ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ В ОТХОДАХ, ИХ СОДЕРЖАЩИХ

Л.Д. Горбатова, А.К. Луцак

ОАО «ЕЗ ОЦМ», Центральная аналитическая лаборатория
624097, Свердловская область, Верхняя Пышма, ул. Ленина,131
gorbatova@ezocm.ru

Для определения драгоценных металлов (ДМ) в бедных отходах в ОАО «ЕЗ ОЦМ» ранее использовался метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-OES). Данный метод позволяет с высокой точностью определять ДМ в простых матрицах, например в катализаторах на основе оксида алюминия, но имеет ограничения при определении ДМ в пробах, основными компонентами которых являются железо, никель, молибден, титан, а также легкоионизируемые элементы, вызывающие матричное подавление аналитического сигнала и спектральные наложения. Из-за разнообразия отходов, поступающих на анализ, не представляется возможным разработать эффективный метод коррекции спектральных наложений при определении ДМ методом ICP-OES.

С целью снижения пределов обнаружения и улучшения достоверности определения ДМ в отходах для ЦАЛ ОАО «ЕЗ ОЦМ» был приобретен масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой NexION 300Q производства фирмы Perkin-Elmer. Установленный прибор укомплектован ритоновой распылительной камерой типа Скотта с поперечно-проточным распылителем, обеспечивающим высокую устойчивость к солевым матрицам и стабильность аналитического сигнала, без системы устранения полиатомных ионов.

При внедрении метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS) в аналитический цикл проведена оценка вероятных масс-спектральных наложений и выбраны изотопы для определения ДМ. Основой оценки вероятности масс-спектральных наложений служат результаты полуколичественного предварительного анализа проб на рентгенофлуоресцентном спектрометре Axios Max. В ЦАЛ ОАО «ЕЗ ОЦМ» метод ICP-MS используют при определении ДМ в материалах, нерастворимых в «царской водке». Вскрытие таких материалов выполняют либо сплавлением с никелевым порошком, либо спеканием с пероксидом натрия. Получаемые растворы имеют сложный для анализа методом ICP-OES матричный состав. В никелевой матрице присутствуют спектральные наложения никеля на аналитические линии иридия, родия, рутения, золота, а натриевая матрица вызывает подавление аналитического сигнала и засоление распылителя. При анализе методом ICP-MS за счет высокой чувствительности прибора и достаточного разбавления пробы удается избежать матричных эффектов.

Комбинация метода ICP-MS с царсководочным вскрытием и спеканием нерастворимого остатка с пероксидом натрия позволяет уверенно определять ДМ в отходах с их содержанием от 0,0003 %.

При переводе анализа бедных отходов с метода ICP-OES на метод ICP-MS достигнуто сокращение приборного времени на анализ одной пробы на 25 %. За счет разделения потока проб на два метода производительность лаборатории выросла на 21 %.

Для дальнейшего снижения пределов обнаружения ДМ в отходах в планах лаборатории разработка методик ICP-MS с предварительным концентрированием.