

АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТОГО ГЕРМАНИЯ И ЕГО ОКСИДА МЕТОДОМ МС ИСП С РЕАКЦИОННО-СТОЛКНОВИТЕЛЬНОЙ ЯЧЕЙКОЙ

Гусельникова Т.Я., Цыганкова А.Р., Медведев Н.С.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

tguselnikova@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_07

Германий и его оксид находят свое применение в оптике, материаловедении, медицине и других областях. Одно из перспективных направлений применения диоксида германия – использование в качестве прекурсора при выращивании синтиллиационных кристаллов ортогерманата висмута ВГО ($\text{Bi}_{14}\text{Ge}_3\text{O}_{12}$). Качество функциональных материалов на основе германия определяется примесным составом, однако влияние отдельных элементов на целевые свойства до конца не выяснено, поэтому важно иметь наиболее полную информацию о химическом составе сырья материала.

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП) это высокоинформативный метод количественного химического анализа (КХА), который позволяет достигнуть пределов обнаружения (ПО) аналитов на уровне 10^{-8} – 10^{-6} % мас. без использования предварительного концентрирования примесей.

Для разработки инструментальной МС ИСП методики КХА германия и его оксида было изучено влияние германия на сигнал аналитов, выбраны изотопы элементов, свободные от интерференций и оптимально-компромиссная концентрация германия в растворе (700 мг/л). Разработанная методика позволяет определять до 48 примесных элемента: Ag, Al, Au, В, Ва, Ве, Вi, Сd, Се, Со, Сr, Сu, Dy, Er, Eu, Gd, Hg, Hf, Ho, In, La, Li, Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Nd, Ni, Pb, Pr, Rb, Re, Sb, Sc, Se, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Te, Ti, Tm, W, Yb, Zn, с ПО аналитов от $n \cdot 10^{-8}$ до $n \cdot 10^{-4}$ % мас.

Одно из ограничений метода МС ИСП это полиатомные интерференции. Было установлено, что определе-ние содержания в германии таких элементов, как Са, Fe, К, Р, Si затруднено по причине полиатомных интерференций от компонентов плазмообразующего газа и раствора, в который переводят пробу, а As, Ga, V, Y, Zr из-за полиатомных ионов, в состав которых входят изотопы основы пробы – германия. Существенно снизить по-лиатомные интерференции позволяет использование реакционно-столкновительной ячейки. Были оптимизированы основные рабочие параметры ячейки: как скорость потока гелия через ячейку (3 мл/мин) и потенциал ячейки (-21 В). Применение реакционно-столкновительной ячейки позволило уменьшить полиатомные интерференции и добавить к списку аналитов As, Fe, Ga, V, Y, Zr. ПО указанных аналитов находятся в интервале от $n \cdot 10^{-6}$ до $n \cdot 10^{-4}$ % мас.

Правильность разработанной методики оценили методом «введено-найденно». Полученные результаты удовлетворительно согласуются со значениями введенных добавок. Проведенное сравнение по t-критерию полученных значений показало отсутствие систематической погрешности и не выявило значимых расхождений, что свидетельствует о принадлежности значений к одной генеральной совокупности. Внутрелабораторная прецизионность не превышает 30 %.

Работа выполнена при поддержке Программе РАН на 2013-2020 гг. (проект V.45.1.4.).

АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ ПРОЦЕССА ВХОЖДЕНИЯ ИОНОВ Mg^{2+} В СТРУКТУРУ ОКСАЛАТА КАЛЬЦИЯ

^{1,2}Губанов А.И., ^{1,2}Филатов Е.Ю., ^{1,2}Корольков И.В.,

^{1,2}Александрова А.Д., ^{1,2}Цыганкова А.Р.

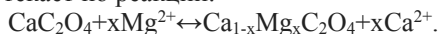
¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

a.aleksandrova5@g.nsu.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_08

Почечные камни (ПК) являются продуктом сложной патогенной биоминерализации в живом организме, процесс возникновения и дальнейшего развития которой до конца не изучен. Наиболее часто встречаются ПК, состоящие из оксалата кальция. Результаты АЭС ИСП [1] анализа свидетельствуют о присутствии следующих примесных элементов Ba, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, P, Sr, Zn в заметных количествах. Наибольший интерес вызывает примесь магния, концентрация которого достигает $\approx 0,1$ % мас. Научный и практический интерес представляет изучение процесса вхождения двухзарядных ионов с соизмеримыми кристаллохимическими радиусами в кристаллическую структуру оксалата кальция CaC_2O_4 . На примере системы CaC_2O_4/Mg^{2+} мы оценили равновесность протекания этого процесса и стандартные термодинамические характеристики. Процесс протекает по реакции:



Экспериментальная часть. Изучение фазового состава синтезированных образцов проводили на порошковом дифрактометре ДРОН-3М (CuK α излучение, кремниевый монохроматор на отраженном пучке, диапазон 5-50° 2 θ , шаг 0.03° 2 θ , накопление 1 с) [2]. Содержание основного и примесного компонентов в твердом растворе $Ca_{1-x}Mg_xC_2O_4$ определяли методом АЭС ИСП. Содержание воды в образцах оценивали методом ТГА.