МЕТОД РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ЗОЛОТА И СЕРЕБРА В СПЛАВАХ НА ИХ ОСНОВЕ

Л.Д. Горбатова, М.Д. Лисиенко, Т.П. Кострикова

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

Среди объектов анализа Центральной аналитической лаборатории (ЦАЛ) ОАО «ЕЗ ОЦМ» есть золото-серебряные сплавы, содержащие 65 %–85 % золота, 32 %–12 % серебра и порядка 3 % примесей (медь, никель, железо). В этих сплавах необходимо с высокой точностью определять основные компоненты – золото и серебро.

Ранее в ЦАЛ для этой цели использовали методику количественного химического анализа (МКХА), устанавливающую гравиметрическое определение золота после восстановления его нитритом натрия и титриметрическое с потенциометрической индикацией конечной точки определение серебра (титрование иодидом калия). Недостатком этой методики являются трудности перевода сплава в раствор и, значит, длительное время анализа, составляющее 5–7 рабочих смен.

После приобретения последовательного волнового рентгеновского спектрометра Axios MAX PANalytical (Нидерланды) с генератором высокого напряжения мощностью 4 кВт и рентгеновской трубкой с молибденовым анодом перед лабораторией была поставлена задача создания МКХА золото-серебряных сплавов методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА). В качестве аналитических линий использовали Kα серебра и Lα золота. Регистрацию интенсивности их излучения осуществляли сцинтилляционным (для серебра) и запаянным ксеноновым совместно с пропорциональным проточным (для золота) детекторами, применяли 300 мкм коллиматор и кристалл-анализатор PX10. Выбор условий анализа, обеспечивающих заданные метрологические характеристики, заключался в определении оптимальных напряжения на трубке (60 кВ), силы тока (40 мА), времени измерения интенсивности линий (20 с) и фона (10 с).

Для построения линейных градуировочных зависимостей использовали стандартные образцы ранга ГСО и СОП состава бинарных сплавов, а также рабочие пробы, проанализированные химическим методом. Введена α-коррекция по интенсивности для золота по Kα Ag и по Lα Au для серебра. При выбранных условиях измерений для всей совокупности из шести СО состава и восьми рабочих проб для каждого из аналитов получены единые градуировочные зависимости.

Установлены метрологические характеристики методики, по точности она не уступает действующей химической. МКХА аттестована метрологической службой ОАО «ЕЗ ОЦМ» и внедрена в аналитический цикл.

Для проведения анализа пробы поступают в виде четырех дисков диаметром 20 мм, толщиной 2–3 мм. Процедура пробоподготовки заключается в токарной обработке и правке рабочей поверхности дисков с помощью полуавтоматического гидравлического пресса НТР-40 фирмы «Herzog» усилием 40 т до получения зеркальной поверхности.

Выполнение анализа предполагает использование метода постоянного графика. После измерения интенсивности аналитических линий серебра и золота происходит автоматический расчет результата. Контроль точности определений проводят с использованием образцов для контроля. Суммарное время анализа партии из двух проб составляет около двух часов.