

# Анализ вещества

УДК 543.621;54.062

## КОМБИНИРОВАННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВОЗВРАТНОГО МЕТАЛЛСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ (ОБЗОР)<sup>1</sup>

© М. С. Доронина<sup>2</sup>, Ю. А. Карпов<sup>2</sup>, В. Б. Барановская<sup>2</sup>

*Статья поступила 11 декабря 2015 г.*

В обзоре рассмотрены методы анализа возвратного металлсодержащего сырья (ВМС): рентгенофлуоресцентный анализ, атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Показаны особенности применяемых методов и отмечено, что для каждого объекта нужно разрабатывать методику анализа с учетом специфики ВМС. В большинстве случаев используют способы пробоподготовки, гармонизированные с применяемым методом анализа и составом пробы.

**Ключевые слова:** возвратное металлсодержащее сырье; рентгенофлуоресцентный анализ; атомно-абсорбционная спектрометрия; ИСП-АЭС; ИСП-МС; металлы платиновой группы; определение.

Возвратное металлсодержащее сырье (ВМС) — это собирательное понятие, включающее в себя все виды вторичного сырья, различные металлсодержащие отходы, а также техногенное металлсодержащее сырье, сопутствующие всем этапам любого металлургического производства. ВМС — это огромный класс металлсодержащих продуктов, которые могут быть рассмотрены с разных точек зрения — как ценное «богатое» металлургическое сырье и как загрязнитель окружающей среды токсичными элементами, особенно на территориях, расположенных в непосредственной близости к горно-металлургическому производству. Таких территорий в России множество, а решение проблемы переработки ВМС имеет общегосударственное значение. В любом случае первый шаг в решении этой глобальной проблемы — это максимально полный химический анализ ВМС с определением ценных и сопутствующих компонентов, а также элементов-примесей. При этом следует учитывать особенности ВМС как объекта анализа — сложный и переменный состав, широкий диапазон содержаний определяемых компонентов, неоднородность.

Таким образом, анализ возвратного металлсодержащего сырья на содержание ценных компонентов представляет собой сложную задачу, для решения которой необходима разработка научно-методического подхода и наличие современных универсальных, многокомпонентных и высокоточных методов анализа.

На стадии изучения, разборки и сортировки лома и отходов обычно используют экспресс-методы дозиметрического контроля для оценки радиационной безопасности сырья, методы неразрушающего контроля (рентгенофлуоресцентные с энергетической дисперсией, ядерно-физические методы с использованием проникающего излучения — нейтронов и гамма-квантов). Перспективным представляется использование тест-методов (методов индикации, идентификации или качественного анализа).

Для анализа пробы сырья после завершения операций пробоподготовки и сокращения используют химические, физико-химические, комбинированные, физические методы элементного, фазового, вещественного, молекулярного, изотопного и других видов анализа. Выбор применяемых методов зависит от перечня определяемых компонентов, их содержания, требуемой точности анализа. Обычно определению заданных компонентов предшествует обзорный рентгенофлуоресцентный и атомно-эмиссионный анализ, дающий общее представление о полном химическом составе вторичного сырья. На основании этого идентификационного эксперимента выбирают элементы для последующего определения.

Помимо благородных металлов Ag, Au, Pt и Pd в возвратном металлсодержащем сырье определяют

<sup>1</sup> Работа выполнена при софинансировании Министерства образования и науки РФ по программе повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС» среди ведущих мировых научно-образовательных центров на 2013 – 2020 гг. (№ К1-2014-026) и при поддержке Российского научного фонда по проекту № 14-13-00897 (в части обзора методов химической диагностики исследуемых объектов).

<sup>2</sup> АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», Москва, Россия; e-mail: ms.semenova@gmail.com; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия.

Cu, Al, Fe, Ni, платиновые металлы Rh, Ru, Ir, редкие тугоплавкие металлы Nb, Ta, Zr, редкие рассеянные элементы Ga, In, Ge, Re и ряд других.

Для анализа возвратного металлсодержащего сырья применяют методы атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектрометрии, спектрофотометрии, рентгеновской флуоресценции, классические методы гравиметрического и потенциометрического анализа.

Использование этих методов обусловлено ранее перечисленными особенностями объектов анализа, при этом прямое определение без специальной пробоподготовки, разделения и концентрирования проводят крайне редко. Поэтому в каждом отдельном случае разрабатывают методику анализа с преобразованием пробы в оптимальную для выбранного метода форму, обеспечивающую получение наиболее точных результатов. В данном обзоре рассмотрены такие комбинированные методы применительно к различным видам ВМС.

*Рентгенофлуоресцентный метод* (РФА), характеризующийся высокой экспрессностью, относительно простой пробоподготовкой и имеющий мало ограничений по физическим свойствам и химическому составу объекта исследования [1, 2], часто используют при анализе возвратного металлсодержащего сырья: для определения драгоценных металлов в катализаторах [3], технологических продуктах и отходах производства [4], шламах и платиновых концентратах [5], вторичном сырье, содержащем драгоценные металлы [6, 7]. Для определения благородных металлов в катализаторах также был применен комплексный подход, включающий титриметрическое определение основной массы драгоценных металлов и последующий рентгенофлуоресцентный анализ гранул катализатора после выщелачивания [8].

Для определения низких содержаний сопутствующих и токсичных элементов As, Se, Te, Bi, Co, Cd, Sn, Pb, Sb, Fe, Au, In, Cu, Ni, Ag, Zn, Hg, Mn используют сорбционно-рентгенофлуоресцентные методики с применением полимерного тиоэфира и пенополиуретановых сорбентов [9, 10].

Авторами работы [9] разработан простой и универсальный сорбционно-рентгенофлуоресцентный метод определения ряда элементов, в том числе As, Au, Se, Te, включающий концентрирование на полимерном тиоэфире. Метод характеризуется высокой воспроизводимостью: относительное стандартное отклонение при определении 300 – 1000 мкг металла на 1,2 г сорбента составляет 0,02 – 0,03. Пределы обнаружения элементов в пересчете на 400 мл анализируемого раствора составляют  $5,2 \cdot 10^{-3}$  –  $4,7 \cdot 10^{-2}$  мкг/мл. Метод может быть использован при анализе технологических растворов, продуктов металлургического производства, объектов окружающей среды.

В работе [10] усовершенствовали методику сорбционно-рентгенофлуоресцентного (СРФ) определения тяжелых металлов на пенополиуретановых (ППУ)

сорбентах после концентрирования из водных растворов в виде ацидокомплексов, хелатов или ионных ассоциатов. Предложены экспериментальные подходы к увеличению отношения сигнал/шум в РФ спектре, что позволяет дополнительно повысить чувствительность гибридных СРФ ППУ методик определения ряда металлов (Mn, Fe, Co, Ni, Hg, Pb) до единиц нг/мг и расширить диапазон линейности градуировочных зависимостей до двух порядков величины.

Уникальный опыт комплексного определения элементов в продуктах переработки накоплен ГМК «Норильский никель»: разработана методика рентгеноспектрального анализа продуктов металлургического цеха на содержание как благородных, так и цветных, редких и токсичных металлов. Диапазон определяемых содержаний — от 0,001 до 100 % масс.

*Атомно-абсорбционная спектрометрия* (AAC), в принципе, позволяет анализировать жидкые, твердые и газообразные пробы, однако большая часть методик относится к анализу растворов, что связано с удобством дозирования и концентрирования проб, простотой градуирования [11 – 15].

Поскольку в ВМС присутствует большое количество сопутствующих элементов, возможны существенные помехи. В AAC разработан ряд приемов, с помощью которых можно если не подавить помехи полностью, то хотя бы их сильно уменьшить (например, повышение температуры атомизации в пламени). Используют также образцы сравнения, адекватные по составу исследуемым пробам. Наиболее широко применяемый прием устранения влияний — модификация матрицы путем добавления буферирующих растворов, которые подбирают экспериментально [16].

Метод AAC широко применяют для определения платиновых металлов в возвратном металлсодержащем сырье [16 – 25]. Для определения токсичных элементов данным методом используют различные способы предварительного концентрирования с S<sub>N</sub>-содержащими сорбентами [26, 27] и соосаждения на гидроксидах [28 – 30].

В работе [6] исследована возможность определения ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (ЭТААС) в кислых растворах, содержащих окислители; селена и мышьяка после их сорбционного концентрирования на S<sub>N</sub>-содержащих сорбентах с использованием в качестве модификаторов Pd, Pt, Ir, Rh и Au.

As, Sb и Bi определяли в медном электрическом кабеле методом ЭТААС в графитовой печи [7]. С целью увеличения соотношения сигнал аналита/неспецифический абсорбционный сигнал изучили различия в испарении элемента основы пробы (меди) и аналита, а также способы устранения помех со стороны меди.

Метод ЭТААС, использованный в работе [8] для определения мышьяка в медных сернокислых электролитах и электролитной меди после соосаждения мышьяка на коллекторе — гидроксиде лантана или

железа, обеспечивает высокую точность результатов и низкий предел обнаружения.

Основным недостатком метода AAC является последовательное, а не одновременное определение элементов. При создании приборов для многоэлементной AAC с использованием непрерывного источника излучения теряются отдельные достоинства AAC, связанные с регистрацией поглощения в центре атомной линии и с высокой чувствительностью. Узкий диапазон рабочих концентраций [13] также затрудняет реализацию многоэлементной AAC.

*Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанный плазмой (АЭС-ИСП)* — наиболее востребованный в последние десятилетия метод анализа ВМС благодаря сочетанию таких качеств, как универсальность, широкий диапазон определяемых содержаний, многоэлементность, доступность современной аппаратуры, высокая производительность и, во многих случаях, экономичность. Ограничениями метода является необходимость перевода пробы в раствор и применения различных способов разделения и концентрирования. Но даже с учетом этих ограничений метод АЭС-ИСП в большинстве случаев оказывается предпочтительным.

Большинство работ по анализу ВМС методом АЭС-ИСП посвящено определению благородных металлов. Для анализа отработанных катализаторов данный метод используют после пробоподготовки: высокотемпературного сплавления [31 – 34]; растворения в смеси кислот [32, 35, 36]; автоклавного вскрытия [37]. Описание анализа вторичного сырья, содержащего благородные металлы, приведено в работах [38 – 41], шламов производства азотной кислоты — [42], шамотных отходов — [43].

Метод АЭС-ИСП также часто используют для определения платиновых металлов в катализаторах. Так, в работе [31] разработана методика определения Pt и Pd в отработанных катализаторах методом АЭС-ИСП после вскрытия пробы высокотемпературным сплавлением с пиросульфатом калия. Методика имеет универсальный характер, позволяет анализировать различные марки катализаторов и их смесей при содержаниях Pt и Pd от 0,1 % до целых процентов за непродолжительное время. Правильность результатов определения Pt и Pd подтверждена путем сопоставления с данными межлабораторного контроля. В работе [32] проведены систематические исследования различных способов разложения проб отработанных автомобильных катализаторов (АК) на керамической основе смесями минеральных кислот, а также высокотемпературным сплавлением с целью последующего определения платины, палладия и родия методом АЭС-ИСП. В условиях разложения проб изучено поведение компонентов основы пробы отработанных АК и их влияние на результаты определения металлов платиновой группы. Относительное стандартное отклонение результатов анализа по разработанным ме-

тодикам составляет 11 – 9 % при содержаниях платины, палладия и родия от 0,01 до 0,3 %.

Действующие методики [33, 44] позволяют определять палладий и платину после высокотемпературного сплавления с пиросульфатом калия в отработанных палладий-, платиносодержащих катализаторах и продуктах их переработки в диапазонах массовых долей 0,001 – 30,0 % (Pd), 0,005 – 30,0 % (Pt). Методика [37] предусматривает определение платины, палладия и родия в отработанных автомобильных катализаторах с использованием автоклавного вскрытия.

Разработанные методики [38, 39] распространяются на вторичное сырье драгоценных (благородных) металлов и позволяют определять золото, серебро, платину, палладий, родий методом АЭС-ИСП после растворения в минеральных кислотах.

В работе [43] с применением математического планирования эксперимента разработан комплексный метод атомно-эмиссионного анализа с автоклавной пробоподготовкой для контроля содержания металлов платиновой группы в шамотных отходах стекольного производства.

Авторами работы [40] разработан подход к определению платины, палладия, родия, иридия и рутения во вторичном и техногенном сырье с применением сорбционного концентрирования.

Благодаря многоэлементности метод АЭС-ИСП широко используют для одновременного определения большого количества примесных элементов [45, 46], в том числе и токсичных [47, 48].

В работе [46] методом АЭС-ИСП определяли восемь примесей (As, Bi, Fe, Ni, Pb, Sb, Sn, Zn) в меди. Полученные результаты сравнивали с результатами анализа стандартных образцов медных материалов высокой чистоты. Установлено, что пределы обнаружения при использовании спектрометра с аксиальным наблюдением плазмы лучше, чем с радиальным наблюдением.

Работа [47] посвящена исследованию спектральных интерференций Cd (II), Co (II), Cu (II), Fe (III) и Ni (II) при одновременном определении As, Bi, Sb, Se и Sn методом АЭС-ИСП с генерацией гидридов. Вклад мешающего элемента в диапазоне концентраций от 10 до 1000 мкг/мл оценивали по интенсивности сигнала анализа. Для устранения влияния использовали различные реагенты (ЭДТА, тиомочевину, KCN и KI) и сравнивали их эффективность при определении пяти гидриообразующих элементов. Установили, что использование NaOH позволяет устраниить интерференции переходных металлов при определении As и Se. Было отмечено, что при образовании гидридов наблюдаются значительные спектральные наложения на аналитические линии определяемых элементов (As – Cd и Sb – Co).

Авторами работы [48] разработана методика определения ртути, кадмия и кобальта методом АЭС-ИСП в диапазоне массовых долей от 0,0005 до 0,010 % в материалах металлургического производства. По-

грешность анализа не превышает 20 % отн. Изучен характер влияния железа на сигналы определяемых элементов. С целью устранения влияния основы пробы градуировку спектрометра проводили по растворам сравнения, имитирующими химический состав пробы. Такой подход позволяет нивелировать помехи, вызванные фоновым излучением основы пробы. Достоинствами разработанной методики являются простота пробоподготовки (прямое растворение пробы в смеси кислот ( $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ ) и возможность определения ртути, кобальта и кадмия из одной навески анализируемой пробы.

Анализу красного шлама и продуктов его переработки — чугуна и шлака — посвящена работа [49]. Показана возможность одновременного определения большого числа макрокомпонентов и примесных элементов в диапазоне содержаний от  $n \cdot 10$  до  $n \cdot 10^{-4}$  % с применением атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой, инфракрасно-абсорбционного и гравиметрического методов анализа. В результате проведенных исследований разработан комплекс методик анализа красного шлама и продуктов его переработки (чугуна и шлака): с применением метода АЭС-ИСП для определения Al, As, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, K, La и других РЗЭ, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, P, Pb, Sc, Sn, Sr, Th, Ti, U, V, W, Y, Zn, Zr; методика, включающая предварительное концентрирование анализаторов с отделением гидроксида железа раствором аммиака, для определения Sc, Y, La и других РЗЭ; при определении B и As применен специальный способ растворения проб. Погрешность результатов анализа составляет 2 – 3 % отн. для макрокомпонентов и 10 – 30 % отн. для примесных элементов.

Метод АЭС-ИСП наряду с инфракрасно-абсорбционным и гравиметрическим применяли авторы работы [50] для определения элементного состава электросталеплавильной пыли (Al, As, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Ti, V, Zn, C, S, Si).

В работе [51] изучено влияние 51 элемента основы пробы. Авторы утверждают, что спектральные влияния элементов основы пробы с низким вторым потенциалом ионизации являются более значительными, чем в случае элементов с низким первым потенциалом ионизации.

В работе [52] предложена равновесная термодинамическая модель термохимических процессов для метода АЭС-ИСП, обсуждены ее основные допущения. Теоретически изучили неспектральные влияния основы пробы при различных способах наблюдения эмиссии. Показано, что модель удовлетворительно количественно описывает экспериментально наблюдаемые изменения интенсивности спектральных линий различных анализаторов и показателя «жесткости» плазмы в зависимости от концентрации и потенциала ионизации разнообразных элементов основы пробы, эффективности подачи раствора, мощности плазмы. Сделан вывод о перспективности дальнейшей разработки и

опробования модели при исследовании термохимических процессов в индуктивно-связанной плазме.

Как видно, в представленных работах решаются частные задачи определения конкретных элементов. Так как в методе АЭС-ИСП возбуждаются атомы практически всех элементов, это приводит к различным интерференциям, которые не всегда легко оценить. Поэтому в рассмотренных работах стараются выбрать способы устранения помех с помощью пробоподготовки (при которой элементы основы не переходят в раствор).

Комплексные задачи одновременного определения сопутствующих, примесных и матричных элементов в литературе практически не встречаются, но являются актуальными. Для одновременного определения большого количества элементов на разных уровнях концентраций необходимо учитывать множество факторов, влияющих на аналитический результат. Возможности современной аппаратуры позволяют проводить одновременное измерение интенсивности любых аналитических линий в диапазоне от 166 до 847 нм с высоким разрешением в диапазоне концентраций от  $10^{-7}$  до 100 %. Однако для реализации данной возможности необходима соответствующая настройка параметров прибора, влияющих на интенсивность аналитического сигнала: мощности генератора, высоты наблюдения спектра, скорости подачи пробы. Выбранные параметры должны обеспечивать наилучшие условия одновременно для всех определяемых элементов.

Вследствие одновременного возбуждения спектральных линий многих элементов возникает возможность разнообразных спектральных наложений. При одновременном АЭС-ИСП определении необходимо учитывать как взаимное влияние определяемых элементов, так и влияние основы пробы.

*Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой* (МС-ИСП) является одним из важных инструментов определения элементного и изотопного состава любых неорганических веществ [53], хотя применяется намного реже, чем АЭС-ИСП. Метод МС-ИСП довольно часто используют для определения МПГ как в прямом варианте, так и после сорбционного концентрирования, и для определения примесей (Ag, As, Bi, Cr, Fe, Ni, Pb, Sb, Sn) [55], при определении следовых количеств применяются также методы предварительного концентрирования. Так, в работе [55] Bi, Sn, In, Tl, Cd, Cu, Co, Ni, Zn, Ti, Be, Zr, Ga, As, Sb, V определяли методом ИСП-МС после соосаждения на  $\text{Fe(OH)}_3$ .

В работах [21, 56] для определения токсичных элементов As, Bi, Ge, Sb, Se, Sn, Hg данный метод использован после генерации гидридов и ионного обмена.

Однако в МС-ИСП даже при сравнительно невысокой концентрации пробы в анализируемом растворе (на уровне 0,1 – 1 г/л) наблюдается достаточно сильное подавление аналитического сигнала — «матрич-

ный эффект». Влияние элементов основы пробы на результаты анализа в методе МС-ИСП значительно более существенно, чем в АЭС-ИСП. Если в атомно-эмиссионном методе возможен анализ растворов, содержащих до 1–2 % элемента основы, без заметного влияния на аналитический сигнал примесного элемента при отсутствии спектральных наложений, то в ИСП-МС содержание основы должно быть, по крайней мере, на порядок меньше.

На практике это означает, что при МС-ИСП анализе растворов с массовой долей элемента основы пробы более 0,02–0,05 % для получения правильных количественных результатов необходимо учитывать влияние концентрации основы на изменение чувствительности масс-спектрометра.

Таким образом, при анализе широкого круга объектов возвратного металлсодержащего сырья используют, в основном, четыре метода: рентгеновскую флуоресценцию, атомно-абсорбционную спектрометрию, атомно-эмиссионную и масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой. При этом следует отметить, что для каждого объекта с учетом ранее перечисленных особенностей ВМС нужно разрабатывать методику анализа, включающую способы пропаривания, гармонизированные с применяемым методом анализа и составом пробы.

## ЛИТЕРАТУРА

- Карпов Ю. А., Савостин А. П., Сальников В. Д. Аналитический контроль в металлургическом производстве: учебное пособие. — М.: ИКЦ «Академкнига», 2006. — 352 с.
- Лосев Н. Ф., Смагунова А. Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. — М.: Химия, 1982. — 208 с.
- Айсуева Т. С. Определение Pd, Pt, Re в катализаторах рентгенофлуоресцентным методом / Сб. тезисов докладов VII Всероссийской конференции по рентгеноспектральному анализу. Новосибирск, 2011. С. 82.
- Шабанова Л. Н., Образовский Е. Г., Акулова Г. И., Сривцева Т. Б. Пробоотбор и определение благородных металлов в технологических продуктах и отходах производства / Тезисы VII конференции «Аналитика Сибири и Дальнего Востока – 2004». Новосибирск, 2004. С. 96.
- Шестаков В. А., Архипов Н. А., Макаров Д. Ф., Кукушкин Ю. Н. Рентгеноспектральный анализ шламов и платиновых концентратов на благородные металлы / Журн. аналит. химии. 1974. Т. 29. № 12. С. 2176–2180.
- Антонова Ю. В., Карпов Ю. А. Применение рентгенофлуоресцентного метода анализа для сертификации вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы / Сб. тезисов докладов VII Всероссийской конференции по рентгеноспектральному анализу. Новосибирск, 2011. С. 83.
- Методика рентгеноспектрального определения золота и серебра во вторичном сырье драгоценных (благородных) металлов. — М.: ОАО «Гиредмет», 2005. — 10 с.
- Образовский Е. Г., Акулова Г. И., Сривцева Т. Б. Комплексный подход к анализу катализаторов, содержащих драгоценные металлы и продукты их переработки / Тезисы VII конференции «Аналитика Сибири и Дальнего Востока – 2004». Новосибирск, 2004. С. 97.
- Шестаков В. А., Малофеева Г. И., Петрухин О. М. и др. Сорбционно-рентгенофлуоресцентное определение тяжелых металлов с использованием полимерного тиоэфира / Журн. аналит. химии. 1983. Т. 38. № 12. С. 2131–2136.
- Осколок К. В., Моногарова О. В. Предельные аналитические возможности гибридных сорбционно-рентгенофлуоресцентных методик определения тяжелых металлов в водах / Сб. тезисов докладов VII Всероссийской конференции по рентгеноспектральному анализу. Новосибирск, 2011. С. 171.
- Ганеев А. А. Атомно-абсорбционный анализ: учебное пособие. — М.: Лань, 2011. — 304 с.
- Пупышев А. А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. — М.: Техносфера, 2009. — 784 с.
- Бризке М. Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. — М.: Химия, 1982. — 223 с.
- Николаев Г. Н., Немец А. М. Атомно-абсорбционная спектроскопия в исследовании испарения металлов. — М.: Металлургия, 1982. — 151 с.
- Золотов Ю. А. Основы аналитической химии. Практическое руководство. — М.: Высшая школа, 1999. — 463 с.
- Аналитическая химия металлов платиновой группы: сборник обзорных статей / Сост. и ред. Ю. А. Золотов, Г. М. Варшал, В. М. Иванов. — М.: КомКнига, 2005. — 592 с.
- Дальнова О. А. Сорбционно-атомно-абсорбционный анализ вторичного и техногенного сырья на содержание платиновых металлов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. — М., 2009. — 26 с.
- Дальнова О. А., Ширяева О. А., Карпов Ю. А. и др. Прямое атомно-абсорбционное определение платины, палладия и родия в отработанных автокатализаторах на керамической основе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 7. С. 3–7.
- Методика атомно-абсорбционного определения серебра, золота, палладия и платины во вторичном сырье драгоценных (благородных) металлов № 1–05. — М.: ОАО «Гиредмет», 2005. — 9 с.
- Puig A. I., Alvarado J. I. Evaluation of four sample treatments for determination of platinum in automotive catalytic converters by graphite furnace atomic absorption spectrometry / Spectrochim. Acta. Part B. 2006. Vol. 61. P. 1050–1053.
- Дальнова О. А., Ширяева О. А., Карпов Ю. А. и др. Сорбционно-атомно-абсорбционное определение платины, палладия и родия в отработанных автокатализаторах / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 8. С. 18–22.
- Методика сорбционно-атомно-абсорбционного определения палладия, платины, родия, иридиума и золота во вторичном сырье драгоценных (благородных) металлов. — М.: ОАО «Гиредмет», 2005. — 10 с.
- Куликова Л. Д., Ширяева О. А., Карпов Ю. А. Атомно-абсорбционное определение платины, палладия и родия в автомобильных катализаторах / Латвийский химический журнал. 2003. № 2. С. 154–158.
- Stafilov T. Determination of trace elements in minerals by electrothermal atomic absorption spectrometry / Spectrochim. Acta. Part B. 2000. Vol. 55. N 7. P. 893–906.
- Актуганова К. В. Источники погрешностей при электротермическом атомно-абсорбционном определении платиновых металлов во вторичном и техногенном сырье: автореф. дис. ... канд. техн. наук. — М.: Изд-во МИСиС, 2006. — 26 с.
- Дальнова О. А., Дмитриева А. В., Иванникова Н. В. и др. Определение токсичных элементов (Hg, As, Se) методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией / Тезисы докладов Съезда аналитиков России и Школы молодых ученых «Аналитическая химия — новые методы и возможности». Москва, 2010. С. 94.
- Назаренко И. И., Кислова И. В., Кашина Л. И. и др. Атомно-абсорбционное определение ртути в водах после сорбционного концентрирования на полимерном тиоэфире / Журн. аналит. химии. 1986. Т. 29. № 8. С. 1385–1389.
- Castillo J. R., Lopez-Molinero A., Sucunza T. Determination of As, Sb and Bi in high-purity copper by electrothermal atomic absorption spectrometry / Microchim. Acta. 1986. Vol. 35. N 4. P. 330–332.
- Савельева А. Н., Агапова Т. Е. Определение мышьяка в медных сернокислых электролитах и электролитной меди методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии / Заводская лаборатория. 1990. Т. 56. № 4. С. 40–42.
- Mullen J. D. Determination of arsenic in high-purity copper by flameless atomic-absorption spectrophotometry / Talanta. 1977. Vol. 24. N 10. P. 657–658.
- Малютина Т. М., Алексеева Т. Ю., Дьячкова А. В. и др. Определение платины и палладия в отработанных катализаторах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой после вскрытия пробы высокотемпературным сплавлением / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 1. С. 4–7.
- Дьячкова А. В., Малютина Т. М., Алексеева Т. Ю., Карпов Ю. А. Химическая подготовка проб отработанных автомобильных катализаторов для последующего определения платины, палладия и родия методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связан-

- ной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2011. Т. 77. № 6. С. 3 – 9.
33. Барановская В. Б., Марьина Г. Е., Орлов В. В., Карпов Ю. А. Особенности аналитического контроля отработанных автомобильных нейтрализаторов, содержащих драгоценные металлы / Материалы в автомобилестроении. Сб. докладов III Международной научно-практической конференции. Ч. 1 (металлические материалы). Тольятти, 2008. С. 39.
  34. Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения платины в отработанных платиносодержащих катализаторах и продуктах их переработки. — М.: ОАО «Гиредмет», 2011. — 10 с.
  35. ОСТ 153-39.2-032-2003. Отработанные катализаторы алюмоплатиновые монометаллические и полиметаллические и отходы производства катализаторов. — М.: Министерство энергетики Российской Федерации, 2003. — 12 с.
  36. ТУ 64-5-103-89. Катализатор палладиевый отработанный. — М.: Министерство медицинской промышленности СССР, 1989. — 19 с.
  37. Методика «Отработанные автомобильные катализаторы. Определение платины, палладия и родия атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанный плазмой с использованием аналитических автоклавов». — М.: ОАО «Гиредмет», 2010. — 12 с.
  38. Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения золота, палладия, платины и родия во вторичном сырье драгоценных (благородных) металлов. — М.: ОАО «Гиредмет», Москва, 2011. — 15 с.
  39. Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения серебра во вторичном сырье драгоценных (благородных) металлов. — М.: ОАО «Гиредмет», 2011. — 14 с.
  40. Дальнова О. А., Жерноклеева К. В., Петров А. М. и др. Сорбционно-атомно-эмиссионное определение платины, палладия, родия, иридия и рутения во вторичном и техногенном сырье / Материалы II Международного симпозиума по сорбции и экстракции (с заочным участием) ISSE-2009. Владивосток, 2009. С. 142.
  41. Кубракова И. В., Миасоедова Г. В., Шумская Т. В. и др. Определение следов благородных металлов в природных объектах комбинированными методами / Журн. аналит. химии. 2005. Т. 60. № 5. С. 536.
  42. Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения палладия, платины и родия в шламах производства азотной кислоты № 11-06. — М.: ОАО «Гиредмет», 2006. — 10 с.
  43. Филичкина В. А., Алексеева Т. Ю., Чемлева Т. А. и др. Разработка методики атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения платиновых металлов в шамотных отходах с автоклавной пробоподготовкой и планированием эксперимента / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2011. Т. 77. № 2. С. 11 – 15.
  44. Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанный плазмой определения палладия в отработанных палладийсодержащих катализаторах и продуктах их переработки. — М.: ОАО «Гиредмет», 2011. — 10 с.
  45. Голубова Е. А., Лосева М. П. Использование атомно-эмиссионного плазменного спектрометра SPECTRO CIROS в анализе материалов, содержащих платиновые металлы / Аналитика и контроль. 2003. Т. 7. № 2. С. 182 – 183.
  46. Doidge P. S. Determination of Trace Impurities in High-Purity Copper by Sequential ICP-OES with Axial Viewing / Agilent Technologies, Inc., USA, 2010. ICPES-25. — 4 p.
  47. Pohl P., Zyrnicki W. Study of chemical and spectral interferences in the simultaneous determination of As, Bi, Sb, Se and Sn by hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / Anal. Chim. Acta. 2002. Vol. 468. P. 71 – 79.
  48. Савкина В. Н., Долганюк И. М., Пейхвассер Н. Н. и др. Использование атомно-эмиссионного метода с индуктивно связанный плазмой для контроля примесных элементов в продуктах металлургического производства ОЭМК / Аналитика и контроль. 2004. Т. 8. № 1. С. 51 – 55.
  49. Глинская И. В., Горбунов В. Б., Подгородецкий Г. С., Теселкина А. Э. Аналитический контроль металлургического процесса переработки красного шлама / Изв. вузов. Черная металлургия. 2013. № 9. С. 17 – 21.
  50. Хилько А. А., Симонян Л. М., Глинская И. В., Теселкина А. Э. Особенности изучения состава электросталеплавильной пыли / Изв. вузов. Черная металлургия. 2014. № 1. С. 9 – 13.
  51. Chan G. C.-Y., Hieftje G. M. Investigation of plasma-related matrix effects in inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry caused by matrices with low second ionization potentials — identification of the secondary factor / Spectrochim. Acta. Part B. 2006. Vol. 61. P. 642 – 659.
  52. Прайс В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия / Пер. с англ. — М.: Мир, 1976. — 358 с.
  53. Thomas R. Practical Guide to ICP-MS (Practical Spectroscopy). New York, Basel: Marcel Dekker, 2004. — 336 p.
  54. Русанов А. К. Основы количественного спектрального анализа руд и минералов. — М.: Недра, 1978. — 400 с.
  55. Duan T., Kang J., Chen H., Zeng X. Determination of ultra-trace concentrations of elements in high purity tellurium by inductively coupled plasma mass spectrometry after  $\text{Fe(OH)}_3$  coprecipitation / Spectrochim. Acta. Part B. 2003. Vol. 58. P. 1679.
  56. Барановская В. Б., Ширяева О. А., Филатова Д. Г. Исследование возможностей применения сорбентов для определения платиновых металлов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанный плазмой / Материалы XVIII Менделеевского съезда по общей и прикладной химии, 2007. С. 19.

## REFERENCES

1. Карпов Yu. A., Savostin A. P., Sal'nikov V. D. Analiticheskii kontrol' v metallurgicheskem proizvodstve: uchebnoe posobie. [Analytical control in metallurgical production: Textbook]. — Moscow: IKTs "Akademkniga", 2006. — 352 p. [in Russian].
2. Losev N. F., Smagunova A. N. Osnovy rentgenospektral'nogo fluorescensnogo analiza [Basics of X-ray fluorescence analysis]. — Moscow: Khimiya, 1982. — 208 p. [in Russian].
3. Aisueva T. S. Opredelenie Pd, Pt, Re v katalizatorakh rentgenofluorescensnym methodom [Determination of Pd, Pt, Re catalysts in the method of X-ray fluorescence] / VII All-Russian Conf. on X-Ray Analysis. Abstrs. — Novosibirsk, 2011. P. 82 [in Russian].
4. Shabanova L. N., Obrazovskii E. G., Akulova G. I., Sryvtseva T. B. Probootbor i opredelenie blagorodnykh metallov v tekhnologicheskikh produktakh i otkhodakh proizvodstva [Sampling and determination of precious metals in industrial products and production waste] / Abstrs. VII Conf. "Analytics of Siberia and the Far East – 2004". Novosibirsk, 2004. P. 96 [in Russian].
5. Shestakov V. A., Arkhipov N. A., Makarov D. F., Kukushkin Yu. N. Rentgenospektral'nyi analiz shlamov i platinovykh kontsentratorov na blagorodnye metally [The X-ray analysis of the slurry and platinum concentrates on precious metals] / Zh. Analit. Khim. 1974. Vol. 29. N 12. P. 2176 – 2180 [in Russian].
6. Antonova Yu. V., Karpov Yu. A. Primenenie rentgenofluorescensnogo metoda analiza dlya sertifikatsii vtorichnogo sry'ya, soderzhashchego dragotsennye metally [The use of X-ray fluorescence analysis method for the certification of secondary raw materials containing precious metals] / VII All-Russian Conf. on X-Ray Analysis. Abstrs. — Novosibirsk, 2011. P. 83 [in Russian].
7. Metodika rentgenospektral'nogo opredeleniya zolota i serebra vo vtorichnom sry'e dragotsennykh (blagorodnykh) metallov [Methods of X-ray determination of gold and silver in the secondary raw materials of precious (noble) metals]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2005. — 10 p. [in Russian].
8. Obrazovskii E. G., Akulova G. I., Sryvtseva T. B. Kompleksnyi podkhod k analizu katalizatorov, soderzhashchikh dragotsennye metally, i produktov ikh pererabotki [An integrated approach to the analysis of catalysts containing precious metals and their products] / Abstrs. VII Conf. "Analytics of Siberia and the Far East – 2004". Novosibirsk, 2004. P. 97 [in Russian].
9. Shestakov V. A., Malofeeva G. I., Petrukhin O. M., et al. Sorbtionno-rentgenofluorescentnoe opredelenie tyazhelykh metallov s ispol'zovaniem polimerного тioéfira [Sorption-XRF determination of heavy metals using polymer thioester] / Zh. Analit. Khim. 1983. Vol. 38. N 12. P. 2131 – 2136 [in Russian].
10. Oskolok K. V., Monogarova O. V. Predel'nye analiticheskie vozmozhnosti gibrnidnykh sorbtionno-rentgenofluorescentnykh metodik opredeleniya tyazhelykh metallov v vodakh [Limit the analytical capabilities of hybrid sorption-XRF methods for determination of heavy metals in the water] / VII All-Russian Conf. on X-Ray Analysis. Abstrs. — Novosibirsk, 2011. P. 171 [in Russian].
11. Ganeev A. A. Atomno-absorbsionnyi analiz: uchebnoe posobie. [Atomic absorption analysis. Tutorial]. — Moscow: Lan', 2011. — 304 p. [in Russian].
12. Pupyshov A. A. Atomno-absorbsionnyi spektral'nyi analiz [Atomic absorption spectral analysis]. — Moscow: Tekhnosfera, 2009. — 784 p. [in Russian].

13. Britske M. É. Atomno-absorbsionnyi spektrokhimicheskii analiz [Atomic absorption spectrochemical analysis]. — Moscow: Khimiya, 1982. — 223 p. [in Russian].
14. Nikolaev G. N., Nemets A. M. Atomno-absorbsionnaya spektroskopiya v issledovanii ispareniya metallov [Atomic absorption spectroscopy in the study of metal evaporation]. — Moscow: Metallurgiya, 1982. — 151 p. [in Russian].
15. Zolotov Yu. A. Osnovy analiticheskoi khimii. Prakticheskoe rukovodstvo [Fundamentals of Analytical Chemistry. A Practical Guide]. — Moscow: Vysshaya shkola, 1999. [in Russian].
16. Zolotov Yu. A., Varshal G. M., Ivanov V. M. (eds). Analiticheskaya khimiya metallov platinovoi gruppy: sbornik obzornykh statei [Analytical chemistry of platinum group metals: a collection of review articles]. Izd. 2nd Edition. — Moscow: KomKniga, 2005. — 592 p. [in Russian].
17. Dal'nov O. A. Sorbtionno-atomno-absorbsionnyi analiz vtorichnogo i tekhnogenного syr'ya na soderzhanie platinovykh metallov [Sorption-atomic absorption analysis of secondary and man-made materials in the content of platinum metals]. Author's Abstract of Candidate's Thesis. — Moscow, 2009. — 26 p. [in Russian].
18. Dal'nov O. A., Shiryaeva O. A., Karpov Yu. A., et al. Pryamoe atomno-absorbsionnoe opredelenie platiny, palladiya i rodiya v otrobotannikh avtokatalizatorakh na keramicheskoi osnove [Direct Atomic Absorption Determination of Pt, Pd, and Rh in Dead Auto-Catalysts] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2009. Vol. 75. N 7. P. 3 — 7 [in Russian].
19. Metodika atomno-absorbsionnogo opredeleniya serebra, zolota, palladiya, i platiny vo vtorichnom syr'e dragotsennykh (blagorodnykh) metallov N 1-05 [Methods of atomic-absorption determination of silver, gold, palladium, and platinum in the secondary raw materials of precious (noble) metals]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2005. — 9 p. [in Russian].
20. Puig A. I., Alvarado J. I. Evaluation of four sample treatments for determination of platinum in automotive catalytic converters by graphite furnace atomic absorption spectrometry / Spectrochim. Acta. Part B. 2006. Vol. 61. P. 1050 — 1053.
21. Dal'nov O. A., Shiryaeva O. A., Karpov Yu. A., et al. Sorbtionno-atomno-absorbsionnoe opredelenie platiny, palladiya i rodiya v otrobotannikh avtokatalizatorakh [Sorption-Atomic-Absorption Determination of Pt, Pd, and Rh in Dead Autocatalysts] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2009. Vol. 75. N 8. P. 18 — 22 [in Russian].
22. Metodika sorbtionno-atomno-absorbsionnogo opredeleniya palladiya, platiny, rodiya, iridiya i zolota vo vtorichnom syr'e dragotsennykh (blagorodnykh) metallov [Methods of sorption-atomic-absorption determination of palladium, platinum, rhodium, iridium, and gold in a secondary raw material of precious (noble) metals]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2005. — 10 p. [in Russian].
23. Kulikova L. D., Shiryaeva O. A., Karpov Yu. A. Atomno-absorbsionnoe opredelenie platiny, palladiya i rodiya v avtomobil'nykh katalizatorakh [Atomic absorption determination of platinum, palladium and rhodium in automotive catalysts] / Latv. Kim. Z. 2003. N 2. P. 154 — 158 [in Russian].
24. Stafilov T. Determination of trace elements in minerals by electro-thermal atomic absorption spectrometry / Spectrochim. Acta. Part B. 2000. Vol. 55. N 7. P. 893 — 906.
25. Aktuganova K. V. Istochniki pogreshnosti pri elektrotermicheskem atomno-absorbsionnom opredelenii platinovykh metallov vo vtorichnom i tekhnogennom syr'e [Sources of errors in the electrothermal atomic absorption determination of platinum metals in the secondary and man-made materials]. Author's Abstract of Candidate's Thesis. — Moscow: Izd-vo MISiS, 2006. — 26 p. [in Russian].
26. Dal'nov O. A., Dmitrieva A. V., Ivannikova N. V., et al. Opredelenie toksichnykh elementov (Hg, As, Se) metodom atomno-absorbsionnoi spektrometrii s elektrotermicheskoi atomizatsiei [Determination of toxic elements (Hg, As, Se) by atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization] / Abstrs. of the Congr. of the Analysts of Russia and School of Young Scientists "Analytical chemistry — new methods and possibilities". — Moscow, 2010. P. 94 [in Russian].
27. Nazarenko I. I., Kislova I. V., Kashina L. I., et al. Atomno-absorbsionnoe opredelenie rtuti v vodakh posle sorbtionnogo kontsentrirovaniya na polimernom tioéfire [Atomic absorption determination of mercury in the waters after sorption concentrating on polymer thioester] / Zh. Analit. Khim. Vol. 29. N 8. 1986. P. 1385 — 1389 [in Russian].
28. Castillo J. R., Lopez-Molinero A., Sucunza T. Determination of As, Sb and Bi in high-purity copper by electrothermal atomic absorption spectrometry / Microchim. Acta. 1986. Vol. 35. N 4. P. 330 — 332.
29. Savel'eva A. N., Agapova T. E. Opredelenie mysh'yaka v mednykh sernokislykh elektrolitakh i elektrolitnoi medi metodom elektrotermicheskoi atomno-absorbsionnoi spektrometrii [Determination of arsenic in copper sulphate electrolytes and electrolytic copper by electrothermal atomic absorption spectrometry] / Zavod. Lab. 1990. Vol. 56. N 4. P. 40 — 42 [in Russian].
30. Mullen J. D. Determination of arsenic in high-purity copper by flameless atomic-absorption spectrophotometry / Talanta. 1977. Vol. 24. N 10. P. 657 — 658.
31. Malyutina T. M., Alekseeva T. Yu., D'yachkova A. V., et al. Opredelenie platiny i palladiya v otrobotannikh katalizatorakh metodom atomno-émisionnoi spektrometrii s induktivno-svyazanno plazmoi posle vskrytiya proby vysokotemperaturnym splavleniem [Determination of platinum and palladium in waste catalysts using inductive coupled plasma atomic emission spectroscopy (icp-aes) after opening the sample by high-temperature fusion] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2009. Vol. 75. N 1. P. 4 — 7 [in Russian].
32. D'yachkova A. V., Malyutina T. M., Alekseeva T. Yu., Karpov Yu. A. Khimicheskaya podgotovka prob otrobotannikh avtomobil'nykh katalizatorov dlya posleduyushcheego opredeleniya platiny, palladiya i rodiya metodom atomno-émisionnoi spektrometrii s induktivno-svyazanno plazmoi [Chemical preparation of the samples of spent automotive catalysts for subsequent determination of platinum, palladium, and rhodium by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2011. Vol. 77. N 6. P. 3 — 9 [in Russian].
33. Baranovskaya V. B., Mar'ina G. E., Orlov V. V., Karpov Yu. A. Osobennosti analiticheskogo kontrolya otrobotannikh avtomobil'nykh neitralizatorov, soderzhashchikh dragotsennye metally [Features of the analytical control of spent automotive catalytic converters containing precious metals] / Materials in automobile production. Proc. of the III Int. Sci.-Pract. Conf. Part 1 (metal materials). Tol'yatti, 2008. P. 39 [in Russian].
34. Metodika atomno-émisionnogo s induktivno svyazanno plazmoi opredeleniya platiny v otrobotannikh platinosoderzhashchikh katalizatorakh i produktakh ikh pererabotki [Method of atomic emission with inductively coupled plasma determination of platinum in platinum-exhaust catalysts and products of their processing]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2011. — 10 p. [in Russian].
35. OST 153-39.2-032-2003. Otrabotanne katalizatory alyumoplatinovye monometallicheskie i polimetallicheskie i otkhody proizvodstva katalizatorov [Spent Al-Pt monometallic and polymetallic catalysts and waste production]. — Moscow: Ministerstvo energetiki Rossiiiskoi Federatsii, 2003. — 12 p. [in Russian].
36. TU 64-5-103-89. Katalizator palladievyi otrobotannyi [Palladium catalyst waste] — Ministerstvo meditsinskoi promyshlennosti SSSR, 1989. — 19 p. [in Russian].
37. Metodika "Otrabotanne avtomobil'nye katalizatory. Opredelenie platiny, palladiya i rodiya atomno-émisionnym metodom s induktivno svyazanno plazmoi s ispol'zovaniem analiticheskikh avtoklavov" [Method "Used automotive catalysts. Determination of platinum, palladium, and rhodium atomic emission by inductively coupled plasma analysis using autoclaves"] / Moscow: OAO "Giredmet", 2010. — 12 p. [in Russian].
38. Metodika atomno-émisionnogo s induktivno svyazanno plazmoi opredeleniya zolota, palladiya, platiny i rodiya vo vtorichnom syr'e dragotsennykh (blagorodnykh) metallov [Methods of atomic emission with inductively coupled plasma determination of gold, palladium, platinum, and rhodium in the secondary raw materials of precious (noble) metals]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2011. — 15 p. [in Russian].
39. Metodika atomno-émisionnogo s induktivno svyazanno plazmoi opredeleniya serebra vo vtorichnom syr'e dragotsennykh (blagorodnykh) metallov [Methods of atomic emission with inductively coupled plasma determination of silver in the secondary raw materials of precious (noble) metals]. — Moscow: OAO "Giredmet", 2011. — 14 p. [in Russian].
40. Dal'nov O. A., Zhernokleeva K. V., Petrov A. M., et al. Sorbtionno-atomno-émisionnoe opredelenie platiny, palladiya, rodiya, iridiya i ruteniya vo vtorichnom i tekhnogennom syr'e [Sorption-atomic-emission determination of platinum, palladium, rhodium, iridium, and ruthenium in the secondary and man-made materials] / Proc. of the II Int. Symp. on sorption and extraction (with absentee participation) ISSE-2009. — Vladivostok, 2009. P. 142 [in Russian].
41. Kubrakova I. V., Myasoedova G. V., Shumskaya T. V., et al. Opredelenie sledov blagorodnykh metallov v prirodykh ob'ektaх kombinirovannymi metodami [Determination of the noble metal in combined methods of natural objects] / Zh. Analit. Khim. 2005. Vol. 60. N 5. P. 536 [in Russian].
42. Metodika atomno-émisionnogo s induktivno svyazanno plazmoi opredeleniya palladiya, platiny i rodiya v shlamakh proizvodstva azotnoi kislotoy [Atomic Emission Technique inductively coupled plasma deter-

- mining palladium, platinum, and rhodium in the production of nitric acid sludge] N 11-06. — Moscow: OAO “Giredmet”, 2006. — 10 p. [in Russian].
43. Filichkina V. A., Alekseeva T. Yu., Chemleva T. A., et al. Razrabotka metodiki atomno-émissionnogo s induktivno svyazannoi plazmoi opredeleniya platinovykh metallov v shamotnykh otkhodakh s avtoklavnoi probopodgotovkoj i planirovaniem eksperimenta [Development of the atomic emission technique with inductively coupled plasma for determination of platinum metals in the chamotte waste using autoclave sample preparation and experiment design] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2011. Vol. 77. N 2. P. 11 – 15 [in Russian].
  44. Metodika atomno-émissionnogo s induktivno svyazannoi plazmoi opredeleniya palladiya v otrobotannykh palladiisoderzhashchikh katalizatorakh i produktakh ikh pererabotki [Methods of atomic emission with inductively coupled plasma determination of palladium in the exhaust palladium catalysts and products of their processing]. — Moscow: OAO “Giredmet”, 2011. — 10 p. [in Russian].
  45. Golubova E. A., Loseva M. P. Ispol’zovanie atomno-émissionnogo plazmennogo spektrometra SPECTRO CIROS v analize materialov, soderzhashchikh platinovye metally [The use of a plasma atomic emission spectrometer SPECTRO CIROS in the analysis of materials containing platinum metals] / Analit. Kontrol’. 2003. Vol. 7. N 2. P. 182 – 183 [in Russian].
  46. Doidge P. S. Determination of Trace Impurities in High-Purity Copper by Sequential ICP-OES with Axial Viewing / Agilent Technologies, Inc., USA, 2010. ICPES-25. — 4 p.
  47. Pohl P., Zyrnicki W. Study of chemical and spectral interferences in the simultaneous determination of As, Bi, Sb, Se and Sn by hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / Anal. Chim. Acta. 2002. Vol. 468. P. 71 – 79.
  48. Savkina V. N., Dolganyuk I. M., Peikhvasser N. N., et al. Ispol’zovanie atomno-émissionnogo metoda s induktivno svyazannoi plazmoi dlya kontrolya primesnykh elementov v produktakh metallurgicheskogo proizvodstva OÉMK [Using atomic-emission method with inductively coupled plasma to control the impurity elements in the products of met-
  - allurgical production OEMK] / Analit. Kontrol’. 2004. Vol. 8. N 1. P. 51 – 55 [in Russian].
  49. Glinskaya I. V., Gorbunov V. B., Podgorodetskii G. S., Teselkina A. É. Analiticheskii kontrol’ metallurgicheskogo protsessa pererabotki krasnogo shlama [Analytical control of the metallurgical process of processing of red mud] / Izv. Vuzov. Cher. Met. 2013. N 9. P. 17 – 21 [in Russian].
  50. Khil’ko A. A., Simonyan L. M., Glinskaya I. V., Teselkina A. É. Osobennosti izucheniya sostava elekrostaleplavil’noi pyli [Features of studying the composition of electric steel dust] / Izv. Vuzov. Cher. Met. 2014. N 1. P. 9 – 13 [in Russian].
  51. Chan G. C.-Y., Hieftje G. M. Investigation of plasma-related matrix effects in inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry caused by matrices with low second ionization potentials — identification of the secondary factor / Spectrochim. Acta. Part B. 2006. Vol. 61. P. 642 – 659.
  52. Price W. Analytical atomic absorption spectroscopy. — Moscow: Mir, 1976. — 358 p. [Russian translation].
  53. Thomas R. Practical Guide to ICP-MS (Practical Spectroscopy). New York, Basel: Marcel Dekker, 2004. — 336 p.
  54. Rusanov A. K. Osnovy kolichestvennogo spektral’nogo analiza rud i mineralov [Fundamentals of quantitative spectral analysis of ores and minerals]. — Moscow: Nedra, 1978. — 400 p. [in Russian].
  55. Duan T., Kang J., Chen H., Zeng X. Determination of ultra-trace concentrations of elements in high purity tellurium by inductively coupled plasma mass spectrometry after  $\text{Fe(OH)}_3$  coprecipitation / Spectrochim. Acta. Part B. 2003. Vol. 58. P. 1679.
  56. Baranovskaya V. B., Shiryaeva O. A., Filatova D. G. Issledovanie vozmozhnosti primeneniya sorbentov dlya opredeleniya platinovykh metallov metodom mass-spektrometrii s induktivno svyazannoi plazmoi [Research of possibilities of application of sorbents for the determination of platinum metals by mass spectrometry with inductively coupled plasma] / Proc. XVIII Mendeleev Congr. on Gen. and Appl. Chem., 2007. P. 19 [in Russian].

УДК 543.421:546.47:546.81

## АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА И СВИНЦА В БИОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ ПРИ ХИМИКО-ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

© В. Н. Лосев<sup>1</sup>, Н. В. Мазняк<sup>1</sup>, А. П. Верхотурова<sup>1</sup>, В. А. Кутяков<sup>2</sup>, А. Б. Салмина<sup>2</sup>

Статья поступила 1 июля 2015 г.

Предложены методики атомно-абсорбционного определения общего содержания свинца и цинка в биологических образцах (биосреды, ткани внутренних органов, шерсть лабораторных крыс) с микроволновой пробоподготовкой при оценке токсического воздействия этих элементов на организм. Диапазон определяемых содержаний свинца составляет от 0,005 до 2500 мкг/г, цинка — от 1 до 300 мкг/г с относительным стандартным отклонением, не превышающим 0,15 и 0,07 соответственно.

**Ключевые слова:** цинк; свинец; биологические образцы; атомно-абсорбционная спектрометрия.

В условиях глобального техногенеза большой интерес вызывают вопросы химической чувствительности

<sup>1</sup> Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл» Сибирского федерального университета, г. Красноярск, Россия; e-mail: losevn@gmail.com

<sup>2</sup> Красноярский государственный медицинский университет им. проф. В. Ф. Войно-Ясенецкого, г. Красноярск, Россия.

живых систем к различным дозам токсических веществ, а также вызванные ими эффекты. Свинец, попадая в живой организм, обладает способностью аккумулироваться в любых тканях и органах, блокирует активные центры белков, нарушает обменные и метаболические процессы, вызывает нефро- и общую интоксикацию [1].