

## ИСП-АЭС АНАЛИЗ КОНЦЕНТРАТОВ МИКРОПРИМЕСЕЙ, ПОЛУЧЕННЫХ ОТГОНКОЙ ОСНОВЫ ПРОБЫ

*А.Р. Цыганкова, А.В. Шаверина, А.И. Сапрыкин*

Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии СО РАН  
Новосибирск, 630090, ул. Пр. Ак. Лаврентьева, 3.  
alphiya@niic.nsc.ru

В настоящее время методы атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) занимают одно из ведущих мест среди высокочувствительных многоэлементных методов количественного химического анализа (КХА). Разработка комбинированных методик, сочетающих предварительное концентрирование примесей с возможностями инструментального метода, позволяет существенно улучшить метрологические характеристики методик КХА, устранить мешающие влияния матричных компонентов, использовать представительные навески проб и снизить пределы обнаружения (ПО) аналитов до значений  $10^{-6}$  -  $10^{-10}$  % мас. Отметим, что использование концентрирования примесей в сочетании с ИСП-АЭС анализом может обеспечить снижение ПО примесей только при условии уменьшения степени разбавления концентратов микропримесей и повышения эффективности их использования.

Цель настоящей работы – изучение аналитических возможностей метода ИСП-АЭС с концентрированием примесей для различных высокочистых материалов, таких как кремний, оксид кремния, оксид висмута, оксид молибдена, оксид вольфрама и др. Концентрирование примесей для всех этих объектов осуществляли отгонкой основы пробы в виде галогенидов или оксогалогенидов, обеспечивающий отделение основы на 99,9 %. При этом отгонка основы пробы имеет ряд преимуществ перед другими способами концентрирования, такие как относительная простота реализации и физико-химического моделирования процесса, отсутствие стадий перевода исследуемого объекта в раствор и др.

При концентрировании примесей из оксидов висмута, молибдена и вольфрама использовали проточный кварцевый реактор. В качестве галогенирующего агента использовали хлористый водород, хлор и четыреххлористый углерод, соответственно. При анализе кремния и его оксида отгонку основного компонента осуществляли в виде тетрафторида кремния  $\text{SiF}_4$ .

Концентрат примесей после отгонки представляет собой раствор объемом не более 0,1 мл или твердый остаток, масса которого не превышает 1 мг. При стандартной системе ввода проб при ИСП-АЭС анализе требуется 5-7 мл раствора при 2-3 параллельных измерениях. Это приводит к тому, что полученный концентрат неизбежно разбавляется в  $10^2$ - $10^3$  раз, кроме того, возрастает величина контрольного опыта. Снижение скорости ввода раствора в плазму позволило сократить конечный объем раствора до 2 мл, что уменьшило разбавление в 3-4 раза. Растворы анализировали на спектрометре высокого разрешения iCAP-6500 (Thermo Scientific) при аксиальной регистрации излучения. Правильность анализа подтверждали сопоставлением с результатами, полученными по независимым методикам, а также постановкой серии экспериментов «введено-найдено».

Разработанные методики анализа позволяют одновременно определять до 44 примесей с пределами обнаружения в интервале от  $10^{-5}$  -  $10^{-9}$  % мас, для некоторых примесей  $10^{-10}$  % мас., с внутрिलाбораторной прецизионностью ( $s_{\text{отн}}$ ) 0,2-0,3.