

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ОКСИДА СКАНДИЯ МЕТОДОМ АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ДУГОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ

Романова Д.О.¹, Лисиенко Д.Г.¹, Домбровская М.А.¹

¹ Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

E-mail: daharomanova1234@gmail.com

IMPROVEMENT OF THE METHOD OF ANALYSIS OF SCANDIUM OXIDE BY THE METHOD OF ATOMIC EMISSION WITH ARC EXCITATION

Romanova D.O.¹, Lisienko D.G.¹, Dombrovskaya M.A.¹

¹ Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

This work is devoted to the selection of optimal conditions for the analysis of scandium oxide by the atomic emission method with arc excitation.

На физические свойства оксида скандия (предел прочности, пластичность, электропроводность и т.д.) существенное влияние оказывают содержащиеся в нем примеси. Для определения примесей используют различные высокочувствительные методы, в частности эмиссионный спектральный анализ, что связано с хорошими аналитическими характеристиками и возможностью одновременного определения большого числа аналитов. Все измерения проводили на спектрометре PGS-2 (Carl Zeiss Industrielle Messtechnik GmbH, Германия), оснащенном многоканальным твердотельным детектором МАЭС (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск) и среднечастотным дуговым генератором «Везувий» (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск).

Методик спектрального анализа оксида скандия мало. Найдены методики прямого спектрального [1, 2] и химико-спектрального определения, предполагающего отделение основы [1, 3]. Однако приведенные методики имеют ряд недостатков. Так в [1] пробоподготовка представляет длительный и трудоемкий процесс. При отделении матрицы необходима дополнительная химическая обработка материалов, в результате которой возможно внесение сложно контролируемых загрязнений в анализируемый концентрат и потери некоторых определяемых элементов.

При разработке и опробовании методики контролировали содержание Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Si, Sn, Zr. Поведение каждого из этих элементов характеризуется условиями конверсии и возбуждения в дуговом разряде целой группы аналитов. Методом линейных экспериментов изучены и оптимизированы параметры средства измерений: вид и сила тока дугового разряда, межэлектродное расстояние. По временным разверткам спектров выбрано время экспозиции. Подобраны спектральные линии, свободные от переложений.

В качестве нижнего электрода использовали графитовый электрод типа «рюмка» с диаметром кратера 4 мм и глубиной 6 мм, верхним электродом был

графитовый стержень с конической заточкой. Навеску пробы помещали в электрод и уплотняли. Исследовано влияние химически активного буфера - графита - на интенсивность спектральных линий. Установлено, что введение в анализируемые пробы графита в соотношении 10:1 приводит к увеличению интенсивности атомных линий в среднем в 1,5 раза из-за улучшения условий атомизации элементов.

Изучено влияние спектроскопического буфера (СБ) - хлорида натрия - на условия возбуждения. Оптимальная концентрация СБ составила 2% и вызвала увеличение интенсивности атомных линий от 1,5 до 4 раз. Сравнено два способа введения хлорида натрия в кратер электрода: послойное расположение СБ и пробы и смешение СБ с пробой. Лучшие результаты получены для смеси спектроскопического буфера и пробы за счет более быстрого и равномерного поступления хлорида натрия в плазму.

В результате выполненных исследований рекомендованы следующие условия анализа оксида скандия: дуговой разряд переменного тока силой 12А, межэлектродный промежуток 2 мм, время экспонирования 50 с, состав анализируемой пробы (оксид : графит : хлорид натрия = 100:10:2), навеска пробы в кратере электрода 50 мг.

1. Кошель Е.С. Дуговой атомно-эмиссионный анализ в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов: Диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук / Е.С. Кошель – Москва, 2018. – 192 с.
2. Методика определения содержания магния, кальция, хрома, меди, никеля, кобальта, марганца, железа, ванадия, титана и циркония в оксиде скандия № 7/619. Внутренний документ ГНИ и проектного института редкометаллической промышленности «Гиредмет».
3. Пат.2091791 РФ МПК-8: класс G01N31/00, Способ определения примесей в оксиде скандия /Глинская И.В., Малютина Т.М., Мискарьянц В.Г.