

фильтрованием. Это позволило рекомендовать для определения кремния гравиметрию с обязательной отгонкой тетрафторида кремния.

При автоклавном разложении (Berghof MWS 3+) более эффективным оказалось использование смеси хлороводородной и азотной кислот. Методом линейных экспериментов установлен оптимальный состав кислотной смеси и минимально необходимый объем растворителя (15 см<sup>3</sup>). Выявлено, что в выбранных условиях происходит растворение только стружки, неотгалтованные гранулы сплава полностью не растворяются. При этом в условиях автоклавного разложения не удалось количественно выделить кремниевую кислоту в виде осадка, так как некоторая ее часть остается в растворе в коллоидной форме.

Использование автоклавного вскрытия позволило снизить расход реагентов и сократить время разложения с 4-5 часов до 1 часа. Поэтому для увеличения экспрессности пробоподготовки КХС и НХС рекомендовано использовать метод автоклавного разложения с микроволновым нагревом для определения Ni, Cr, Mo, Mn и Fe. При контроле содержания Si гравиметрическим методом следует использовать открытое разложение.

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ГАФНИЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДАМИ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

*Студенок В.В., Домбровская М.А., Лисиенко Д.Г., Смирнова А.П.*

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

Потребительские свойства гафния и сплавов на его основе в существенной степени зависят от содержания в них примесей. Определение малых концентрации примесных компонентов требует применения современных высокочувствительных методов. Ранее была разработана масс-спектрометрическая методика определения Al, Mg, Ti, Cr, Ni, Cu, Mo, Sn, Nb, W, Mn, Fe, B, Be в гафниевых материалах [1]. Но метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой не обеспечивает необходимых пределов обнаружения для таких элементов как Fe и Ca, а также характеризуется низкой чувствительностью для легких элементов (B, Be). Кроме того, невозможно определение Si из растворов совместно с другими элементами. Следовательно, определение перечисленных аналитов требует использования других методов, таких как атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) и с дуговым возбуждением. Целью

работы является разработка методик определения Fe, Ca методом ИСП-АЭС и В, Ве, Si - методом фракционной дистилляции.

Так как ИСП-АЭС является многоэлементным методом, то представляло интерес изучить условия определения большего числа элементов, а именно Al, Ве, Cr, Cu, Mn, Fe, Ca. Измерения проводили на спектрометре OPTIMA 2100 DV последовательного действия. В качестве лабораторных проб выступали гидроксид, оксогидроксид и металлический гафний, которые готовили к анализу растворением в кислотах. Изучено влияние концентрации гафния в растворе на аналитические сигналы определяемых элементов и установлено отсутствие зависимости вплоть до концентрации гафния  $50\text{г/дм}^3$ . Изучено влияние кислотности анализируемых растворов, проявляющееся в изменении условий формирования аэрозоля пробы. Установлено, что аналитические сигналы примесей не зависят от содержания азотной кислоты до объемной доли 5%, а фтороводородная кислота подавляет аналитические сигналы при содержании выше 1%. Методом линейных экспериментов выбраны оптимальные параметры работы спектрометра (мощность генератора – 1300 Вт, скорость пробоподающего потока аргона -  $0,8\text{ дм}^3/\text{мин}$ , объемный расход раствора  $1,5\text{ см}^3/\text{мин}$ ). Из-за отсутствия аттестованной методики анализа гафния с дуговым возбуждением, в качестве базовой выбрали методику анализа циркония, использующую явление фракционной дистилляции. Измерения выполняли на спектрометре PGS-2, оснащенном многоканальным анализатором атомно-эмиссионных спектров (МАЭС), для анализируемой пробы в виде смеси оксида гафния и буфера. Установлено соотношение оксида гафния и комбинированного буфера (NaCl и  $\text{BiF}_3$  в соотношении 1:1) в пробах для анализа, равное 5:1. Методом временных разверток выбрано время экспозиции. Оптимальная сила переменного тока дугового разряда подобрана при регистрации интегральных сигналов аналитов.

Оценены информационные и метрологические характеристики методик. Полная погрешность обеих методик составляет от 6 до 10% во всем концентрационном диапазоне, что соответствует обычному уровню значений характеристик методик в конкретном аппаратном обеспечении.

1. Студенок В.В., Лисиенко Д.Г., Домбровская М.А. Масс-спектрометрический анализ соединений гафния / Всероссийская научная молодежная школа-конференция «Химия под знаком СИГМА: исследования, инновации, технологии» - Омск, 2012.