

ПОДХОДЫ К РАЗРАБОТКЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ФАЗОВОГО СОСТАВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОРОШКОВОГО ДИФРАКЦИОННОГО АНАЛИЗА

П.С. Дубинин, С.Д. Кирик, О.Е. Пиксина, С.Г. Ружников, И.С. Якимов

Сибирский федеральный университет, Красноярск
i-s-yakimov@yandex.ru

Градуировочные методы количественного рентгенофазового анализа (КРФА) являются эффективным способом высоко автоматизированного производственного аналитического контроля поликристаллического многофазного минерального сырья, технологических процессов и продуктов. Необходимым средством для разработки, аттестации, апробации и внедрения методик КРФА служат стандартные образцы фазового состава (СОФС).

Точность КРФА критичным образом зависит от качества СОФС, подготовка и аттестация которых во многих случаях оказывается проблемой. СОФС должны иметь не только точный количественный фазовый состав, но и микрокристаллическую и атомную кристаллическую структуру фаз, адекватную анализируемым материалам. Дело в том, что эти факторы сильно влияют на интенсивность дифракционных рефлексов фаз и, следовательно, на точность КРФА. По этой же причине, СОФС, приготовленные по способу взвешивания-смешения из синтетических соединений (даже если они доступны), часто оказываются непригодными для КРФА. Изготовление же СОФС из анализируемых материалов в большинстве случаев затруднено из-за отсутствия точных и, тем более, аттестованных методик количественного фазового анализа. Отсутствие альтернативных аттестованных методик приводит и к проблемам метрологической аттестации СОФС. Эти проблемы могут усугубляться из-за многофазности или нестабильности состава материалов, что приводит к необходимости подготовки большого числа СОФС. В итоге, это ограничивает применение КРФА для аналитического контроля в промышленности.

В докладе обсуждаются подходы к разработке СОФС из анализируемых материалов с помощью комплекса структурно-фазовых методов рентгеновского порошкового дифракционного анализа, в т.ч. структурно-чувствительного КРФА по методу Ритвельда, и данных количественного химического анализа. Отмечается, целесообразность аттестации СОФС как стандартных образцов одновременно фазового и химического состава. В частности, это открывает возможность комбинированного рентгеновского контроля методами КРФА и флуоресцентного анализа. Основной проблемой аттестации, при отсутствии аттестованных образцов сравнения и альтернативных методик фазового анализа, является оценка правильности определения количественного фазового состава структурно-фазовыми методами КРФА. Возможными путями представляются использование фаз внутреннего стандарта и контроль правильности по балансу фазового состава с элементным (при стехиометрическом составе фаз). В качестве примера рассматривается методика нашей разработки комплектов СОФС охлажденных промышленных электролитов электролитического производства алюминия, внедренных на ряде алюминиевых заводов для аналитического технологического контроля состава электролита с помощью методов КРФА.