

УДК 543.423; 546.9.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКТРОМЕТРА SPECTRO CIROS В АНАЛИЗЕ МАТЕРИАЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ ПЛАТИНОВЫЕ МЕТАЛЛЫ

Е.А.Голубова, М.П.Лосева

ОАО «Красноярский завод цветных металлов им.В.Н.Гулидова», ЦЗЛ
660123, Красноярск, Транспортный проезд, 1

Описан опыт использования спектрометра SPECTRO CIROS на Красноярском заводе цветных металлов им. В.Н. Гулидова. Приведены диапазоны концентраций примесей в матрицах платиновых металлов.

Голубова Елена Алексеевна – начальник химической лаборатории.

Область научных интересов: анализ платиновых металлов, ICP-спектрометрия для контроля содержания примесных компонентов в металлах платиновой группы.

Лосева Марина Петровна – инженер химической лаборатории.

Область научных интересов: ICP-спектрометрия в применении к анализу металлов платиновой группы.

Атомно-эмиссионный плазменный спектрометр SPECTRO CIROS появился в лаборатории в феврале 2001 года и пополнил парк имеющихся плазменных спектрометров для анализа растворов фирмы Thermo Jarrell Ash, среди которых IRIS, IRIS Advantage. Главные отличия прибора SPECTRO CIROS: горизонтально расположенная плазма и возможность регистрации спектра в УФ области существенно расширили достигнутую в лаборатории область применения ИСП метода в анализе платиновых металлов и их соединений.

С июля 2001 года на приборе поставлено определение примесей в аффинированных платиновых металлах и их соединениях после растворения образцов без отделения матрицы. В таблице приведён перечень примесей и границы определяемых содержаний.

Как видно из таблицы, нижняя граница определяемых содержаний для большинства примесей составляет 0,5-1,0 ppm и достигает в случае марганца 0,1 ppm в твёрдых образцах, что соответствует 0,001 – 0,01 ppm в рабочих растворах при относительном стандартном отклонении результатов 1-2 отн. %.

Снижение уровня концентраций определяемых элементов-примесей позволило уменьшить концентрацию элемента-основы в анализируемом растворе от 5 до 1-2 % и соответственно сократить расход материалов на анализ.

Диапазон содержаний элементов-примесей в матрицах платиновых металлов
(соответствующие матрицы указаны в скобках)

№ п/п	Элемент	Определяемые содержания, %
1	Платина	0,00005 - 0,02 (Pd); 0,0005 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
2	Палладий	0,00005 - 0,02 (Pt); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
3	Родий	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,02 (Ir, Ru)
4	Иридий	0,00005 - 0,02 (Pt); 0,0001 - 0,02 (Pd); 0,0005 - 0,02 (Rh, Ru)
5	Рутений	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,02 (Rh, Ir)
6	Золото	0,00002 - 0,02 (Pt); 0,0001 - 0,02 (Pd, Rh, Ir, Ru)
7	Серебро	0,00002 - 0,02 (Pt); 0,00005 - 0,02 (Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
8	Свинец	0,0001 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
9	Железо	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
10	Кремний	0,0005 - 0,05 (Pt, Pd, Rh, Ir, Ru)
11	Олово	0,0001 - 0,02 (Pt); 0,0005 - 0,02 (Pd, Rh, Ir, Ru)
12	Алюминий	0,00002 - 0,02 (Pt); 0,00005 - 0,02 (Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
13	Сурьма	0,0005 - 0,02 (Pt, Pd, Rh, Ir, Ru)
14	Медь	0,00002 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
15	Никель	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
16	Цинк	0,00002 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
17	Натрий	0,0001 - 0,05 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,05 (Rh, Ir, Ru)
18	Магний	0,00002 - 0,05 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,05 (Rh, Ir, Ru)
19	Кальций	0,00005 - 0,05 (Pt); 0,0001 - 0,05 (Pd, Rh, Ir, Ru)
20	Калий	0,0001 - 0,05 (Pt, Pd); 0,0005 - 0,05 (Rh, Ir, Ru)
21	Марганец	0,00001 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
22	Молибден	0,00005 - 0,02 (Pt)
23	Хром	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
24	Кобальт	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
25	Теллур	0,00025 - 0,02 (Pt); 0,0005 - 0,02 (Pd); 0,001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
26	Селен	0,00025 - 0,02 (Pt); 0,0005 - 0,02 (Pd); 0,001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
27	Висмут	0,0002 - 0,02 (Pt); 0,0005 - 0,02 (Pd); 0,001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
28	Мышьяк	0,0005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
29	Кадмий	0,00005 - 0,02 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,02 (Rh, Ir, Ru)
30	Барий	0,00005 - 0,05 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,05 (Rh, Ir, Ru)
31	Титан	0,00005 - 0,05 (Pt, Pd); 0,0001 - 0,05 (Rh, Ir, Ru)

Для элементов-примесей, таких как селен, сурьма, олово, теллур, свинец и мышьяк, известные аналитические линии которых имеют спектральные наложения элемента-основы, использовали аналитические линии без наложения матрицы в УФ-области спектра, что существенно увеличило точность их определения.

Наличие УФ-области спектра позволило иметь информацию о наличии неметаллов в пробе. В

частности, сейчас на приборе выполняется оценочный анализ серы, фосфора, хлора, брома в солях платиновых металлов и разрабатываются методики их количественного определения.

Программное обеспечение прибора выгодно отличается возможностью представления полного спектра исследуемого материала, что обеспечивает гибкий подход к учёту межэлементных влияний и быструю оценку состава пробы.

* * *

EXPLOITATION ICP OPTICAL EMISSION SPECTROMETER SPECTRO CIROS FOR ANALYSIS OF MATERIALS WITH CONTAINING PLATINUM METALS

E.A. Golubova, M.P. Loseva

Experience of SPECTRO CIROS use on Krasnoyarsk Non-Ferrous Plant is described. Concentration ranges of determined impurities in base of platinum metals are considered.