

## ОПТИКО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ (ИСП-ОЭС)



Опτικο-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500.

### Элементный анализ аффинированного серебра на ИСП-ОЭС спектрометре Plasma 350

Лариса Симбирятина, Андрей Киселев, ООО «Шелтек Групп».

#### Введение

Серебро – это благородный металл, который широко используется в различных областях применений. Помимо валюты и в качестве инвестиционного носителя (монеты и слитки), серебро используется в солнечных батареях, фильтрации воды, ювелирных изделиях, украшениях, дорогостоящей посуде и столовых приборах (отсюда термин "столовое серебро"), в электрических контактах и проводниках, в специализированных зеркалах, оконных покрытиях, в катализе химических реакций, в качестве красителя в витражах и в специализированных кондитерских изделиях.

**Аффинаж серебра** — это специально разработанная технология очистки металла от примесей. Результатом этой процедуры становится материал в чистом виде, который можно использовать для изготовления различных ювелирных украшений.

Для контроля качества аффинированного серебра и определения элементного состава широко используется атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС).

Для этих целей был разработан межгосударственный стандарт **ГОСТ 28353.2—2017 «СЕРЕБРО. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой»**. Настоящий стандарт распространяется на серебро с массовой долей серебра не менее 99.5%. Стандарт устанавливает атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения массовой доли примесей: алюминия, висмута, железа, золота, кадмия, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, олова, палладия, платины, родия, свинца, селена, сурьмы, теллура, титана, хрома и цинка в серебре.

Представленная работа демонстрирует возможности атомно-эмиссионного спектрометра Plasma 3500 NCS Testing Technology Co., Ltd. для элементного анализа аффинированного серебра.

Plasma 3500 создан для количественного элементного анализа методом ИСП-ОЭС – метрологические характеристики Plasma 3500 достаточны для большинства практических задач. Спектрометр работает в широком спектральном диапазоне длин волн от 160 до 1000 нм и обеспечивает высокую линейность и низкий фон благодаря двойному обзору плазмы, вертикальной горелке и охлаждаемому конусу для устранения «холодной» оконечности плазмы. Эффективный и компактный полупроводниковый радиочастотный генератор с автоматическим согласованием обеспечивает аналитическую точность и долговременную стабильность.

Эшелле-полихроматор обеспечивает разделение спектральных линий в широком диапазоне длин волн, весь спектр регистрируется одновременно CCD детектором большой площади. Программное обеспечение на русском языке предоставляет пользователю все необходимые функции и настройки для простой разработки метода анализа. Обширная библиотека длин волн с подсказками по возможностям спектральным наложениям других элементов.



ООО "Шелтек Групп"

Москва, Ленинский проспект, 38А

+7 (495) 935 8888

<http://scheltec.group>

[info@scheltec.ru](mailto:info@scheltec.ru)

[info@scheltec.group](mailto:info@scheltec.group)

## Экспериментальная часть

### Пробоподготовка

В качестве образцов использовались стандартные образцы состава серебра аффинированного ГСО 11536-2020 (СрА2) и ГСО 11537-2020 (СрА3).

Пробоподготовка проводилась в соответствии с ГОСТ 28353.2-2017 и заключалась в следующем: навески серебра по 0.5 г растворяют в азотной кислоте (1:1), осаждают серебро в виде хлорида серебра, отфильтровывают, промывают и полученный фильтрат (раствор 1) оставляют для анализа. Фильтр с осадком растворяют в серной и азотных кислотах, удаляют пары серного ангидрида, повторно осаждают хлорид серебра, фильтруют, промывают. Фильтрат упаривают, добавляют раствор соляной кислоты (1:5) и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, объединяют с раствором 1 и доводят до метки. Одновременно с подготовкой проб в тех же условиях проводят не менее двух контрольных («холостых») опытов для внесения поправки в результаты анализа на чистоту реактивов.

### Оборудование и условия измерения

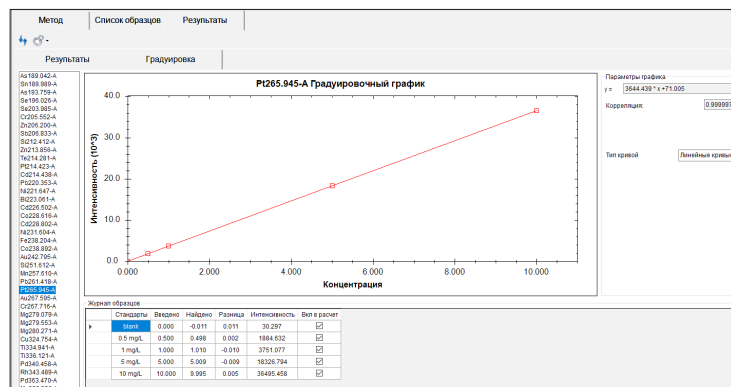
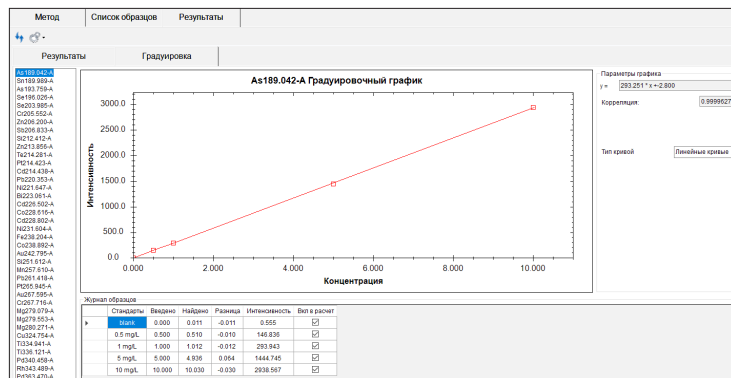
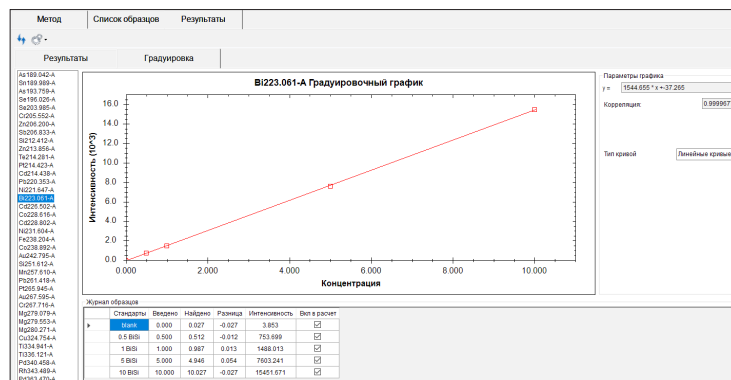
Все измерения проводились на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500, условия работы на приборе приведены в *таблицу 1*. Использовался концентрический распылитель типа Meinhard со стеклянной циклонной распылительной камерой, кварцевая горелка с инжектором с внутренним диаметром 2 мм.

Градуировочные растворы были приготовлены из многоэлементных коммерческих стандартных растворов, разбавленных соляной кислотой (1:5) для достижения концентраций элементов, указанных в *таблице 2*.

В качестве бланка (нулевой раствор) использовался раствор соляной кислоты (1:5).

При подготовке анализируемых растворов проб и градуировочных растворов использовались кислоты квалификации ОСЧ и деионизированная вода. Так как градуировка проводилась по многоэлементным стандартным растворам, то процесс градуировки занял непродолжительное время. Коэффициент корреляции отображается в окне градуировки и составлял не менее 0,9999 по всем элементам.

Для наглядности ниже приведены градуировочные графики для некоторых элементов.



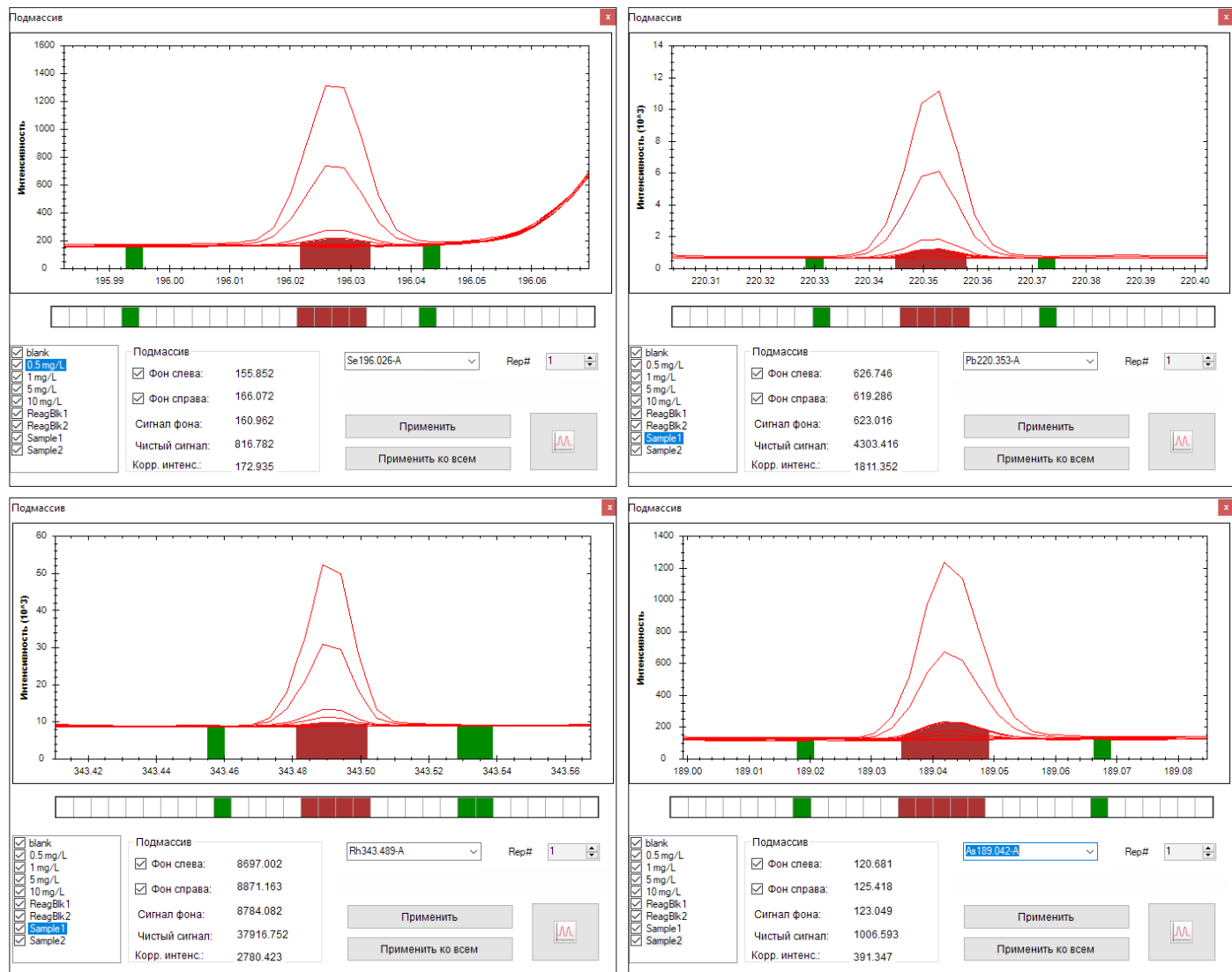
Параметр	Значение
Распылитель	Распылитель Meinhard®
Распылительная камера	Стеклянная циклонная
Скорость подачи пробы, об/мин	20
Мощность РЧ-генератора, Ватт	1200
Подача газа распылителя, л/мин	0.6
Подача вспомогательного газа, л/мин	0.2
Подача газа плазмы, л/мин	12
Наблюдение плазмы	Аксиальное
Время интегрирования	3 сек

Таблица 1. Параметры ИСП-ОЭС Plasma 3500.

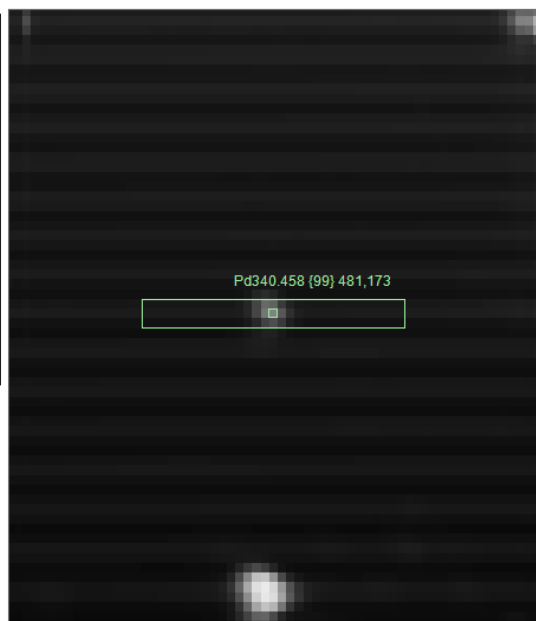
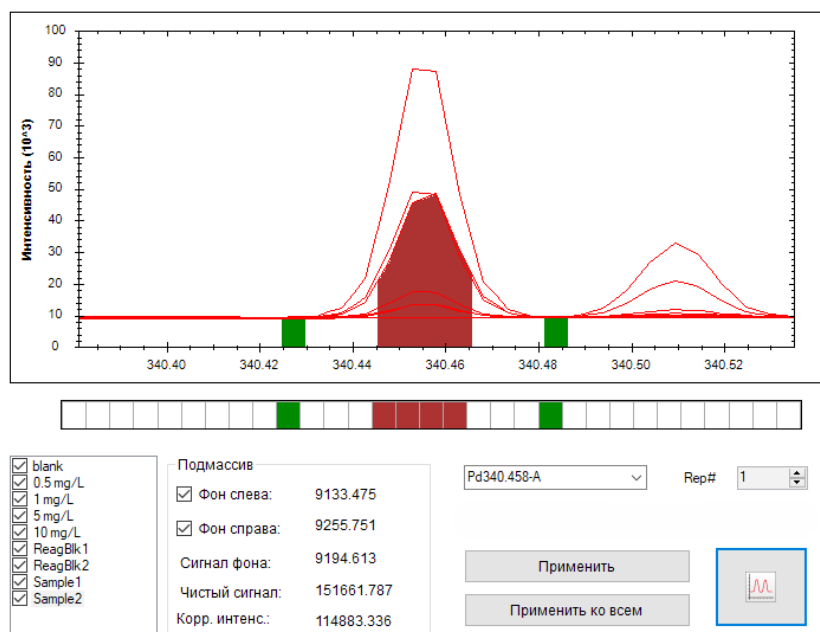
Элемент	Стд.№1	Стд.№2	Стд.№3	Стд.№4	Стд.№5	Стд.№6	Стд.№7	Стд.№8
Al	0,5	1,0	5,0	10,0				
As	0,5	1,0	5,0	10,0				
Au	0,5	1,0	5,0	10,0				
Bi					0,5	1,0	5,0	10,0
Cd	0,5	1,0	5,0	10,0				
Co	0,5	1,0	5,0	10,0				
Cr	0,5	1,0	5,0	10,0				
Cu	0,5	1,0	5,0	10,0				
Fe	0,5	1,0	5,0	10,0				
Mg	0,5	1,0	5,0	10,0				
Mn	0,5	1,0	5,0	10,0				
Ni	0,5	1,0	5,0	10,0				
Pb	0,5	1,0	5,0	10,0				
Pd	0,5	1,0	5,0	10,0				
Pt	0,5	1,0	5,0	10,0				
Rh	0,5	1,0	5,0	10,0				
Sb	0,5	1,0	5,0	10,0				
Se	0,5	1,0	5,0	10,0				
Si					0,5	1,0	5,0	10,0
Sr	0,5	1,0	5,0	10,0				
Te	0,5	1,0	5,0	10,0				
Zn	0,5	1,0	5,0	10,0				

Таблица 2. Концентрации элементов в градуировочных растворах в мг/дм<sup>3</sup>

Анализ проводился с использованием стандартной двухточечной коррекции фона без каких-либо других формул спектральной коррекции. Для наглядности ниже приведены изображения спектров для некоторых элементов.



Программное обеспечение позволяет оценивать и корректировать положение выбранной спектральной линии на эшеллограмме.



Результаты определения массовых долей элементов и их аттестованные значения в стандартных образцах состава серебра аффинированного ГСО 11536-2020 (СрА2) и ГСО 11537-2020 (СрА3) приведены в таблице 3.

ЭЛЕМЕНТ	Длина волны, нм	ГСО 11536-2020 (СрА2)		ГСО 11537-2020 (СрА3)	
		Результат измерения массовой доли ± Δ, % *	Аттестованное значение массовой доли ± Δ, %	Результат измерения массовой доли ± Δ, % *	Аттестованное значение массовой доли ± Δ, %
Al	396.152	0,00013 ± 0,00009	0,00013 ± 0,00007	0,0003 ± 0,00021	0,0007 ± 0,0004
As	193.759	0,0094 ± 0,0005	0,0113 ± 0,0009	0,0025 ± 0,0006	0,0027 ± 0,007
	189.042	0,0010 ± 0,0005		0,0025 ± 0,0006	
Au	242.795	0,00105 ± 0,0005	0,0008 ± 0,0001	0,0010 ± 0,0005	0,0012 ± 0,0007
	267.595	0,00102 ± 0,0005		0,0009 ± 0,0005	
Bi	223.061	0,00035 ± 0,00021	0,00034 ± 0,0006	0,00060 ± 0,00027	0,0009 ± 0,0002
Cd	226.502	0,00063 ± 0,00027	0,00058 ± 0,00006	0,00209 ± 0,0006	0,0019 ± 0,0003
	214.438	0,00064 ± 0,00027		0,00210 ± 0,0006	
Co	228.616	0,00066 ± 0,00027	0,0007 ± 0,0002	0,0032 ± 0,0008	0,004 ± 0,001
Cr	267.716	0,0004 ± 0,00021	0,0003 ± 0,0001	0,0018 ± 0,0005	0,0019 ± 0,0004
	205.552	0,0003 ± 0,00021		0,0017 ± 0,0005	
Cu	324.754	0,031 ± 0,0067	0,033 ± 0,001	0,0016 ± 0,0005	0,0019 ± 0,0003
Fe	238.204	0,0084 ± 0,0022	0,008 ± 0,001	0,00109 ± 0,0003	0,0012 ± 0,0003
Mg	279.079	0,0010 ± 0,0005	0,001 ± 0,0005	0,0012 ± 0,0004	0,0017 ± 0,0004
	280.271	0,0012 ± 0,0005		0,0011 ± 0,0004	
Mn	257.610	0,00021 ± 0,00015	0,00032 ± 0,00008	0,00204 ± 0,0006	0,0020 ± 0,0006
Ni	231.604	0,00052 ± 0,0003	0,0006 ± 0,0001	0,0018 ± 0,0006	0,0014 ± 0,0006
	221.647	0,00055 ± 0,0003		0,0017 ± 0,0006	
Pb	220.353	0,0020 ± 0,0006	0,0023 ± 0,0003	0,0056 ± 0,0011	0,007 ± 0,002
	261.418	0,0025 ± 0,0006		0,0056 ± 0,0011	
Pd	340.458	0,048 ± 0,0010	0,052 ± 0,005	0,0051 ± 0,0010	0,006 ± 0,0007
	363.470	0,048 ± 0,0010		0,0052 ± 0,0010	
Pt	265.945	0,034 ± 0,0065	0,033 ± 0,005	0,0019 ± 0,0009	0,0023 ± 0,0006
				0,0020 ± 0,0009	
Rh	343.489	0,00032 ± 0,00021	0,0004 ± 0,0002	0,0022 ± 0,0006	0,0019 ± 0,0009
				0,0014 ± 0,0005	
Sb	206.833	0,00053 ± 0,00027	0,0005 ± 0,0001	0,0015 ± 0,0005	0,0016 ± 0,0005
				0,0014 ± 0,0005	
Se	196.026	0,0003 ± 0,00021	0,0004 ± 0,0001	0,0011 ± 0,0005	0,0015 ± 0,0004
Si	212.412	-	-	0,0055 ± 0,0011	0,005 ± 0,001
Sn	189.989	0,00039 ± 0,00024	0,00043 ± 0,00009	0,00082 ± 0,0004	0,0009 ± 0,0003
Te	214.281	0,00094 ± 0,00023	0,0010 ± 0,0003	0,0017 ± 0,0006	0,0018 ± 0,0007
Zn	206.200	0,00087 ± 0,0005	0,0008 ± 0,0004	0,0011 ± 0,0005	0,001 ± 0,0007
	213.856	0,00091 ± 0,0005		0,0012 ± 0,0005	

Таблица 3. Результаты измерений

## Выводы

Эта работа продемонстрировала способность спектрометра Plasma 3500 успешно измерять содержание примесей в серебре на уровнях чистоты 99.8% и выше в соответствии с ГОСТ 28353.2—2017.

## Литература

1. Межгосударственный стандарт ГОСТ 28353.2—2017 «СЕРЕБРО. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой».