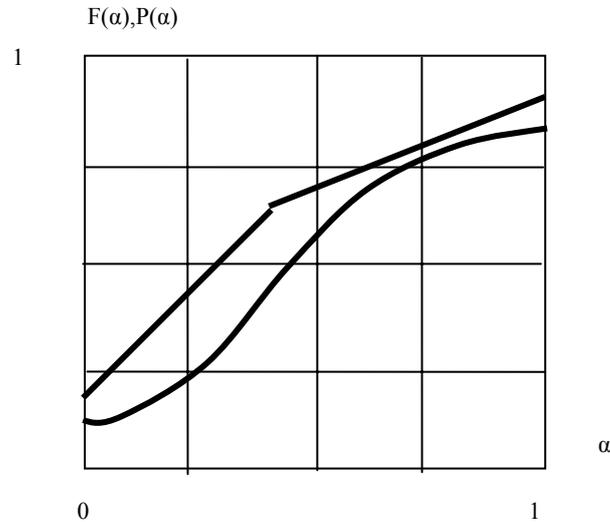
$$\sigma_{\gamma_P}^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\Delta \gamma_P(\alpha_i)}{\Delta P(\alpha_i)} \sigma_{P\alpha_i} \right)^2;$$

$$\sigma_{\gamma_F}^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\Delta \gamma_F(\alpha_i)}{\Delta \Delta F(\alpha_i)} \sigma_{F\alpha_i} \right)^2.$$

В результате общая погрешность оценки численного выхода записывается следующим выражением:

$$\sigma_{\gamma}^2 = \sigma_{\gamma_P}^2 + \sigma_{\gamma_F}^2.$$

Для примера приведем расчет погрешности выхода для схемы разделения указанной на рис. 1.



1. Определяем выход продукта сложной схемы на основании многократного решения системы линейных уравнений баланса продуктов. В результате получили определенное значение γ_1 .

Зная его, сдвигаем функцию $P(\alpha)$ вниз и вновь вычисляем выход γ_2 .

2. Пользуясь данными уравнениями получаем их решения, которые заносим в табл. 1.

$$\Delta P(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) - P_2(\alpha_i);$$

$$\Delta \Delta F(\alpha_i) = \Delta F_1(\alpha_i) - \Delta F_2(\alpha_i).$$

Вычисляем дифференциал аргумента. Полученные значения заносим в табл. 2.

$$\Delta \gamma_P(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) \Delta F(\alpha_i) - P_2(\alpha_i) \Delta F(\alpha_i);$$

$$\Delta \gamma_F(\alpha_i) = P_1(\alpha_i) \Delta F_1(\alpha_i) - P_1(\alpha_i) \Delta F_2(\alpha_i).$$

Производные функции записываем следующим образом:

$$\frac{\partial \gamma_P}{\partial P} = \frac{\Delta \gamma_P(\alpha_i)}{\Delta P(\alpha_i)}; \quad \frac{\partial \gamma_F}{\partial F} = \frac{\Delta \gamma_F(\alpha_i)}{\Delta \Delta F(\alpha_i)}.$$

Числа, полученные при их вычислении, приведены в табл. 3. Погрешность

от изменения каждой переменной вычисляем следующим образом:

Таблица 1
Значения приращения функций

α	0	0,125	0,375	0,625	0,875	1
$\Delta P(\alpha)$	0,02	0,02	0,06	0,03	0,03	0,05
$\Delta \Delta F(\alpha)$	0,08	0,01	0,02	0,01	0	0,04

Таблица 2
Значения дифференциалов аргумента

α	0	0,125	0,375	0,625	0,875	1
$\Delta \gamma_P(\alpha)$	-0,0046	0,0065	0,023	0,0091	0,0036	0,0358
$\Delta \gamma_F(\alpha)$	-0,0096	0,0015	0,008	0,007	0	0,0328

Таблица 3
Значения оценок производных

α	0	0,125	0,375	0,625	0,875	1
$\Delta \gamma_P(\alpha)/\Delta P$	-0,23	0,325	0,383333	0,303333	0,12	0,716
$\Delta \gamma_F(\alpha)/\Delta \Delta F$	-0,12	0,15	0,4	0,7	0	0,82

Таблица 4
Погрешности переменных

$\sigma_{\gamma_P}^2$	0,000005	0,000011	0,000015	0,000009	0,000001	0,000051
$\sigma_{\gamma_F}^2$	0,000001	0,000002	0,000016	0,000049	0,000000	0,000067

Таблица 5

α	0	0.125	0.375	0.625	0.875	1
P	0.12	0.15	0.4	0.7	0.78	0.82
ΔF	0.17	0.26	0.27	0.08	0.12	0.1

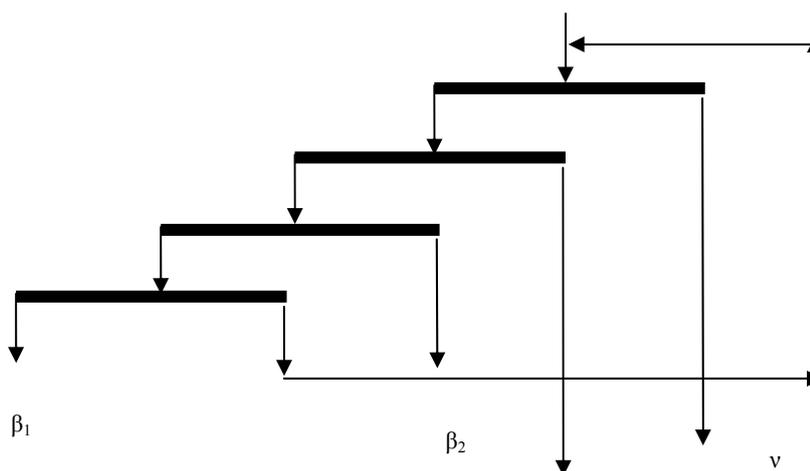


Рис. 2. Схема соединения сепараторов

$$\sigma_{\gamma P}^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\Delta \gamma_p(\alpha_i)}{\Delta P(\alpha_i)} \sigma_{P\alpha_i} \right)^2;$$

$$\sigma_{\gamma F}^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\Delta \gamma_p(\alpha_i)}{\Delta F(\alpha_i)} \sigma_{F\alpha_i} \right)^2.$$

Получаем следующие значения погрешности от каждой переменной и записываем их в табл. 4.

Теперь можно вычислить общую погрешность оценки численного выхода:

$$\sigma_{\gamma}^2 = \sigma_{\gamma P}^2 + \sigma_{\gamma F}^2;$$

$$\sigma_{\gamma}^2 = 0,000092 + 0,000136 = 0,000228;$$

$$\sigma_{\gamma} = 1,5\%.$$

Эта схема не слишком сложная и поэтому мы еще можем вычислить погрешность выхода классическим методом. Схема разделения (рис. 3), функция распределения сростков и сепарационная характеристика (табл. 5) остаются теми же.

Первоначально необходимо найти выходы всех продуктов. Для этого составляем сепарационные характеристики для каждой точки технологии.

Сепарационная характеристика обратной связи 1

$$P_{OC1} = \frac{1}{1 - P_1 P_2 P_3^1}.$$

Сепарационная характеристика обратной связи 2

$$P_{OC2} = \frac{1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 P_4^1}.$$

Для каждой точки схемы составляется сепарационная характеристика по схеме произведения сепарационных характеристик от входа до точки.

Точка 1:

$$P_1 = \frac{1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 2:

$$P_{11} = \frac{P_1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 3:

$$P_{111} = \frac{P_1 P_2}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 4:

$$P_{1V} = \frac{P_1 P_2 P_3}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 5:

$$P_V = \frac{P_1 P_2 P_3 P_4}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 6:

$$P_{V1} = \frac{P_1^1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 7:

$$P_{V11} = \frac{P_1 P_2^1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 8:

$$P_{V111} = \frac{P_2 P_1 P_3^1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1},$$

Точка 9:

$$P_{1X} = \frac{P_3 P_2 P_1 P_4^1}{1 - P_1 P_2 P_3^1 - P_1 P_2 P_3 P_4^1 + P_1 P_2 P_3^1 P_1 P_2 P_3 P_4^1}.$$

Вычислим знаменатель сепарационных характеристик (табл. 6).

Таблица 6

α	P	Знаменатель
1	2	9
0	0,12	0,9858
0,125	0,15	0,9781
0,375	0,4	0,8693
0,625	0,7	0,7652
0,875	0,78	0,7757

Таблица 7

α	P_1	P_2	P_3	P_4	P_5	P_6	P_7	P_8	P_9
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0	1,0143	0,1217	0,0146	0,0017	0,0002	0,8926	0,1071	0,0128	0,0015
0,125	1,0224	0,1533	0,0230	0,0034	0,0005	0,8690	0,1303	0,0195	0,0029
0,375	1,1503	0,4601	0,1840	0,0736	0,0294	0,6902	0,2760	0,1104	0,0441
0,625	1,3068	0,9147	0,6403	0,4482	0,3137	0,3920	0,2744	0,1921	0,1344
0,875	1,2891	1,0055	0,7843	0,6117	0,4771	0,2836	0,2212	0,1725	0,1345
1	1,2630	1,0357	0,8492	0,6964	0,5710	0,2273	0,1864	0,1528	0,1253

Таблица 8

α	P_1	ΔF	2*3	1*4	1*3
1	2	3	4	5	6
0	1,0144	0,17	0,172444	0	0
0,125	1,0224	0,26	0,265832	0,033229	0,0325
0,375	1,1504	0,27	0,3106	0,116475	0,10125
0,625	1,3068	0,08	0,104544	0,06534	0,05
0,875	1,2891	0,12	0,154694	0,135357	0,105
1	1,2631	0,1	0,126305	0,126305	0,1
			1,13	0,48	0,389

1	0,82	0,7917
---	------	--------

Запишем все сепарационные характеристики вычисленные в соответствии с вышеприведенными соотношениями (табл. 7).

Вычисляем выход и качество в каждой точке технологии (табл. 8).

Точка 1.

$$\alpha_{\text{исх}} = 0,389 = 0,39; \beta_1 = 0,42.$$

Аналогично вычисляем для остальных точек технологии. В результате чего имеем:

$$\gamma_2 = 0,45, \beta_2 = 0,64;$$

$$\gamma_3 = 0,29, \beta_3 = 0,76;$$

$$\gamma_4 = 0,2, \beta_4 = 0,82;$$

$$\gamma_5 = 0,15, \beta_5 = 0,85;$$

$$\gamma_6 = 0,65, \beta_6 = 0,26;$$

$$\gamma_7 = 0,19, \beta_7 = 0,45;$$

$$\gamma_8 = 0,09, \beta_8 = 0,62;$$

$$\gamma_9 = 0,05, \beta_9 = 0,72.$$

Вычислим частные выхо-

ды на каждом приеме сепарации.

Первый прием:

$$\gamma_1 = \frac{0,42 - 0,26}{0,64 - 0,26} = 0,42;$$

$$\gamma_1^1 = 1 - \gamma_1 = 0,58;$$

Второй прием:

$$\gamma_2 = \frac{0,64 - 0,45}{0,76 - 0,45} = 0,61;$$

$$\gamma_2^1 = 1 - \gamma_2 = 0,39;$$

Третий прием:

$$\gamma_3 = \frac{0,76 - 0,62}{0,82 - 0,62} = 0,7;$$

$$\gamma_3^1 = 1 - \gamma_3 = 0,3;$$

Четвертый прием:

$$\gamma_4 = \frac{0,82 - 0,72}{0,85 - 0,72} = 0,77;$$

$$\gamma_4^1 = 1 - \gamma_4 = 0,23;$$

Функция выхода концентрата со-

$$\gamma = \frac{\gamma_1 \gamma_2 \gamma_3 \gamma_4}{1 - \gamma_1 \gamma_2 (1 - \gamma_3) - \gamma_1 \gamma_2 \gamma_3 (1 - \gamma_4) + \gamma_1^2 \gamma_2^2 \gamma_3 (1 - \gamma_3) (1 - \gamma_4)}$$

ставляется аналогично сепарационным характеристикам и имеет вид:
Сформируем выражения для частных производных.

В соответствии с вычисленными частными выходами запишем соотношения:

$$\gamma_\beta = \frac{0.329\gamma_1}{1 - 0.281\gamma_1 + 0.018\gamma_1^2},$$

$$\gamma_\beta = \frac{0.179\gamma_4}{0.923 - 0.193(1 - \gamma_4)},$$

$$\gamma_\beta = \frac{0.226\gamma_2}{1 - 0.194\gamma_2 + 0.0085\gamma_2^2},$$

$$\gamma_\beta = \frac{0.197\gamma_3}{0.759 + 0.182\gamma_3}.$$

Вычислим производные по соответствующим выходам.

$$\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_1} = \frac{0.329(1 - 0.281\gamma_1 + 0.018\gamma_1^2) - 0.329\gamma_1(-0.281 + 0.036\gamma_1)}{(1 - 0.281\gamma_1 + 0.018\gamma_1^2)^2} = 0.418;$$

$$\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_2} = \frac{0.226(1 - 0.194\gamma_2 + 0.0085\gamma_2^2) - 0.226\gamma_2(-0.194 + 0.017\gamma_2)}{(1 - 0.194\gamma_2 + 0.0085\gamma_2^2)^2} = 0.29;$$

$$\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_3} = \frac{0.197(0.759 + 0.182\gamma_3) - 0.182 \cdot 0.197\gamma_3}{(0.759 + 0.182\gamma_3)^2} = 0.19;$$

$$\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_4} = \frac{0.179(0.923 - 0.193(1 - \gamma_4)) - 0.179\gamma_4 \cdot 0.193}{(0.923 - 0.193(1 - \gamma_4))^2} = 0.169.$$

Вычислим далее частные производные от частных выходов $\gamma = \frac{\alpha - \nu}{\beta - \nu}$ по соответствующим переменным.

$$\frac{\partial \gamma_1}{\partial \alpha} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_1} \frac{\partial \gamma_1}{\partial \alpha} = 0.418 \frac{1}{0.38} = 1,1;$$

$$\frac{\partial \gamma_2}{\partial \alpha} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_2} \frac{\partial \gamma_2}{\partial \alpha} = 0.29 \frac{1}{0.31} = 0,93;$$

$$\frac{\partial \gamma_3}{\partial \alpha} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_3} \frac{\partial \gamma_3}{\partial \alpha} = 0.19 \frac{1}{0.2} = 0,95;$$

$$\frac{\partial \gamma_4}{\partial \alpha} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_4} \frac{\partial \gamma_4}{\partial \alpha} = 0.169 \frac{1}{0.13} = 1,3;$$

$$\gamma_1 = \frac{0,42 - 0,26}{\beta - 0,26};$$

$$\frac{\partial \gamma_1}{\partial \beta} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_1} \frac{\partial \gamma_1}{\partial \beta} = 0,418 \frac{-0,16}{(\beta - 0,26)^2} = -0,46.$$

Примем, что $\sigma_\alpha = \sigma_\beta = \sigma_\nu$. А для определения их численных значений, которые будут такими же, как и для численного определения погрешностей выполним такие действия (рис. 4).

В соответствии с приращениями функций определяем по графику приращения аргумента $\Delta\alpha_i$ для каждого принятого дискретного значения функции. Затем находим среднее значение такого приращения на всем диапазоне

изменения α . Это и будет искомым $\overline{\Delta\alpha}$. В данном случае получилось $\overline{\Delta\alpha} = 0.02$; $\gamma_2 = \frac{0,64 - 0,45}{\beta - 0,45}$.

$$\frac{\partial \gamma_2}{\partial \beta} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_2} \frac{\partial \gamma_2}{\partial \beta} = 0,29 \frac{-0,19}{(\beta - 0,45)^2} = -0,5734;$$

$$\gamma_3 = \frac{0,76 - 0,62}{\beta - 0,62};$$

$$\frac{\partial \gamma_3}{\partial \beta} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_3} \frac{\partial \gamma_3}{\partial \beta} = 0,19 \frac{-0,14}{(\beta - 0,62)^2} = -0,665;$$

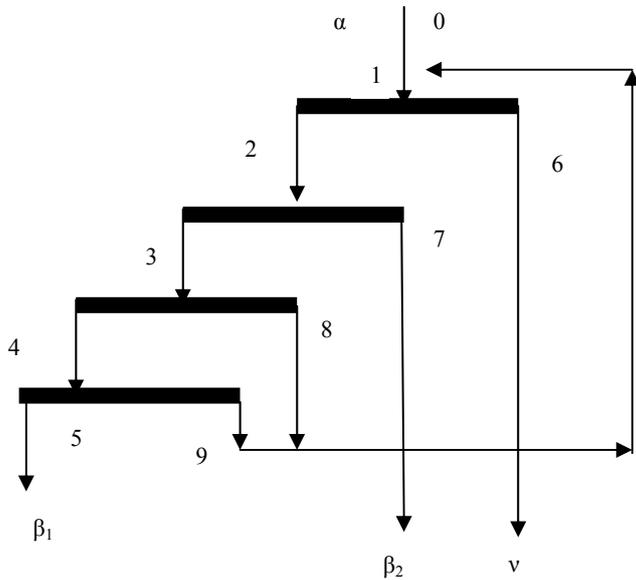
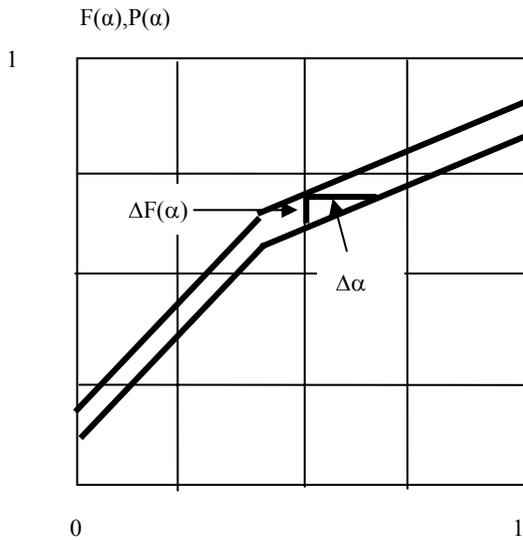


Рис. 3. Технологический разделительный блок

Рис. 4. Схема взятия приращений функции и аргумента



$$\gamma_1 = \frac{0,42 - v}{0,64 - v};$$

$$\frac{\partial \gamma_1}{\partial v} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_1} \frac{\partial \gamma_1}{\partial v} =$$

$$= 0,418 \frac{(0,64 - v)(-1) + (0,42 - v)}{(0,64 - v)^2} =$$

$$= -0,637;$$

$$\gamma_2 = \frac{0,64 - v}{0,76 - v};$$

$$\frac{\partial \gamma_2}{\partial v} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_2} \frac{\partial \gamma_2}{\partial v} =$$

$$= 0,29 \frac{(0,76 - v)(-1) + (0,64 - v)}{(0,76 - v)^2} =$$

$$= -0,362;$$

$$\gamma_3 = \frac{0,76 - v}{0,82 - v};$$

$$\frac{\partial \gamma_3}{\partial v} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_3} \frac{\partial \gamma_3}{\partial v} =$$

$$= 0,19 \frac{(0,82 - v)(-1) + (0,76 - v)}{(0,82 - v)^2} =$$

$$= -0,285;$$

$$\gamma_4 = \frac{0,82 - v}{0,85 - v};$$

$$\frac{\partial \gamma_4}{\partial v} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_4} \frac{\partial \gamma_4}{\partial v} =$$

$$= 0,169 \frac{(0,85 - v)(-1) + (0,82 - v)}{(0,85 - v)^2} =$$

$$= -0,3;$$

$$\sigma_{\gamma_1}^2 = \left(\frac{\partial \gamma_1}{\partial \alpha} \cdot \sigma_\alpha\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_1}{\partial \beta} \sigma_\beta\right)^2 +$$

$$+ \left(\frac{\partial \gamma_1}{\partial v} \sigma_v\right)^2;$$

$$\gamma_4 = \frac{0,82 - 0,72}{\beta - 0,72};$$

$$\frac{\partial \gamma_4}{\partial \beta} = \frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_4} \frac{\partial \gamma_4}{\partial \beta} = 0,169 \frac{-0,2}{(\beta - 0,72)^2} = -2;$$

$$\sigma_{\gamma_1}^2 = (1,1 * 0,02)^2 + (-0,46 * 0,02)^2 +$$

$$+ (-0,637 * 0,02)^2 = 0,001;$$

$$\sigma_{\gamma_1} = 0,032 ;$$

$$\sigma_{\gamma_2}^2 = \left(\frac{\partial \gamma_2}{\partial \alpha} \cdot \sigma_{\alpha}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_2}{\partial \beta} \sigma_{\beta}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_2}{\partial \nu} \sigma_{\nu}\right)^2 ,$$

$$\sigma_{\gamma_2} = 0,03 ;$$

$$\sigma_{\gamma_3}^2 = \left(\frac{\partial \gamma_3}{\partial \alpha} \cdot \sigma_{\alpha}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_3}{\partial \beta} \sigma_{\beta}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_3}{\partial \nu} \sigma_{\nu}\right)^2 ,$$

$$\sigma_{\gamma_3} = 0,03 ;$$

$$\sigma_{\gamma_4}^2 = \left(\frac{\partial \gamma_4}{\partial \alpha} \cdot \sigma_{\alpha}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_4}{\partial \beta} \sigma_{\beta}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma_4}{\partial \nu} \sigma_{\nu}\right)^2 ,$$

$$\sigma_{\gamma_4} = 0,04 .$$

Функция погрешности составит:

$$\sigma^2_{\gamma} = \left(\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_1} \sigma_{\gamma_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_2} \sigma_{\gamma_2}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_3} \sigma_{\gamma_3}\right)^2 + \left(\frac{\partial \gamma}{\partial \gamma_4} \sigma_{\gamma_4}\right)^2 = 0.018 .$$

Хотя расхождение составляет около 15 % ,полагаем, что методика численного анализа погрешности является приемлемой, так как возможности такого анализа практически неограниченны.

Коротко об авторах

Младецкий И.К. – доктор технических наук,

Пилов П.И. – доктор технических наук, профессор,

Национальный горный университет, Днепропетровск.



© В.Н. Лыгач, Г.В. Ладыгина, А.В. Шубодеров,
А.А. Овчинников, В.В. Гурьев, Д.С. Санников,

2007

УДК 622.371

*В.Н. Лыгач, Г.В. Ладыгина, А.В. Шубодеров,
А.А. Овчинников, В.В. Гурьев, Д.С. Санников*

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА НОВОЙ ТЕХНОЛОГИИ
ИЗВЛЕЧЕНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ
ИЗ ПРОДУКТОВ СИНТЕЗА С ЦЕЛЬЮ УЛУЧШЕНИЯ
ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ
И ЭКОЛОГИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРОИЗВОДСТВА**

Семинар № 24

Алмазы в современной промышленности приобретают все большее значение, в значительной степени определяя её технический уровень.

Поэтому потребность в алмазах непрерывно растет, что стимулирует проведение работ, как по расширению сырьевой базы природных алмазов, так и по совершенствованию технологии производства синтетических алмазов.

В связи с тем, что с распадом Советского Союза практически всё производство синтетических алмазов осталось за пределами России, на Московском производственном объединении по выпуску алмазных инструментов (МПО по ВАИ) в 90-е годы начались исследования и работы, связанные с освоением технологии синтеза и получения искусственных алмазов.

В сжатые сроки было построено и освоено производство по синтезу искусственных алмазов.

Параллельно начались исследования по разработке экологически чистой ресурсосберегающей технологии получения искусственных алмазов с утилизацией составляющих компонентов.

Выделение синтетических алмазов из продуктов синтеза существенно отличается от технологии обогащения природных алмазов, прежде всего, качественным составом разделяемых продуктов и их крупностью. Продукты синтеза искусственных алмазов представлены графитом и металлокатализаторами. По существующей технологии получения синтетических алмазов из продуктов синтеза, в основном, используется химическая технология их выделения, предусматривающая химическое растворение, как металлов-катализаторов, так и графита. В связи с этим возникают значительные экологические проблемы, как при осуществлении самого технологического процесса, так и при утилизации полученных химических растворов.

Для разработки технологии выделения синтетических алмазов (СА) из продуктов синтеза было проведено изуче-

ние вещественного состава различных проб продуктов синтеза, а именно: исходных продуктов синтеза (шихты) и продуктов синтеза, из которых предварительно удалены металлы-катализаторы химическим способом по принятой на заводе технологии.

При этом исследовался гранулометрический и минералогический состав исследуемых проб. Установлено, что в исходном продукте синтеза (шихте), предварительно раздробленном по принятой на заводе технологии, содержится крупного класса +0,315 мм около 36 % и 20 % мелкого класса -0,1 мм. В результате предварительного удаления из шихты металлов-катализаторов химическим способом, происходит частичное разрушение сростков графита и алмаза с металлами-катализаторами, вследствие чего выход тонкого класса в этой шихте увеличивается до 27,6 %.

По данным минералогического анализа основная масса пробы исходного продукта синтеза представлены графитом визуально однотипным. Это бесформенные землистые обломки и тонкие разрозненные чешуйки черного цвета с металлическим блеском. Графит непрозрачен, черта черная; размерность его колеблется от мельчайших частиц (~ 0,01 мм) до крупных скоплений (~ 0,5 мм). Почти половину всего графита составляет графит, немагнитный с плотностью $(2 - 2,5) < 3 \text{ г/см}^3$, который может быть выделен в легкую фракцию. Кроме данного графита в исходной шихте присутствует внешне идентичный графит, но с плотностью более 3 г/см^3 . Этот графит подразделяется на магнитный и немагнитный. Алмаз представлен обломками кристаллов и кристаллами ромбической и уплощенной ромбической формы. Цвет серовато-голубой. Блеск яркий, алмазный. Хрупок, сколы раковистые. Цвет флюорисценции сине-

фиоле-товый, что присуще алмазам технического происхождения. В зависимости от форм кристаллов и примесей плотность алмазов изменяется от 3,47 до 3,55 г/см³, но в отдельных случаях, при сильной графитации зерен, их плотность снижается до 3,2 г/см³. Графитовые бесформенные скопления содержат в себе как бы впаянные алмазы. Оба типа графита и алмазы содержат металлы (никель, марганец и железо), что ведет к повышению плотности и увеличению магнитных свойств минералов. В магнитных фракциях алмаза содержится до 30 %, а в немагнитной ~ 50 % массы.

Выполнен рентгенофазовый анализ продукта синтеза и тяжелой фракции шихты (> 3 г/см³), выделенной из исходного продукта синтеза. По данным рентгенофазового анализа минералогический состав продукта синтеза представлен графитом (основная фаза), алмазом и примесями: α -железа, никель и марганец. Тяжелая фракция, выделенная из продуктов синтеза, содержит графит, алмаз и металлы.

Проведено изучение распределения алмазов по классам крупности в исходной шихте. По данным минералогического анализа, установлено, что только в самом мелком классе (-0,05 мм) содержится около 15 % свободных алмазов, в более крупном классе - 0,16+0,05 мм свободных алмазов не более 7 %, а остальные находятся в сrostках. В других классах крупности свободных алмазов нет, большое количество сrostков с включениями алмазов отмечено в классе -0,2+0,16 мм; в более крупных классах включений алмазов в сrostках становится меньше, а в классе +0,315 мм, выход которого составляет около 36 %, таких сrostков с включениями алмазов со-

всем мало, графит преобладает мягкий.

По данным полуколичественного спектрального анализа исходной шихты и продуктов синтеза, из которых удалены металлы-кристаллизаторы химическим способом, следует, что основными металлами являются марганец, никель; железа и алюминия содержится по 0,05 %, хрома и меди - 0,08 %, цинка и кобальта ~ 0,01 %. При химической отмывке из продуктов синтеза не полностью удаляются основные металлы - марганец и никель, в продуктах после отмывки их отмечается более 1 %.

Для выделения синтетических алмазов по химической технологии необходимо использование следующих химических реагентов (кг/10 кг спеков): щелочи NaOH - 60; селитры (KNO₃) - 20; HCl- 60; HNO₃ - 5; H₂SO₄ - 16; хромпик -2.

В случае выделения графита из продуктов синтеза по разработанным, экологически чистым методам обогащения, для выделения синтетических алмазов (с учетом удаления металлов-катализаторов и контрольной отмывки синтетических алмазов) необходимо значительно меньше химических реагентов, а именно: полностью отсутствует потребность в щёлочи и селитре, расход HCl сократится с 60 кг до 10 кг, HNO₃ - с 5 до 3 кг, а расходы H₂SO₄ и хромпика остаются прежними, т.е. 16 и 2 кг. Соответственно, таким образом, происходит не только улучшение экологической обстановки, но и значительное сокращение затрат на получение синтетических алмазов.

Проведены исследования и разработана технология извлечения графита из продуктов синтеза с целью его повторного использования в синтезе алмазов. Исследования показали возможность получения графитов различного состава

с использованием разных способов. Гравитационные графитовые концентраты, выделенные из продуктов синтеза и полученные по режиму АС-4, содержали 93,4-91,7 % графита; 1,6-1,7 % алмазов и 5-6 % металлов катализаторов. Технологические испытания этих графитовых концентратов, при повторном их использовании в процессе синтеза алмазов, подтвердили их пригодность для получения синтетических алмазов по режиму АС-4.

Наработанные же черновые гравитационные концентраты (74,44 % графита, 2 % алмаза и 23,6 % металлов катализаторов), полученные по режиму АС-15, были также повторно использованы в синтезе алмазов по этому режиму. Полученные результаты подтвердили возможность их использования в синтезе синтетических алмазов по режиму АС-15. Положительным свойством графитовых продуктов, полученных по режиму АС-15, является их зерновой состав и отсутствие пыления, в отличие от графитовых концентратов, выделенных из продуктов синтеза по режиму АС-4.

В результате выполненных исследований разработана комбинированная технология переработки продуктов синтеза, которая в значительной степени позволила снизить экологическую опасность существующих химических процессов удаления графита путем замены химических методов на экологически чистые гравитационные методы обогащения. При этом существенно снижены затраты на приобретение дефицитных химических реагентов.

Данная технология первоначально опробована на опытной установке в ГИГХСе, а затем она реализована на вновь организованном опытно-промышленном участке по переработке продуктов синтеза на МПО по ВАИ.

По разработанной технологии при гравитационном методе обогащения возможно кроме выделения синтетических алмазов получение графитовых и продуктов, содержащих металл-катализаторы, которые, как показали выполненные исследования, могут быть повторно использованы в синтезе искусственных алмазов.

Коротко об авторах

*Лыгач В.Н., Ладыгина Г.В., Шубодеров А.В. – ГИГХС, ИКИМСО,
Овчинников А.А., Гурьев В.В., Санников Д.С. – МПО ВАИ.*

