

**ПРОЦЕДУРА ОСАЖДЕНИЯ ВОЛЬФРАМА, МОЛИБДЕНА,
ЖЕЛЕЗА, ХРОМА, МЕДИ, НИКЕЛЯ, КОБАЛЬТА
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА МЕТОДОМ ИСП-АЭС**
Холманских И.А.^(1,2), Бардина М.Н.^(1,2), Майорова А.В.^(1,2), Белозерова А.А.^(1,2)

⁽¹⁾ Институт металлургии УрО РАН

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

⁽²⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Для определения содержания селена и теллура в металлургических материалах (стали, сплавы) применяют атомно-эмиссионную спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Тем не менее прямое ИСП-АЭС-определение селена и теллура в металлургических материалах затруднительно вследствие спектральных помех от присутствующих в составе материалов макрокомпонентов, поэтому на практике, как правило, используют предварительное отделение аналитов от матрицы. В литературе имеются сведения об осаждении вольфрамат-ионов с помощью реагента-осадителя $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Однако поведение других макрокомпонентов (Mo, Fe, Cr, Cu, Ni, Co) при таком осаждении не исследовано.

Проведены исследования по оптимизации условий совместного осаждения (W, Mo, Fe, Cr, Cu, Ni, Co) с помощью $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF. Эксперименты проводились на модельных растворах. Концентрации макрокомпонентов в растворе составляла 600 мг/дм^3 , аналита (Se или Te) 0.5 мг/дм^3 . Для создания среды, имитирующей растворенный в кислотах материал стали или сплава, в модельные растворы добавляли концентрированные хлороводородную (2 см^3 , 37 масс. %), фтороводородную (3 см^3 , 40 масс. %) и азотную кислоты (2 см^3 , 95 масс. %). Концентрации макроэлементов измеряли методом ИСП-АЭС.

При варьировании значений pH в диапазоне от 0 до 4.5 установлено, что при $\text{pH} = 1$ содержание вольфрама составляет менее 1 масс. % от исходного. Данное значение pH выбрано для дальнейших исследований по совместному осаждению макрокомпонентов (W, Mo, Fe, Cr, Cu, Ni, Co).

Для полного осаждения макрокомпонентов вольфрама, молибдена (менее 0.1 масс. % от исходного) необходимо использование реагента $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ массой 6 и 8 г соответственно. При использовании NaF массой 3 г концентрация хрома и железа составляет менее 0,1 масс. % от исходного в связи с образованием труднорастворимых фторсодержащих осадков состава Na_3CrF_6 , Na_3FeF_6 . Содержание никеля и кобальта после процедуры отделения с помощью $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF находится в интервале от 30 до 55 масс. % от исходного, что связано с образованием водорастворимых фторсодержащих осадков состава: Na_2CuF_4 , Na_2NiF_4 и Na_2CoF_4 . Таким образом, применение $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF в качестве осадителей позволяет эффективно устранить матричное влияние на аналитические спектральные линии селена и теллура от Fe, W, Mo, Cr.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (проект № 23-23-00138).