

2. Золотов Ю. А., Иванов В. М., Амелин В. Г. Химические тест-методы анализа. М. : Едиториал УРСС, 2002. 304 с.

3. Слепченко Г.Б., Пикун Н.П., Дубова Н.М. и др. Электрохимический контроль качества вод (обзор) // Изв. Томс. политех. ун-та. 2009. № 3. С. 59–70.

МЕТОДОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ВЫПУСКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ФТОРЦИРКОНАТА КАЛИЯ

Смирнова А.П., Хабарова А.А., Ягодина О.Н., Лисиенко Д.Г.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

В настоящее время важным методом отделения циркония от гафния и некоторых других примесей является перекристаллизация фторцирконата калия (ФЦК), из которого в дальнейшем получают порошковый металл. Оценку качества ФЦК осуществляют различными физическими методами, требующими для градуировки стандартных образцов состава (СО), в которых установлено содержание основного компонента – циркония и ряда примесей. Цель настоящего исследования заключалась в обосновании способа синтеза комплекта стандартных образцов состава ФЦК, разработке методик определения в полученных материалах циркония и ряда регламентируемых примесей (Hf, Al, Fe, Cr, Ti, Sn), необходимых для характеристики СО.

Обосновано, что лучшим способом синтеза СО является введение растворов аттестуемых примесей в чистый матричный материал. Методом рентгенофазового анализа установлено, что для перевода в раствор металлов – носителей аттестуемых примесей, возможно применение только плавиковой и щавелевой кислот из ряда изученных, поскольку при обработке ими ФЦК не происходит образования новых соединений. Подобраны качественные и количественные составы кислотных смесей, позволяющие максимально быстро и полно перевести в раствор примесные элементы. Изучено термическое поведение материала СО методами дифференциальной сканирующей колориметрии, а также термогравиметрического анализа. Подобраны порядок введения в матрицу растворов, содержащих примеси, а также оптимальная температура термической обработки материала СО.

Для определения циркония в ФЦК выбран метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП) в сочетании с компаративным способом измерения концентрации. Мето-

дику основывали на применении спектрометра Optima 2100 DV. Выбраны операционные условия измерений, аналитическая линия циркония, определена оптимальная концентрация анализируемых растворов, изучено влияние матрицы и примесей на результаты измерений. Выбран оптимальный способ перевода СО в раствор. Установлено, что относительная погрешность определения циркония не превышает 1,3 %.

Для определения примесей предложено использовать метод масс-спектрометрии с ИСП, который был реализован на спектрометре Elan 9000. Обоснован выбор аналитических изотопов, рабочей концентрации раствора ФЦК, которая составила 1 г/дм³, исследовано влияние матрицы на интенсивность ионных токов изотопов. Установлены пределы обнаружения элементов в ФЦК, которые составили $3 \cdot 10^{-4}\%$ для Fe и $n \cdot 10^{-5}\%$ (при $n = 1 \div 5$) для остальных элементов. Относительные погрешности определений устанавливали методом добавления – разбавления, полученные значения составили 5 – 8 %, что на заданном уровне концентрации примесей полностью отвечает потребностям характеристики материалов СО..

Изучена возможность определения железа и кальция в ФЦК методом атомно-эмиссионной спектрометрии с ИСП. Исследовано влияние основных операционных параметров на интенсивность атомных и ионных линий элементов, рекомендованы условия, обеспечивающие минимальные пределы обнаружения.

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ БАЗАЛЬТОВЫХ ПОРОД ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ИЗОТОПНЫХ ОТНОШЕНИЙ Sm И Nd МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Шелюг А.С.⁽¹⁾, Васильева Н.Л.⁽¹⁾, Солошенко Н.Г.⁽²⁾, Стрелецкая М.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

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

⁽²⁾ Институт геологии и геохимии УрО РАН

620075, г. Екатеринбург, Почтовый пер., д. 7

Оптимизация стадии пробоподготовки в методе Sm-Nd датирования при определении возраста горных пород (базальты) является весьма актуальной задачей, поскольку именно эта стадия вносит до 50 % погрешности в конечный результат. Пробоподготовка к изотопному анализу включает две стадии: вскрытие пробы и хроматографическое выделение фракций элементов, изотопные отношения которых требуется измерить.