

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС)

- Большинство современных исследований микроэлементного состава пород и минералов базируется на масс-спектрометрических данных. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) занимает лидирующие позиции как в элементном, так и изотопном анализе благодаря следующим преимуществам:
 - высокой чувствительности,
 - многокомпонентности,
 - универсальности,
 - высокой скорости анализа.

Современная ИСП масс-спектрометрия позволяет проводить измерения низких и ультранизких содержаний одновременно нескольких десятков элементов с чувствительностью до $10^{-13}\%$.

Сущность метода

- Эмиссионный плазменный спектральный анализ основан на возбуждении характеристического спектра с использованием высокочастотного индукционного разряда для нагрева мелкодисперсного аэрозоля анализируемого вещества в аргоновой плазме.
- Для регистрации полученного спектра используются многоканальные спектроанализаторы или сканирующие монохроматоры с компьютерным управлением, позволяющие измерять интенсивность спектральных линий.
- Для метода характерны весьма низкие пределы обнаружения концентраций элементов, высокая точность и хорошее разрешение.
- Чувствительность определения элементов в растворах находится на уровне 10^{-6} – 10^{-8} %.

Аппаратура и процедура

- Наиболее распространенным прибором является квадрупольный масс-спектрометр ELAN 9000.
- Подготовленный к анализу раствор пробы разбавляется 1%-ным раствором азотной кислоты и переводится в полипропиленовый контейнер объемом 50 мл. Туда же вносится раствор элемента, который принимается за внутренний стандарт, - индия с концентрацией 10 ppb(миллиардная доля; 1ppb=1мг/т).
- Ввод раствора в масс-спектрометр осуществляется в помощью пневматического поперечно-поточного распылителя. Для измерений используется аргон чистоты 99,999%.
- Перед началом работы прибор проходит процедуру оптимизации для достижения максимальной чувствительности.
- Определение возможно только на основе построения градуировочных зависимостей с использованием мультиэлементных стандартных растворов PerkinElmer Instruments.

Пробоподготовка

- Задачей пробоподготовки является полное разложение пробы. При этом должно соблюдаться минимальное разбавление проб.
- Проба переводится в раствор с применением оптимального способа, при котором подбираются подходящий растворитель и условия разложения.
- При разработке методики химического разложения проб следует добиться полной степени вскрытия минеральной фазы.
- Наиболее эффективным является СВЧ-разложение с применением программы ступенчатого нагрева до давления 350 КПа и выдержки при указанном давлении в течение определенного времени. В этих условиях обычно достигается 100% растворение пробы.
- Все используемые для пробоподготовки и проведения анализа реактивы и кислоты (плавиковая, азотная и др.) дополнительно очищаются методом «недокипящей» дистилляции.

Заключение

- Высокая температура в плазменном канале обеспечивает возможность определения содержаний трудновозбуждаемых элементов (C, S, P, Se).
- Лидирующие позиции на мировом рынке занимает аппаратура зарубежной фирмы “Perkin Elmer” – масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой Elan7000, Elan9000, а также масс-спектрометр высокого разрешения с индуктивно-связанной плазмой типа ELEMENT2 фирмы “Finnigan Mat”.
- Высоким достоинством метода является одновременное определение концентраций до 60 элементов и представление результатов в форме одной итоговой таблицы с распечаткой содержаний до 6-го знака после запятой.