СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ АТОМНО-ЭМИССИОНОЙ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ТАНТАЛА

Суслопарова Е.Д.[1], Домбровская М.А.[1], Лисиенко Д.Г.[1]
[1)] «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»
E-mail: ElizGaiKo@yandex.ru

IMPROVEMENT OF ATOMIC EMISSION TECHNIQUES TANTALUM ANALYSIS

Susloparova E.D.[1], Dombrovskaya M.A.[1], Lisienko D.G.[1]
[1)] "Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin"

Impurity elements in tantalum were determined using the atomic emission method with arc excitation. Analytical lines have been selected and measurement conditions have been optimized.

Тантал используют для производства электролитических конденсаторов высокой удельной емкости. Технологические свойства тантала сильно зависят от его чистоты.

Целью исследований является совершенствование атомно-эмиссионной с дуговым возбуждением стандартизованной методики ГОСТ 18904.8-89. Определяемыми элементами в тантале являются Mo, Cu, Co, Ca и Na в диапазоне концентраций (10^{-4} - 10^{-1}) %.

Методика анализа основана на реализации метода фракционной дистилляции с переводом пробы в труднолетучий оксид. Анализируемую пробу испаряют из кратера графитового электрода формы «рюмка» в дуговом разряде переменного тока. Для регистрации спектров и обработки результатов использован комплекс спектрального оборудования, включающий спектрометр PGS-2 (Carl Zeiss Industrielle Messtechnik GmbH, Германия) с твердотельным детектором МАЭС (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск), работающим с программным обеспечением «Атом», и генератор «Fireball» (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск).

В работе выбраны линии аналитов, свободные от наложений. Проведена оптимизация условий измерений методом дробного факторного планирования с реализацией эксперимента по плану 2^{4-1}.

Анализируемым материалом был стандартный образец состава оксида тантала (РАЛ 10-2005). Параметром оптимизации являлась интенсивность линии элемента. Изучено влияние вида буферирующей добавки, способ расположения пробы в кратере электрода, сила тока дуги (12 и 18) А, навески анализируемо-го материала в электроде (50 и 90) мг.

Установлена большая эффективность химически активной добавки BiF_3 по сравнению с $PbCl_2$. Наибольшая интенсивность линий формируется в дуговом разряде переменного тока силой 18 А для массы пробы 90 мг.

В рекомендуемых условиях достигнут 2-3-х кратный выигрыш в интенсивности линий аналитов.

1. Тантал (химический элемент), Большая российская энциклопедия/Э.Г. Раков
2. Эмиссионный спектральный анализ атомных материалов / А. Н. Зайдель, Н. И. Калитеевский, Л.В.Липис, М. П. Чайка; под редакцией А. Н. Зайделя – Ленинград: Физматгиз. – 1960.
3. ГОСТ 18904.8-73. Тантал и его окись. Спектральный метод определения вольфрама, кальция, кобальта, меди, молибдена и натрия. введ. 20.03.1989. Москва: издательство стандартов, 1989. – 7 с.