

КЛ-3

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ ПРОБ ПРИ ИСП-МС И ИСП-АЭС АНАЛИЗЕ ВЕЩЕСТВ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Медведев Н.С.<sup>1</sup>, Сапрыкин А.И.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>2</sup>Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Новосибирск, Россия  
[medvedev@niic.nsc.ru](mailto:medvedev@niic.nsc.ru)

DOI: 10.26902/ASFE-11\_14

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) – это высокоинформативные методы количественного химического анализа. Эти методы отличаются многоэлементностью, низкими пределами обнаружения аналитов и динамический диапазон 6-8 порядков величины.

Стандартный способ введения проб в ИСП при ИСП-МС и ИСП-АЭС анализе это пневматическое распыление растворов. Этот способ введения проб отличается простотой использования, высокой стабильностью аналитического сигнала и универсальностью, однако он имеет ряд недостатков. К их числу относят малую эффективность использования анализируемого раствора (обычно составляет 1-2 %), необходимость существенного разбавления анализируемой пробы (как правило, более чем в  $10^3$  раз). Это приводит к снижению сигналов аналитов, возрастанию сигнала контрольного опыта, повышению вероятности внесения неконтролируемых загрязнений, что ухудшает пределы обнаружения и ограничивает возможности методов ИСП-МС и ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Электротермическое испарение (ЭТИ) – это альтернативный высокоэффективный способ введения проб в ИСП. Этот способ введения проб основан на испарении материала проб с резистивно нагреваемой подложки. При использовании ЭТИ не требуется разбавления пробы, для анализа достаточно 10-50 мкл образца. Целью работы была оценка аналитических возможностей методов ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Показаны преимущества и ограничения использования ЭТИ при анализе высокочистых кадмия, молибдена, вольфрама, оксида германия. Выбраны инструментальные параметры ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа. Изучено поступление аналитов и элементов основы проб в ИСП при различных программах нагрева ЭТИ. Для снижения спектральных влияний реализовано отдельное (фракционное) испарение основы проб и аналитов. Предложены способы прямого ЭТИ-ИСП-АЭС анализа твердых проб и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа с предварительным концентрированием примесей отгонкой основы проб. Проведена проверка правильности ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа.