

ПРОБООТБОР ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Васекина Т. Ф., Пухова О. Е.

Акционерное общество «Научно-производственный комплекс
«Суперметалл имени Е. И. Рывина», г. Москва
analys@supermetal.ru

Отбор представительной пробы – важная составляющая работы аналитической лаборатории. Представительная проба позволяет экстраполировать полученные результаты испытания пробы на весь объект, от которого она отобрана. Особенно важно получение представительной пробы в аналитической химии драгоценных металлов, т.к. в случае испытания драгоценных металлов важно не только установить соответствие металла или сплава определенным требованиям, которые налагаются на них нормативно-техническими документами, но и определить состав любых объектов драгоценных металлов, что важно при их учете.

Существующие методы отбора представительной пробы от металлов и сплавов сложны технически, трудоемки и требуют сложной пробоподготовки. Так предлагаемый для черных и цветных металлов способ зачерпывания расплава металла и охлаждения его в специальных изложницах не подходит, как правило, для малого количества расплава драгоценных металлов и сплавов. Способ высверливания пробы из слитка приводит к нарушению целостности слитка и требует его повторной переплавки, а также дополнительной пробоподготовки полученной стружки [1-4].

В испытательной лаборатории НПК «Суперметалл» применяется отбор огненно-жидкой пробы в индукционных плавильных печах, обеспечивающих постоянное перемешивание расплава. Пробоотбор проводится путем всасывания расплава в кварцевую трубку с получением пробы в виде стржня (рис.1 и 2).



Рис. 1. Отбор огненно-жидкой пробы из расплава



Рис. 2. Отобранная проба

Быстрое охлаждение отобранной пробы исключает образование ликваций в объеме стержня, которое может привести к неоднородности структуры пробы. От полученных стержней отделяют четыре фрагмента: верхний и нижний фрагменты отбрасывают для исключения возможных неоднородностей, возникающих на краях стержней при их кристаллизации, а из двух средних подготавливают образцы для испытаний (рис. 3).

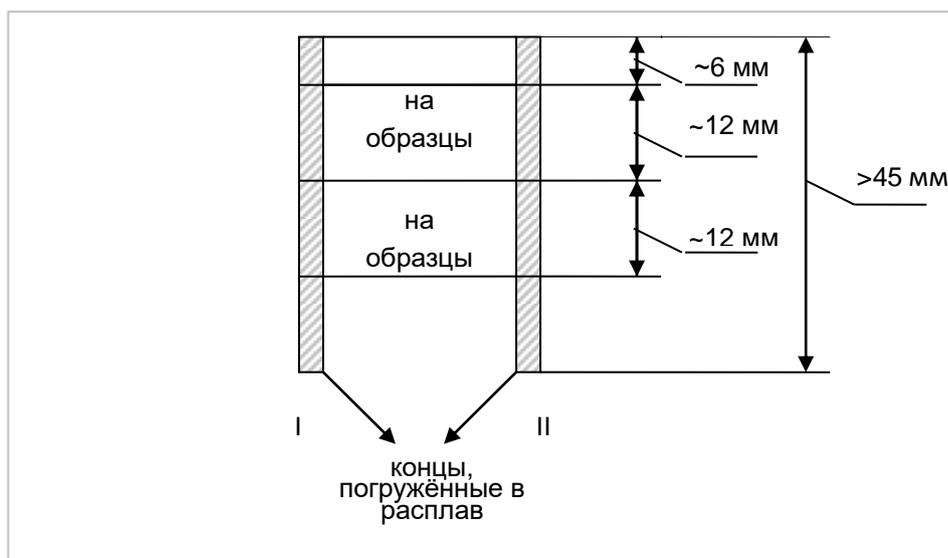


Рис. 3. Схема изготовления образцов

В испытательной лаборатории было проведено экспериментальное оценивание неопределенности (погрешности) отбора проб (показателя воспроизводимости) путем вычисления и последующего сравнения неопределенности опробования и неопределенности анализа (испытания). В качестве объектов испытаний были взяты чаще всего используемые в технологических целях НПК «Суперметалл» металлы и сплавы (Табл. 1). Методы испытаний, рентгенфлуоресцентный (РФА) и атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС), позволили оценить неопределенности (погрешности) отбора проб (показателя воспроизводимости) для наиболее значимых с точки зрения технологии примесей в широком диапазоне значений. Экспериментальным путем для десяти партий каждого материала получены данные о содержании компонентов основного состава и примесей в драгоценных металлах и их сплавах. От опробуемой партии материала отбирали удвоенное число проб. Отбор проводили согласно требованиями принятого в испытательной лаборатории стандарта организации «Пробоотбор и пробоподготовка драгоценных металлов и сплавов». Для каждой пробы были проведены по два испытания разными операторами в разное время. Каждый результат анализа являлся средним арифметическим результатом из трех или четырех параллельных определений согласно принятым в испытательной лаборатории методикам испытаний. На основании экспериментальных данных рассчитаны значения среднеквадратического отклонения, характеризующие показатели воспроизводимости, обусловленные анализом $U_{ан.}(\sigma(\Delta)_{ан.})$ и опробованием $U_{опроб.}(\sigma(\Delta)_{опроб.})$.

Материалы, от которых отбирали пробы, методы испытаний, контролируемые элементы и рассчитанные значения среднеквадратического отклонения, характеризующие показатели воспроизводимости, обусловленные анализом $U_{ан.}(\sigma(\Delta)_{ан.})$ и опробованием $U_{опроб.}(\sigma(\Delta)_{опроб.})$ представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты экспериментального оценивания неопределенности (погрешности) опробования сплавов драгоценных металлов

Объект испытания	Метод испытания	Контролируем ые элементы	$U_{ан.}(\sigma(\Delta)_{ан.})$	$U_{опроб.}(\sigma(\Delta)_{опроб.})$
сплавы PtRh90-10	РФА	Rh	0,0758	0,00201
сплавы PtRh80-20	РФА	Rh	0,1192	0,0077
сплавы PtRhFe	РФА	Fe	0,0182	0,0003
сплавы PdNi	РФА	Ni	0,0213	0,0009
сплавы PtRhZr	РФА	Zr	0,0024	0,0001
сплавы PtRh90-10	АЭС	Cu	0,00080	0,00005
		Fe	0,00200	0,00007
		Ni	0,00040	0,00001
		Pd	0,00390	0,00013
Au	АЭС	Cu	0,00020	0,00004
		Fe	0,00050	0,00004
		Ag	0,00020	0,00003
Ag	АЭС	Cu	0,00090	0,00002
		Au	0,00060	0,00003
		Pd	0,00050	0,00003
Pt	АЭС	Cu	0,00240	0,00013
		Fe	0,00220	0,00016
		Ni	0,00110	0,00002
		Pd	0,00240	0,00013
		Rh	0,00240	0,00013
Pd	АЭС	Cu	0,00240	0,00013
		Fe	0,00070	0,00005
		Ni	0,00060	0,00002
		Pt	0,00360	0,00006
		Rh	0,00070	0,00003

Результаты анализа изученных элементов во всех исследованных материалах показали, что среднеквадратические отклонения, характеризующие показатели воспроизводимости, обусловленные анализом, значительно выше

среднеквадратических отклонений, характеризующих показатели воспроизводимости, обусловленные пробоотбором (опробованием). Таким образом, составляющая неопределенности (погрешности), обусловленная пробоотбором, не оказывает значимого влияния на конечный результат измерений и может не учитываться при определении содержания драгоценных металлов и примесей в объектах испытаний. Результаты эксперимента включены в разработанный испытательной лабораторией стандарт организации по пробоотбору и пробоподготовке драгоценных металлов и их сплавов, который успешно реализуется в НПК «Суперметалл».

Список литературы

- [1] Маренков Е. А. Справочник пробирера //М., Госфиниздат. – 1953.
- [2] Справочник. Прообоотбирание и анализ благородных металлов. Под ред. И.Ф. Барышникова //М., Металлургия. – 1978.
- [3] Справочник. Анализ металлов. Прообоотбор. Под ред. В.Г. Мизина и Р.Б. Кричевец //М., Металлургия. – 1981.
- [4] Карпов Ю. А. Методы прообоотбора и прообоотподготовки:(учеб. пособие) //Москва: Бином. Лаборатория знаний. – 2011.