

КОМПЛЕКС АЭС ИСП МЕТОДИК ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКИХ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТОМ ГЕРМАНИИ И ЕГО ОКСИДЕГусельникова Т.Я.^{1,2}, Цыганкова А.Р.^{1,2}¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Новосибирск, Россия
*tguselnikova@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_21**

Фактором, ограничивающим область применения германия и его оксида, является примесный состав. Как правило, методики количественного химического анализа направлены на определение распространенных примесей (Co, Cu, Fe, Ni, и т.д.). Определению редких примесей уделяется недостаточно внимания. Под редкими примесями будем понимать: лантаноиды (включая Sc и Y), металлы платиновой группы (МПП), I, S, Th, Tl и U.

Целью работы стало создание комплекса АЭС ИСП методик, включающий методику одновременного определения редких примесей без применения трудоемкой процедуры предварительного концентрирования – инструментальную, и комбинированную, сочетающую отгонку германия упариванием после химического разложения.

Инструментальную методику АЭС ИСП анализа разрабатывали для определения редкоземельных элементов (РЗЭ, кроме Pm), МПП (кроме Os), I, S, Th, Tl и U. Концентрация германия в анализируемых растворах 30 мг/мл. Выбрали аналитические линии для 26 элементов. Так как в анализируемых растворах присутствует значительное количество матричного компонента, то проявляются несектральные матричные влияния. Для учета изменений интенсивности аналитических линий примесей и снижения погрешности анализа применили метод внутреннего стандарта (ВС). Для корректировки значений найденных концентраций РЗЭ, МПП и I рассматривали линии Be (313.107 и 234.861 нм). Для примесей Th, Tl, U ВС выбирали из линий Dy и Gd. Подходящие линии ВС выбирали таким образом чтобы отсутствовали спектральные наложения. Методом стандартных добавок определили линии, для которых отсутствует систематическая погрешность. Линию Be 234.861 нм выбрали для корректировки значений РЗЭ, МПП, I; Dy 353.170 нм для Th, Tl и U; определение S возможно без использования ВС.

Для снижения пределов обнаружения (ПО) аналитов и устранения мешающего влияния германия осуществили отгонку основы в виде GeCl₄ упариванием с применением твердотельного термостата. Методику с предварительным отделением матрицы разрабатывали для определения МПП (кроме Os), I, S, Tl, Th и U. Для 10 аналитов были выбраны 11 аналитических линий. При отгонке основы проб происходят неконтролируемые потери I, поэтому аналит исключили из списка определяемых.

Правильность разработанных методик оценили методом «введено-найдено». Сравнение полученных значений по t-критерию, показало отсутствие систематической погрешности и не выявило значимых расхождений у большинства аналитов, что свидетельствует о принадлежности значений к одной генеральной совокупности. Расхождение выявлено у Gd, поэтому его исключили из списка определяемых примесей.

ПО для Ce, Dy, Er, Eu, Ho, I, Ir, La, Lu, Nd, Pd, Pr, Pt, Rh, Ru, S, Sc, Sm, Tb, Tl, Th, Tm, U, Y и Yb в инструментальной методике находятся в интервале от $n \times 10^{-6}$ до $n \times 10^{-5}$ % мас; комбинированной $n \times 10^{-7}$ до $n \times 10^{-6}$ % мас для Ir, Pd, Pt, Rh, Ru, S, Th, Tl и U.

Внутрилабораторная прецизионность в выбранных условиях не превышает 20 %.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИНХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.