

# РАЗВИТИЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫХ И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Сапрыкин А.И.

[saprykin@niic.nsc.ru](mailto:saprykin@niic.nsc.ru)

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3

В середине прошлого столетия сложилось новое научное направление - химия высокочистых веществ. В рамках этого направления решаются как фундаментальные проблемы - изучение свойств элементов Периодической системы с точки зрения их физической сущности, т.е. не обусловленных влиянием содержащихся в них примесей; так и прикладные задачи - разработка технологий глубокой очистки веществ и методов исследования их химического состава. В настоящее время наиболее актуальной задачей является получение новых функциональных материалов, т.е. материалов обладающих заданным набором электрофизических, оптических, механических и других свойств. Решение этой задачи совместными усилиями материаловедов-технологов, химиков-аналитиков и физиков-приборостроителей предполагает поиск и установление закономерностей, связывающих химический состав, кристаллическую структуру и функциональное свойство.

Для определения влияния элементов-примесей на целевые свойства функциональных материалов методы аналитического контроля должны обеспечивать получение наиболее полной информации о химическом составе исходных высокочистых веществ (прекурсоров) и синтезируемых на их основе функциональных материалов или структур (пленки, покрытия). Поэтому предпочтение отдается многоэлементным методам, обладающим универсальностью и низкими пределами обнаружения – атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) и масс-спектрометрии (МС). Бурное развитие приборостроения в конце прошлого - начале нынешнего тысячелетия позволило оснастить аналитические лаборатории новыми АЭС и МС приборами, в которых в качестве источника возбуждения и ионизации используется индуктивно связанная плазма (ИСП), обладающими превосходными инструментальными возможностями по числу одновременно определяемых элементов-примесей (до 50 АЭС и до 70 МС) и абсолютным пределам их обнаружения (до  $10^{-9}$  г ИСП-АЭС и до  $10^{-13}$  г ИСП-МС). Однако достижение указанных аналитических характеристик требует вскрытия и перевода твердых образцов в 2-3 % растворы неорганических кислот с содержанием матричных компонентов  $\sim 1 \cdot 10^{-2}$ % мас. (для ИСП-АЭС) и  $\sim 1 \cdot 10^{-3}$ % мас. (для ИСП-МС), что существенно ограничивает возможности методов.

Важную роль в расширении аналитических возможностей этих методов играют:

- альтернативные способы пробоотбора и введения твердого аэрозоля в ИСП;
- предварительная химическая пробоподготовка, включающая стадию отделения матричных компонентов и концентрирования нано- и микропримесей.

В докладе будут рассмотрены новые возможности ИСП-АЭС и ИСП-МС методов, которые открывает использование искрового пробоотбора в ИСП-АЭС и лазерной абляции в ИСП-МС для прямого анализа твердых веществ и функциональных материалов (включая тонкие пленки и покрытия).

Для ИСП-АЭС и ИСП-МС анализа концентратов микропримесей после отгонки основных компонентов в виде летучих соединений (обычно галогенидов) весьма перспективным представляется использование электротермического испарения (ЭТИ). Для реализации этого способа требуется всего несколько мкл раствора, что исключает стадию разбавления, уменьшает вероятность внесения загрязнений с реактивами и существенно повышает эффективность использования концентрата микропримесей.