

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОТБОРА ПРОБ ОТ СЛИТКОВ ЛИГАТУРНОГО ЗОЛОТА

Ковалева О.В., Япрынцева О.В., Карташов С.Ю.

Акционерное общество «Новосибирский аффинажный завод», Новосибирск, Россия
mail@affinaz.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_161

Опробование приемного сырья, содержащего драгоценные металлы, поступающего на аффинажные заводы проводится в большинстве случаев приемной плавкой с последующим отбором и анализом проб. Отбор проб от расплавов, получаемых в процессе плавки приемного сырья, является важной процедурой как для поставщика сырья, так и для аффинажного завода, являющегося переработчиком. Эта стадия, в числе других, определяет правильность расчета драгоценных металлов в поступившем сырье.

Вся процедура опробования сырья приемной плавкой включает в себя несколько стадий:

- Плавка сырья с флюсами в индукционной печи;
- Отбор пробы от расплава в конце плавки с получением слитка-пробы;
- Отбор пробы от полученного слитка-пробы;
- Анализ полученной лабораторной пробы.

Отбор пробы от расплава проводится в конце плавки или в процессе розлива различными методами:

- Вычерпыванием из расплава в конце приемной плавки;
- Выливом в изложницу для проб в середине розлива металла;
- Отбором расплава вакуумом в кварцевую трубку;
- Отбором нескольких слиточков малой массы;
- Пробой может быть сам слиток.

Любой из методов широко применяется, и самостоятельно оценивается с расчётом критериев, определяющих степень достоверности отбора представительной пробы.

Достоверное опробование возможно при равномерности получаемого расплава, которая обеспечивается:

- Интенсивным перемешиванием в процессе и в конце плавки;
- Составом полученного сплава.

Перемешивание расплава обеспечивается индукционным полем плавильной печи и дополнительным механическим перемешиванием в конце плавки.

Состав проплавляемого расплава определяется наличием компонентов в исходном сырье и применяемыми флюсами, обеспечивающими наиболее полное удаление примесей.

Равномерность расплава зависит от состава проплавляемого металла. Пригодными для опробования из расплавов являются системы с неограниченной взаимной растворимостью компонентов в жидком и твердом состояниях.

Твердые растворы образуются при кристаллизации жидких расплавов.

Неограниченной взаимной растворимостью в твердом состоянии обладают вещества, имеющие близкие значения атомных или ионных радиусов, энергии химической связи, сходное строение электронных оболочек и одинаковый тип кристаллической решетки (изоморфные вещества). Примерами таких систем могут служить:

- Золото-серебряные;
- Медно-серебряные;
- Золото-медные расплавы.

Другими словами, при проведении приемной плавки золотосодержащего сырья, в расплаве и полученных слитках хорошо смешиваются три компонента: золото, серебро и медь.

Присутствие других металлов и неметаллов приводит к ухудшению однородности полученных расплавов. Неравномерность получаемых слитков в этом случае обусловлена ликвацией.

Поскольку полученный при приемной плавке сплав не может состоять исключительно

из трех компонентов, а содержит кроме Au, Ag, Cu и некоторое количество других примесей, которые не удалось перевести в шлак, обеспечение достоверности отбора пробы для анализа является очень важной задачей.

Наиболее часто применяемым способом отбора лабораторной пробы от слитка до настоящего времени был и продолжает оставаться метод отбора пробы сверлением. Когда твердосплавным сверлом высверливается в нескольких местах стружка. Методы отбора при этом различные. Проба отбирается высверливанием в нескольких местах:

- на определенную высоту с нижней или верхней поверхности слитка;
- с верхней и с нижней поверхности слитка,
- отбирается несколько слитков, которые затем сплавляются, либо анализируется каждый.

Далее проводится анализ непосредственно стружки.

Анализ полученной пробы при этом проводится пробирным методом. Масса навески на анализ составляет 250-500 мг. Столь малые навески требуют высокой степени однородности анализируемого материала.

По причине ликвации, инструкции по отбору проб от пробного слитка содержат требования к высоте (не более 30 мм) и массе (не более 5 кг) слитка.

Наличие всех этих факторов ограничивают возможности при отборе проб, и ставит под сомнение высокую степень достоверности отбора пробы от слитка большей массы и высоты.

Устранить часть ограничений позволяет отбор пробы от всего сечения слитка. При этом проба полнее представляет весь слиток. Появляется возможность ее перемешивать и сокращать, как обычную сыпучую пробу. Кроме этого, можно отбирать пробу от слитков большей массы и высоты. Для усреднения и сокращения нужна не стружка, а мелкие опилки.

Нужно было подобрать станок, позволяющий пересекать слиток на всю высоту с получением мелких опилок.

Получить опилки можно от фрезы, ленточнопильного станка, либо другого оборудования.

Режущий инструмент должен обеспечивать получение опилок крупностью примерно минус 1-2 мм. Такой материал можно сокращать до необходимой массы и готовить представительные лабораторные пробы.

Для этого необходимо подобрать фрезы для фрезерного, либо пилы для ленточнопильного станка. При этом должны выполняться требования:

- легкость пропиливания лигатурного золото – серебряного сплава,
- получение мелких опилок,
- прочность режущего материала, выдерживающего много циклов использования.

Поскольку золото-серебро-медные сплавы являются мягкими и пластичными, для получения опилок необходимого размера важным также является отработка режимов резания:

- выбор режущего инструмента, его параметры и размеры (угол зуба, толщина ленты),
- определение необходимой глубины припуска,
- подбор скорости подачи режущего инструмента.

Сокращение отобранной пробы выполняется по стандартной схеме: 20-кратное перемешивание и квартование.

Для проверки достоверности полученных результатов было проведено сравнение проб, отобранных сверлом, фрезой и пилой от пробного слитка, которое показало правильность выполняемой процедуры.

Для определения содержания Au и Ag использовалась методика пробирного анализа, аттестованная метрологической службой «Институт Гипроникель». Показатели точности применяемой методики приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон массовых долей определяемых элементов					Показатель точности (границы, в которых находится погрешность при $P = 0,95$), $\pm \Delta_L$
Золото					
От	0,10	до	0,20	включ.	0,02
Св.	0,20	«	0,50	«	0,04
«	0,50	«	1,00	«	0,07
«	1,00	«	10,00	«	0,11
«	10,00	«	99,90	«	0,13
Серебро					
От	0,10	до	0,20	включ.	0,05
Св.	0,20	«	1,00	«	0,10
«	1,00	«	10,00	«	0,20
«	10,00	«	99,90	«	0,24

Была разработана и аттестована «Методика отбора проб от сплавов». В соответствии с ней слиток пропиливается на всю высоту. В зависимости от величины, формы и массы слиток пропиливается на все сечение, либо до середины слитка на всю высоту. Определяющим при этом является получение необходимой массы пробы.

Полученные опилки собираются, тщательно перемешиваются и сокращаются до необходимой массы квартованием. Крупность опилок контролируется при выборе инструмента (фрезы или пилы). Методика отбора проб от сплавов аттестована метрологической службой «Институт Гипроникель».

Показатели прецизионности опробования приведены в таблице 2:

Наименование компонента	Диапазон измерений массовых долей	Показатель прецизионности опробования (среднее квадратическое отклонение отбора и подготовки проб), $\sigma_{опр}$
Золото	От 0,10 до 99,90 включ.	0,02
Серебро	« 0,10 « 98,50 «	0,03

Кроме этого, проведен сравнительный анализ на определение золота и серебра лабораторных проб, отобранных от слитка – пробы и самих слитков массой до 30 кг. Расхождения не превышают нескольких сотых процента, что укладывается в показатели точности методики анализа. Из этого следует, что при таком отборе проб от слитков снимаются ограничения по массе и высоте слитка и допускается отбор пробы от слитков массой до 30 кг и высотой до 200 мм.

Следует отметить, что с переходом на представленную процедуру отбора и подготовки пробы от слитка, в полтора раза улучшились метрологические характеристики применяемой методики анализа, которые напрямую зависят от подготовки лабораторной пробы и составляют сегодня для золота 0,05-0,07%.

Выводы:

изменение процедуры отбора пробы от слитка лигатурного золота или серебра позволило:

- получать гомогенную пробу от всего сечения слитка,
- снять ограничения по массе и высоте слитка,
- улучшить метрологические показатели применяемой методики анализа.

Список литературы

1. Ю.А. Карпов, А.П. Савостин Методы пробоотбора и пробоподготовки. Момква, БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003.
2. В.З. Козин, О.Н. Тихонов Опробование, контроль и автоматизация обогащительных процессов. Москва, «Недра», 1990.