АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ НА СЛУЖБЕ ПРОИЗВОДСТВА ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ В АО «ЕЗ ОЦМ»

Л.Д. Горбатова[1], Ю.Н. Годовых[1], Е.В. Курбатова[1], М.Д. Лисиенко[1], А.К. Луцак[1]

[1]АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»
Россия, 624097, Свердловская обл., г. Верхняя Пышма, проспект Успенский, 131

Невозможно представить деятельность любого металлургического предприятия без аналитической службы. Аналитический контроль сопровождает весь цикл производства: приемку сырья, контроль технологических процессов, аттестацию полуфабрикатов и готовой продукции, исследовательские работы. Для предприятий, деятельность которых связана с драгоценными металлами, результаты анализа, кроме сопровождения операционной деятельности, являются еще и основой для металлургических балансов и финансовых расчетов. Поэтому к повседневной работе таких лабораторий предъявляются повышенные требования, как по точности результатов анализа, так и по организации работ в лаборатории.

Если проследить историю развития Екатеринбургского завода по обработке цветных металлов, то можно увидеть, что еще до начала производственной деятельности предприятия, уже в 1915 году первый управляющий аффинажного завода Барабошкин Николай Николаевич очень серьезно ставил вопрос о скорейшем назначении на завод государственного пробирера, имеющего достаточно широкие контролирующие функции. Пробирер был назначен, но уже в декабре 1916 года в своем письме к директору-распорядителю Николо-Павдинского Общества Борисову Александру Александровичу Барабошкин Н.Н ставит вопрос о необходимости создания собственной аналитической лаборатории. Основанием для таких достаточно жестких рекомендаций явился факт, что назначенный пробирер оказался несведущим в вопросах химии платиновых металлов и тем, самым результаты анализа «били на понижение» или «вытягивали высшие цифры», тем самым нарушая интересы либо «приносителей», либо «наши» (т.е. Общества). Отсутствие собственной лаборатории не позволяло отвечать заводу перед Обществом за результаты работы. Именно наличие собственной аналитической лаборатории, в которой должны работать квалифицированные и ответственные специалисты-аналитики, по мнению первого управляющего завода Барабошкина Н.Н., должно было способствовать прибыльной деятельности завода.

Первым аналитиком контрольно-аналитической лаборатории аффинажного завода стала выпускница Петероградских Высших женских политехнических курсов Ольга Ефимовна Иконникова. Она совместно с первым аффинером завода Александром Васильевичем Мироновым разрабатывала процессы разделения и аффинажа платиновых металлов, создавала методики анализа, обучала новые кадры. Уже в 1926 году лаборатория переехала в новый корпус, «где все было оборудовано так, как того требует лабораторная практика».

До 1949 года контрольно-аналитическая лаборатория (КАЛ) состояла из одного подразделения, химической лаборатории. Специалисты лаборатории решали все проблемы: и контрольно-аналитические и поисковые. В 1949 году в составе лаборатории произошли первые организационные изменения по специализации. В составе КАЛ организовали вторую лабораторию: спектральную. Большой вклад в становление атомно-эмиссионного спектрального анализа на заводе внес Куранов Альберт Александрович, защитивший кандидатскую диссертацию по проблемам спектрального анализа. Под его руководством были проведены работы, способствовавшие широкому внедрению атомно-эмиссионных методов анализа, заложена база по созданию стандартных образцов драгоценных металлов и сплавов, а также становление физических и механических методов испытаний и исследований.

Большой вклад в развитие аналитической химии благородных металлов внесли талантливые инженеры-исследователи химической лаборатории завода. В начале 50-х годов Ченцова М.А., Левиан В.Г., Юфа Т.П. разработали электролитический метод

переведения в раствор в заданных соотношениях труднорастворимых сплавов, а также чистых металлов иридия и родия при помощи переменного тока в солянокислых электролитах. Таким образом, впервые стал возможен отход от классических методов анализа химического состава материалов, содержащих драгоценные металлы.

В последующие годы в лаборатории были разработаны и внедрены фотоколориметрические методы определения иридия в платиноиридиевых сплавах, родия, палладия, рутения, осмия в сплавах. Весовые методы, как наиболее длительные, постепенно заменяли на новые экспрессные, инструментальные. Так, весовой метод определения серебра в палладиево-серебряных сплавах был заменен на объемно-титриметрический из аммиачных растворов, затем на потенциометрический. Серебро в серебряно-медных сплавах, сплавах-припоях определяли методом автоматического титрования из азотнокислых растворов. Были разработаны новые схемы анализа богатых отходов производства, платиновых растворов, комбинированный химико-спектральный метод определения благородных металлов в бедных отходах производства. Методы были основаны на отделении неблагородных металлов с помощью ионообменных смол с последующим разделением платины, палладия, и золота от иридия и родия однохлористой ртутью. Широкое применение получили комплексонометрические методы определения палладия, цинка, никеля, кобальта в сплавах, фотоколориметрические – рутения, меди, спектрофотометрические – родия.

Опытные инженеры-исследователи и химики-аналитики, работавшие в химической лаборатории завода в 40-70-х годах прошлого века Ченцова М.А., Левиан В.Г., Юфа Т.П., Яблонская Н.Г., Богданова Р.М., Осинцева А.А., Степанова Н.С., Вырышева Г.В., Нуждина М.С., Мигунова М.А. и другие создавали и поддерживали заслуженный авторитет завода в глазах научной общественности, в том числе и в области аналитической химии драгоценных металлов. Инженеры-исследователи химической лаборатории результаты своих многочисленных разработок докладывали на всесоюзных конференциях, публиковали в научных изданиях.

Часть разработок химической и спектральной лабораторий завода нашли отражение в государственных стандартах. Первый государственный стандарт, разработанный в середине 50-х годов, ГОСТ 7980-56, распространялся на методы анализа золота и золотых сплавов и предусматривал пробирный метод определения золота и химические методы определения примесей. В 60-80-х годах было разработано более 45 государственных стандартов на методы анализа золота, серебра, и сплавов благородных металлов. Некоторые из них не отменены до настоящего времени.

В конце 70-х годов в повседневную практику лаборатории был внедрен рентгено-спектральный флуоресцентный метод анализа. Впервые в СССР начали разрабатывать и выпускать Государственные стандартные образцы (ГСО) состава драгоценных металлов и сплавов на их основе для спектрального и рентгеноспектрального методов анализа.

В середине 90-х годов впервые в России применительно к драгоценным металлам в повседневную деятельность в лаборатории завода внедрили новый аналитический метод масс-спектрометрии с возбуждением в индуктивно-связанной плазме.

В конце 90-х в лаборатории внедрена новая система детектирования спектральной информации (МАЭС) в атомно-эмиссионном спектральном методе анализа.

Аналитическая служба завода всегда тесно сотрудничала с научными и учебными институтами страны, с государственными структурами и фирмами-разработчиками аналитического оборудования в плане методических разработок, выпуска ГСО состава драгоценных металлов, создания нормативной аналитической базы (ГОСТы на методы анализа, методики поверки аналитического оборудования и т.д.), подготовки и обучения персонала.

Благодаря высокой степени ответственности и профессионализму сотрудников аналитической службы завод первым в России получил почетный статус «Good Delivery» по слиткам золота и серебра, а потом платины и палладия.

На протяжении всей 100-летней истории завода аналитическая служба всегда являлась помощником производства и исследователей. Специалисты аналитической

лаборатории были нацелены на качество результатов анализа. А качество результата анализа – это не только высокая точность и правильность, но и максимальное сокращение сроков выполнения анализа, сокращение трудозатрат и металлоемкости аналитического процесса. Аналитическая служба всегда шла в ногу с современными аналитическими разработками и внедряла в повседневную практику самое современное аналитическое оборудование, зачастую предвидя и опережая запросы производства.

С 1994 года Аналитическая лаборатория завода аккредитована в Системе аккредитации аналитических лабораторий. Инициатором процесса аккредитации аналитической службы завода стала Ляпилина М.Г. За прошедшие годы аналитическая лаборатория неоднократно проходила процедуры аккредитации, а в 2014 году прошла аккредитацию в национальном органе – в Федеральной службе аккредитации. Наш порядковый номер среди 6 тысяч аккредитованных лабораторий России № 96. Работа в лаборатории регламентирована в соответствии с положениями и требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025, Приказа Минэкономразвития № 326 и ГОСТ на методы анализа. Но специалисты лаборатории не только внедряют существующие методы анализа, но и постоянно самостоятельно разрабатывают новые методики анализа. В настоящее время в ЦАЛ имеется более 300 методик на различные объекты и различные методы анализа. В область аккредитации лаборатории включено более 40 методик количественного химического анализа для определения примесей, основных и легирующих компонентов. Это методики анализа для материалов основных видов продукции завода, сырья (первичного и вторичного), а также различного вида техногенных отходов.

В последние годы в аналитической лаборатории большое внимание уделяется функционированию системы менеджмента качества. Система менеджмента качества (СМК) в ЦАЛ стала настоящим помощником всех сотрудников лаборатории в ежедневной непростой и ответственной работе по обеспечению производства достоверными результатами количественного химического анализа. Специалисты лаборатории выстраивают СМК так, чтобы все разрабатываемые процессы и процедуры были понятны и логичны.

Для анализа продукции и аттестации методик количественного химического анализа лаборатория располагает банком государственных стандартных образцов (ГСО) и стандартных образцов предприятия (СОП) в количестве более 150 наименований. Практически все комплекты ГСО, применяемые в лаборатории, изготовлены в АО «ЕЗ ОЦМ» и прошли процедуру аттестации по методике межлабораторного эксперимента. На стадии изготовления стандартных образцов аналитическая лаборатория завода выполняет проверку однородности материалов стандартных образцов. ЦАЛ АО «ЕЗ ОЦМ» участвует в процедурах межлабораторных экспериментов по аттестации ГСО составов, выпускаемых не только на нашем предприятии, но и в АО «Красцветмет».

В 2003 году в аналитической службе завода вновь произошли серьезные организационные перемены. Администрация завода приняла решение о выделении аналитических лабораторий в отдельную единую структурную единицу. Так на заводе появилась Центральная аналитическая лаборатория.

В состав Центральной аналитической лаборатории в настоящее время входят четыре подразделения: лаборатория спектрального анализа (ЛСА), лаборатория физико-химических методов (ЛФХМ), лаборатория технологического контроля (ЛТК) и лаборатория пробирного анализа (ЛПА). В состав ЛСА также входит группа стандартных образцов.

Лаборатория спектральных методов анализа предназначена для экспрессного количественного химического анализа сырья, готовой продукции, полуфабрикатов, сопровождения технологических пирометаллургических процессов и перспективных разработок методами атомно-эмиссионного и рентгеноспектрального флуоресцентного анализа.

Отделение эмиссионного спектрального анализа оснащено спектрометрами с фотоэлектрической регистрацией спектров с возбуждением в дуговом разряде. В

качестве систем регистрации и обработки спектров на всех спектрометрах установлены многоканальные анализаторы эмиссионных спектров (МАЭС) на основе фотодиодных линеек и программное обеспечение «Атом 3». Возбуждение эмиссионных спектров в дуговом разряде по сравнению с искровым возбуждением спектров позволяет гарантированно определять более низкие концентрации примесей (до 10-5 %) в аффинированных металлах и сплавах на их основе.

Современная приборная база и методы обработки информации, применяемые в спектральной лаборатории, высокая квалификация инженерного и технического персонала позволили полностью перевести все методики эмиссионного анализа на новый качественный уровень.

Отделение рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА) ЛСА оснащено рентгеновским квантометром и последовательным рентгеновским спектрометром. С появлением в 2011 году нового спектрометра, а соответственно и дополнительных возможностей, в повседневную практику завода внедрен предварительный полуколичественный анализ. Введение данной процедуры позволило технологам и коммерсантам завода иметь полную информацию о составе всех материалов, поступающих на завод для переработки или образующихся в результате технологических процессов. Это информация важна для принятия оперативных решений. Специалисты ЦАЛ также получили новые возможности: имея полную информацию о составе материалов проб, была принципиально изменена общая схема анализа практически всех проб, поступающих на анализ в ЦАЛ, снижены затраты на анализ.

Группа стандартных образцов ЛСА занимается изготовлением стандартных образцов состава драгоценных металлов уже более 60 лет. Многие годы стандартные образцы, созданные в АО «ЕЗ ОЦМ», помогали сотрудникам всех лабораторий СССР, а в дальнейшем России, обеспечивать требуемое качество анализа драгоценных металлов. И в настоящее время группа стандартных образцов решает те же задачи, но на современном уровне. В июле 2016 года группа стандартных образцов успешно прошла процедуру аккредитации в ААЦ «Аналитика», имеющем аккредитацию в ILAC/APLAC, а это значит, что стандартные образцы, разработанные в АО «ЕЗ ОЦМ», признаются всеми странами, входящими в международное сообщество ILAC/APLAC.

Лаборатория физико-химических методов (ФХМ) – ровесница завода. В настоящее время в подразделении выполняют количественный химический анализ сырья, готовой продукции, полуфабрикатов и различных видов отходов. Наряду с абсолютными методами (гравиметрия и титриметрия) в лаборатории применяют и современные физико-химические методы, такие как атомная абсорбция, атомная эмиссия и масс-спектрометрия с возбуждением в индуктивно-связанной плазме, спектрофотометрия, потенциометрия. Работы выполняются на современном аналитическом оборудовании.

Применяемые в лаборатории ФХМ методики анализа соответствуют международным стандартам (ASTM и ISO) как по технике выполнения анализа, так и по метрологическим характеристикам. Особенностью работы лаборатории является высокая точность при определении высоких концентраций драгоценных металлов.

Химические и физико-химические методики являются самыми многооперационными, а значит и требуют значительных дополнительных затрат рабочего времени инженерного и технического персонала лаборатории для контроля стабильности и достоверности результатов анализа. Особенно сложно организовать такой контроль при выполнении количественного анализа нестандартных материалов неизвестного состава и происхождения. Поэтому в лаборатории ФХМ большое внимание уделяется созданию рациональной системы обеспечения стабильности и достоверности результатов анализа, при этом необходимо соблюсти баланс с минимальными затратами рабочего времени и снижением расхода драгоценных металлов.

Основное направление деятельности лаборатории технологического контроля – экспрессный аналитический контроль технологических процессов аффинажного производства, сопровождение исследовательских работ, а также анализ готовой продукции аффинажа (химические соединения). Лаборатория образовалась в связи с

появлением на заводе новых направлений деятельности: расширение аффинажа и выпуск химических соединений драгоценных металлов. Современное аналитическое оборудование и разработанные методики анализа позволяют решать разнообразные задачи аффинажного производства при минимальной продолжительности анализа. Несмотря на то, что ЛТК на 95% обслуживает технологические процессы аффинажного производства в подразделении работают современные аналитические приборы: масс-спектральные анализаторы с возбуждением в индуктивно-связанной плазме, автоматический титратор, спектрофотометр в видимой и ультрафиолетовой областях спектра, инфракрасный спектрометр, пламенные атомно-абсорбционные спектрометры.

Особенностью подразделения является использование сложного высокочувствительного масс-спектрального метода при повседневном анализе технологических проб. Это привело к значительному сокращению сроков выполнения анализа и повышению достоверности получаемых результатов. Метод масс-спектрометрии используется и при определении примесей в различных химических соединениях, которые являются готовой продукцией аффинажного производства.

В лаборатории разработана и внедрена методика определения анионов в химических соединениях металлов платиновой группы титриметрическим аргентометрическим методом с использованием автоматического титратора.

Самое молодое подразделение ЦАЛ – лаборатория пробирного анализа (ЛПА). Открытие ЛПА состоялось 16 июля 2015 года. Появление нового отделения в ЦАЛ обусловлено развитием новых стратегических направлений деятельности завода: переработка «бедных» вторичных и первичных видов отходов, содержащих драгоценные металлы. Без применения старейшего метода пробирного концентрирования в сочетании с современными возможностями аналитической химии выполнение анализа этих продуктов с высокой достоверностью и минимальными сроками был бы невозможен.

Лаборатория пробирного анализа состоит из двух отделений: плавильное и аналитическое. При выборе оборудования для обоих отделений руководствовались следующими принципами: высокая производительность и качество. В результате в плавильном отделении успешно работает плавильный комплекс с системами мультизагрузки-мультиразливки, энергодисперсионный рентгеновский спектрометр. В аналитическом отделении работают масс-спектрометр и атомно-эмиссионный спектрометр с возбуждением в индуктивно-связанной плазме, газоанализатор для элементного анализа углерода и серы, автоматический титратор и множество другого современного оборудования. В настоящий момент в ЛПА уже имеется 5 аттестованных методик анализа, а в конце августа 2016 года ЛПА успешно прошла процедуру аккредитации в ААЦ «Аналитика», имеющем аккредитацию в ILAC/APLAC, а это значит, что результаты анализа, полученные в ЛПА ЦАЛ, признаются всеми странами, входящими в международное сообщество ILAC/APLAC. Несмотря на непродолжительное время работы в ЛПА освоены все существующие приемы пробирного концентрирования: плавка на свинцовый веркблей с различными присадками и плавка на никелевый штейн. Применение разных видов сплавления материалов проб позволяет с высокой точностью определять все драгоценные металлы (золото, серебро, платину, палладий, родий, иридий, рутений) в материалах с самыми различными матрицами и в широком концентрационном диапазоне.

В своей деятельности специалисты Центральной аналитической лаборатории всегда учитывают потребности предприятия: осваивают новые методы анализа и современное оборудование, разрабатывают новые и усовершенствуют существующие методики, анализируют многообразие нестандартных продуктов, активно проводят работы по метрологическому обеспечению качества аналитического процесса и поддержанию статуса аккредитованной лаборатории.

Сотрудники Центральной аналитической лаборатории занимаются не только решением непосредственно аналитических задач, но и проблемами снижения себестоимости анализа за счет повышения производительности, снижения

«металлоемкости» аналитических процессов и увеличения загрузки дорогостоящего оборудования, путем расширения области применения аналитического оборудования.

Большое внимание в лаборатории уделяется организации взаимодействия между отдельными подразделениями. В лабораториях выделены высокопрофессиональные лаборанты, которые кроме выполнения текущего анализа дополнительно исполняют функции диспетчеров и обеспечивают рациональное и беспрепятственное движение проб между отделениями ЦАЛ.

Проведение пооперационного нормирования аналитического процесса в ЦАЛ позволило более четко организовать деятельность каждого сотрудника лаборатории.

Благодаря введению диспетчеризации движения проб и введению пооперационного нормирования существенно сократилась средняя продолжительность анализа в лаборатории при одновременном увеличении производительности.

Высокая техническая компетентность Центральной аналитической лаборатории АО «ЕЗ ОЦМ» неоднократно подтверждалась в арбитражных спорах, в том числе и с зарубежными партнерами, при получении статуса «Good Delivery», а также при участии в процедурах профессионального тестирования, проводимых LBMA, и в процедурах межлабораторного сличения.

Начиная с 2015 года, ЦАЛ активно оказывает аналитические услуги сторонним организациям. Это потребовало создания отдельного процесса – обслуживание внешних заказчиков. Теперь ЦАЛ не только удовлетворят потребности собственного производства в вопросах аналитического сопровождения, но и самостоятельно зарабатывает средства.

Признанием высокой профессиональной компетентности является и тот факт, что в 2014 году Совет по качеству РФ присудил ЦАЛ АО «ЕЗ ОЦМ» статус «Совершенная лаборатория», а в 2015 году ЦАЛ стала лауреатом самой престижной для аналитических лабораторий премии «Серебряный моль»!

Необходимо отметить, что на протяжении всей истории завода первые лица всегда с пониманием и уважением относились к потребностям аналитической лаборатории. Развитие аналитики в АО «ЕЗ ОЦМ» никогда не было на втором плане. И коллективы аналитических лабораторий своей ежедневной деятельностью во все времена оправдывали доверие руководителей завода.

ЦАЛ АО «ЕЗ ОЦМ» и сейчас является лидером во многих проектах, как на заводе, так и в России. Мы занимаем открытую позицию в сотрудничестве с другими организациями при разработке и согласовании методик анализа, разработке стандартных образцов, готовы оказывать помощь другим предприятиям в становлении лабораторий, и сами с удовольствием учимся у наших партнеров и коллег.

Коллектив Центральной аналитической лаборатории с уважением относится ко всему, что создано нашими предшественниками, и своей деятельностью постоянно продолжает подтверждать высокий профессиональный статус на государственном и международном уровне.

ЦАЛ АО «ЕЗ ОЦМ» – это команда компетентных честных и неравнодушных единомышленников.