

АНАЛИЗ ВАЛОВОГО ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА, МИКРОВКЛЮЧЕНИЙ, НАНОЧАСТИЦ: ИСП-МС И/ИЛИ ИСП-ОЭС

Тимофеев П.В. (peter.timofeev@scheltec.ru)

Представительство АО ШЕЛТЕК АГ (Швейцария), Москва, Россия

ELEMENTAL ANALYSIS OF BULK METTER, INCLUSIONS, AND NANOPARTICLES: ICP-MS AND/OR ICP-OES

Timofeev P.V. (peter.timofeev@scheltec.ru)

Representative Office of SCHELTEC AG (Switzerland), Moscow, Russia

В докладе дается краткий обзор современных методов количественного элементного анализа валового состава образцов и включений в образце, анализа состава наночастиц различного происхождения для геологии, геохимии, минералогии, для добывающих и перерабатывающих предприятий.

Методы эмиссионного спектрального и масс-спектрального многоэлементного анализа с атомизацией и ионизацией в аргоновой индуктивно-связанной плазме (ИСП-ОЭС и ИСП-МС) в настоящее время общепризнаны как самые производительные и при этом часто и самые точные методы количественного анализа. За этой «общепризнанностью» часто скрываются множество недоразумений, непонимание возможностей методов и конкретных приборных воплощений, много фактов умышленных или непрофессиональных мистификаций со стороны поставщиков оборудования или организаций, выполняющих анализ на коммерческой основе.

В итоге, неправильный выбор метода анализа, прибора или поставщика услуг может привести к репутационным и финансовым издержкам.

Научному или практическому потребителю результатов анализа вещества требуется точность и надежность получаемых данных, желательно по меньшей цене. Аналитической лаборатории требуется оборудование для точного протоколируемого анализа с наименьшей себестоимостью, и малой стоимостью владения. К интересному выводу приводит применение простых результатов математической статистики: в двое более точный и стабильный прибор потребляет в 4 раза меньше всех расходуемых ресурсов и времени при одних и тех же жестких требованиях к точности количественного анализа.

Рентабельность ИСП-спектрометров и масс-спектрометров такова, что при малых загрузках до 30-40 образцов в смену прибор даже верхней ценовой категории окупается за 1 год и быстрее, а надежные модели служат до 10-15 лет и более. То есть, такие приборы не только окупаются, но и приносят большую прибыль. Для сложных применений подходят ИСП-ОЭС серий Optima 8300 и 8000 и ИСП-МС серии NexION 350 производства PerkinElmer. Их аналитические и эксплуатационные возможности подробно рассматриваются в докладе.

Среди прочих оптические спектрометры Optima выделяет экономия аргона и других ресурсов в 2-4 и более раз (в 2 раза, т.е. менее 10 л/мин за счет нового ИСП-генератора и дополнительно в 2 и более раз за счет стабильности, одновременности и точности анализа). Достигаемая на Optima 8300 точность анализа (0,2 отн.% по 3-сигма критерию) дает лучшую возможность для аналитического окончания пробирного анализа, самого точного аппаратного силикатного анализа, особоточного анализа макроостава образцов любого происхождения. Этот прибор позволяет отказаться от методически сложной, трудоемкой и требующей реактивов классической мокрой химии.

Производители эмиссионных приборов научились обходить сложные требования технических заданий, скрываясь множеством незначимых или мало значимых характеристик и особенностей оборудования. Яркий пример - включение в официальные спецификации и демонстрацию спектрального разрешения на традиционной для спецификаций длине волны 200 нм. При этом умалчивается о разрешениях во всем диапазоне и о частом на практике соотношении концентраций аналита и интерферента не в пользу аналита.

Уникальный метод Многокомпонентной спектральной фильтрации (MSF), реализованный на Optima, позволяет достигать лучшего реального разделения даже в сложных случаях наложений (Cu на Ir, W и Fe на Pt и другие благородные металлы, Al на Pb и Cd, разделение взаимных наложений РЗЭ и др.). Только на Optima 8300 возможность одновременной регистрации практически всех аналитических линий элементов дает возможность количественного анализа неизвестных образцов и дает возможность перерасчета результатов по другим спектральным линиям без повторной съемки образцов.

В чем же ограничения метода эмиссионной спектрометрии (ИСП-ОЭС) даже на лучших приборах? Достижимые пределы обнаружения для эмиссионного метода (без концентрирования и выделения элементов: растворил и измерил) при анализе пород и минералов находятся для большинства элементов на уровне 10-4 мас.%. Это позволяет даже на лучших приборах с достаточной точностью определять лишь 15-20 элементов и еще 10-20 элементов с ошибкой определения 20-100 отн.%. На практике граница точного анализа большинства элементов лежит на уровнях ~10-2 мас.%.

Масс-спектрометрия с ИСП имеет пределы обнаружения в 10³-10⁴ раз лучше (до 10-8 мас.% в твердых образцах), чем ИСП-ОЭС. ИСП-МС признано дает более точный анализ малых концентраций (уже при менее 0,1 мг/л в растворах и менее 10-2% в твердых образцах). Это востребовано для геохимического анализа, в задачах поиска редких элементов и при анализе аффинажных металлов и материалов с чистотой 5N и более). Например, при геоанализе определяются количественно до 81 элемента (т.е. фактически вся Таблица Менделеева за исключением газов).

Большое общее преимущество методов ОЭС и МС с ИСП в том, что они не требуют стандартных образцов той же природы (например, СО горных пород), т.к. эти методы обычно работают с растворенными образцами.

Оба метода применяются и с лазерным абляционным пробоотбором (ЛА). Но только ЛА-ИСП-МС дает возможность точечного количественного элементного анализа (диаметр пятна пробоотбора от 2-4 микрон) и анализа жидких и твердых включений в образцах, послойного анализа. В докладе приводится ряд примеров ЛА-ИСП-МС анализа, в частности для минералогии.

ИСП-МС NexION 350 собирает данные быстрее в ~20 раз, чем другие системы. Это дает ряд уникальных возможностей. Например, как прямой анализ растворов с общей концентрацией растворенного вещества до 300 г/л и анализ больших концентраций. Как определение элементного состава отдельных наночастиц (NPs), их распределений по размерам с шагом до 5 нм, определение концентраций растворенных элементов в растворах с взвесями. Казалось бы, далекая от реальной практики, эта группа возможностей открывают новые перспективы, например, при поиске месторождений золота и других редких металлов.