

ОАО «УРАЛМЕХАНОБР» АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

УНИКАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА КАК РЕЗУЛЬТАТ МНОГОЛЕТНЕГО ОПЫТА



В. Н. ЗАКИРНИЧНЫЙ,
зам. генерального директора по науке,
ОАО «Уралмеханообр», г. Екатеринбург



А. В. ВЕРХОРУБОВА,
заведующая лабораторией,
ОАО «Уралмеханообр», г. Екатеринбург



Г. Г. АМИГУД,
старший научный сотрудник, к. т. н.,
ОАО «Уралмеханообр», г. Екатеринбург

Одно из направлений научно-исследовательского и проектного института обогащения и механической обработки полезных ископаемых «Уралмеханообр» (ОАО «Уралмеханообр») связано с разработкой технологии переработки и обогащения самых разнообразных полезных ископаемых.

Для эффективной разработки этих технологий необходимо иметь достаточную и достоверную информацию о химическом, физическом и минеральном составе продуктов на всех этапах исследований. В институте «Уралмеханообр» эту информацию предоставляет аналитическая лаборатория, которая является многопрофильным научно-производственным подразделением научной части института. Аналитическая лаборатория имеет богатый многолетний опыт исследования вещественного состава твердого минерального сырья на всех этапах его переработки.

ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В лаборатории выполняются исследования природных и техногенных материалов. Среди объектов исследования:

- горные породы и минералы;
- руды и продукты переработки черных, цветных и редких металлов различных месторождений России и зарубежных стран (железные, титано-магнетитовые, хромовые, марганцевые, медные, цинковые, свинцовые, полиметаллические, титан-циркониевые, ниобиевые и т. д.);

— неметаллические полезные ископаемые различных месторождений (кварциты, кварц-полевошпатовые материалы, известняки, графитовые руды и др.);

- техногенные отходы (шлаки, шламы, пыли, клинкера и т. д.);
- цементы и материалы цементного производства.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для выполнения аналитических работ используются следующие методы исследования:

- классические химические (гравиметрия, титриметрия);
- оптическая молекулярная фотометрия;
- инфракрасная фотометрия;
- атомная абсорбция с пламенной атомизацией;
- эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой (ИСП);
- оптическая эмиссионная спектроскопия с возбуждением атомов сжиганием в дуге электрического тока методами испарения из кратера и непрерывной просыпки пробы;
- электрохимические методы (прямая потенциометрия, потенциометрическая и биамперометрическая индикация конечной точки титрования, кондуктометрия др.);

- рентгеноструктурный;
- рентгенофлуоресцентный;
- фазовый (химический и магнитометрический);
- минералого-петрографические исследования с применением оптической и электронной микроскопии.

НАПРАВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Аналитические исследования выполняются по следующим направлениям:

- определение общего (валового) элементного состава;
- определение распределения элементов в минеральных формах по фазам (минералам или группам минералов);
- минералогические исследования;
- определение гранулометрического состава порошков и суспензий;
- выполнение арбитражных анализов и заявок сторонних организаций;
- разработка стандартных образцов предприятия (СОП) руд и продуктов их переработки, участие в межлабораторных сравнительных испытаниях по аттестации стандартных образцов (СО);
- разработка методик измерений.

ЛАБОРАТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Оснащение современным аналитическим оборудованием позволяет проводить комплексное исследование природных и техногенных материалов.

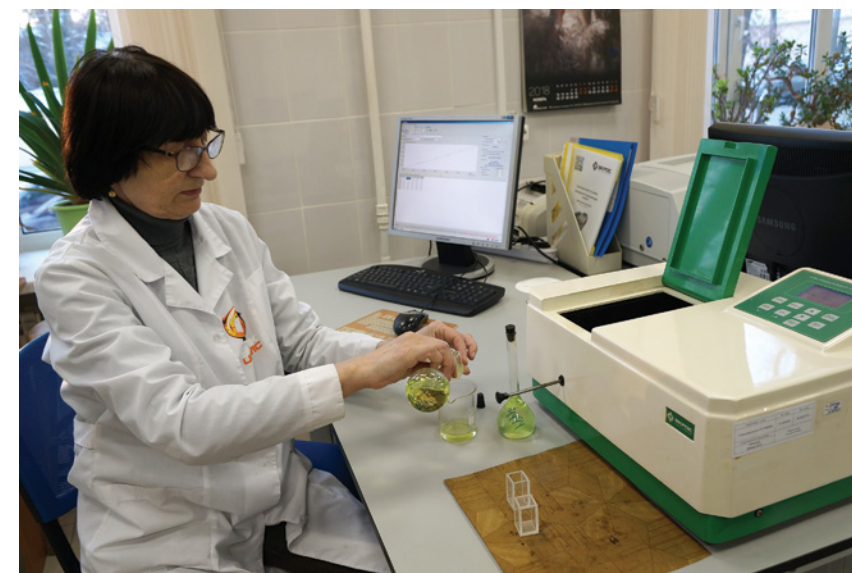
Основная доля аналитических работ связана с определением **элементного состава проб**.

Лаборатория определяет свыше 50 компонентов. Интервал определяемых концентраций — от 10^{-5} до десятков процентов в зависимости от природы определяемого компонента и объекта анализа.

Определение компонентов проводят по нормативным документам (ГОСТ, ТУ, НСАМ, аттестованным методикам измерений, разработанным аналитической

лабораторией ОАО «Уралмеханообр» или другими предприятиями). В лаборатории применяют свыше 300 методик измерений.

Выбор метода или методики выполнения измерений определяется природой материала, его составом как элементным, так и минеральным, требованием к точности результатов. В последнее время классические методы анализов (гравиметрия и титриметрия) применяются в основном при арбитражных методах либо при анализе малознакомого материала. Все больше разрабатывается методик, основанных на физико-химических методах (фотометрия, электрохимия, атомная абсорбция, спектрометрия с индуктивно связанной плазмой и др.) или физических (рентгенофлуоресцентный, рентгеноструктурный и т. д.). Это связано с тем, что при технологическом контроле все актуальнее встает вопрос об экспрессности и точности измерений. Определение одного и того же компонента возможно несколькими методами и методиками.



Так, например, содержание кальция определяется комплексометрическим титрованием, атомно-абсорбционным методом, ИСП-спектрометрией. Экспресс-анализ выполняется рентгенофлуоресцентным методом.

Для определения содержания железа применяют классические варианты титриметрического метода вручную из бюретки или автоматически на титраторе Т-70 (компания Mettler Toledo) с механической подачей растворов.

Для измерения более низких концентраций железа применяют фотометрические методы с различными комплексообразователями, атомно-абсорбционные методы с пламенным источником возбуждения энергии атомов либо спектрометрию с индуктивно связанной плазмой.



Наравне с точными методами измерений очень широкое применение находит и **полуколичественный анализ**. Для этого используют оптический эмиссионный спектральный метод определения примесных элементов (29–36 компонентов), применяемый при выполнении геологоразведочных работ, и бесстандартный рентгенофлуоресцентный метод (РФА) для первичной оценки состава неизвестных или малоизученных проб.

Геологами Уральского федерального округа широко востребован полуколичественный эмиссионный спектральный анализ с испарением проб из канала угольного электрода и метод непрерывной просыпки пробы в дугу переменного тока. Регистрация спектров — как фотографическая, так и с использованием анализатора многоканальных атомно-эмиссионных спектров «МАЭС».

Аналитическая лаборатория ОАО «Уралмеханобр» одна из немногих сохранила **фазовый химический анализ**, основанный на селективном растворении минеральных форм. Большим спросом пользуются формы определения золота, серебра, меди, цинка, железа, серы, свинца и т. д. Методики измерения фазового анализа совершенствуются и дорабатываются. Благодаря большому парку сложного аналитического оборудования имеется возможность их актуализации с применением этого оборудования.

Не меньшим спросом пользуется и рентгеноструктурный метод с применением дифрактометра XRD-7000 (Shimadzu, Япония).

Основываясь на большом опыте сотрудников аналитической лаборатории, при анализе железных руд были разработаны и аттестованы уникальные методы и методики магнитно-химического и магнитометрического определения железа магнетита. Для оперативного контроля правильности получаемых результатов своими силами разработан и аттестован ряд стандартных образцов предприятия, охватывающих весь диапазон определяемых концентраций от 0,5 до 70 % железа магнетита.

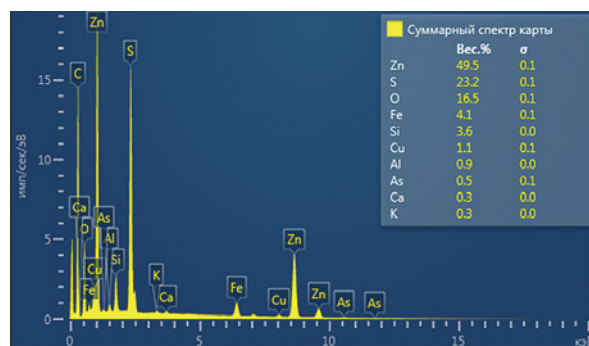
Стратегически важным при обогащении твердых полезных ископаемых является **минералогическое исследование** материалов. В лаборатории выполняются минералого-петрографические описания материала, определяется количественный минеральный состав проб, проводится анализ раскрытий и сростков минералов, вычисление свободного периметра минералов и т. д. Применяются методы исследования:

— на оптическом материаловедческом микроскопе AXIO IMAGER.1M с системой фотодокументирования на цифровой цветной камере;

— на электронном сканирующем микроскопе EVA MA 15 с микрозондовой приставкой с использованием компьютерных технологий обработки изображения. Это позволяет получать данные о химическом и фазовом составе более тонких структур материала.

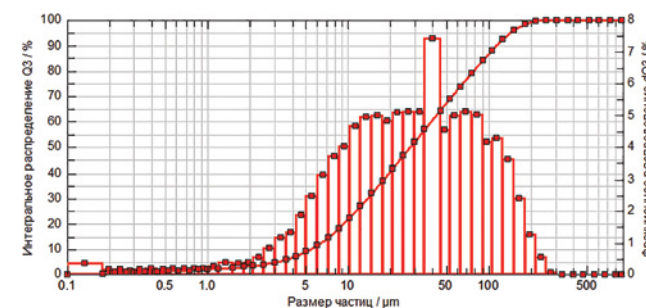


С его помощью можно изучить морфологию частиц пробы размером в несколько микрон, а также определить их химический состав, что является основой для прогнозирования качества и количества продуктов, которые могут быть получены при переработке сырья.



В работе используются оптические и электронный микроскоп фирмы Carl Zeiss (Германия).

Немаловажным показателем качества порошкового продукта является **гранулометрический состав**. Анализ распределения по размерам частиц необходим не только для определения качества самого продукта, но также может быть использован для определения эффективности используемого технологического оборудования. Для оценки степени измельчения твердых материалов в лаборатории применяется лазерный анализатор размера частиц Helos компании SYMPATEC GmbH (Германия) с приставками для диспергирования сухих проб — Rodos и суспензии — Quixel.



Анализатор позволяет измерять гранулометрический состав проб в интервале от 0,1 мкм до 2 мм, показывая как интегральное, так и дифференциальное распределение частиц по крупности.

В 2015 году лаборатория внесена в отраслевой реестр лабораторий, рекомендованных для лабораторно-аналитического обеспечения геологоразведочных работ (ГРП).



В ноябре 2018 года аналитическая лаборатория подтвердила техническую компетентность в области, закрепленной аттестатом аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025, аттестат аккредитации RA.RU.21PY01.



Область аккредитации содержит более 60 методик измерений массовой доли основных и примесных элементов в горных породах, различном твердом минеральном сырье (руды черных, цветных, редких металлов), неметаллических полезных ископаемых, продуктах их переработки (конcentратах, хвостах и т. д.), техногенных отходах (шлаках, медьсодержащем ломе и т. д.). Также в ходе проверки было проведено расширение области аккредитации на 8 объектов, в числе которых появился новый объект «цементы и материалы цементного производства». Потребность в исследованиях этого объекта была вызвана тем, что отдел горной науки ОАО «Уралмеханобр» начал создавать и организовывать лабораторию для проведения испытаний физико-механических свойств цементов. Целью создания этой лаборатории было обеспечить доверие к результатам проводимой оценки материалов цементного производства соответствия и создания условий для взаимного признания партнерами указанных результатов.

В лаборатории на должном уровне функционирует система менеджмента качества, которая актуализируется и совершенствуется в соответствии с требованиями Росаккредитации.

Лаборатория принимает активное участие во внешнем контроле качества результатов измерений в ходе ежегодного участия в межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ), которые организуют ФГУП «ВИМС», ЗАО «Институт стандартных образцов», ФГУП «УНИИМ» и т. д. Результаты МСИ подтверждают высокое качество результатов измерений.

Большой опыт в разработке и внедрении различных методик измерений реализуется сотрудниками лаборатории при непосредственном участии в разработке и (или) пересмотре действующих ГОСТов, ТУ. Лаборатория оказывает консультативные услуги при спорных вопросах применения того или иного метода измерений, разрабатывает и помогает внедрить в работу методики и методы измерений по заявкам предприятий.

С 2017 года аналитическая лаборатория совместно с ФГУП «УНИИМ» (г. Екатеринбург) начала развивать новое направление деятельности по производству стандартных образцов ранга ГСО с целью их реализации.

Литература:

1. ГОСТ 5725-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.
2. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
3. ОСТ 41-08-214-2004 Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.
4. ОСТ 41-08-265-2004 Управление качеством аналитических работ. Статистический контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.
5. РМГ 76 -2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.