

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ВЫСОКОЧИСТОГО КАДМИЯ С ПОМОЩЬЮ КОМПЛЕКСА АЭС ИСП И МС ИСП МЕТОДИК

¹Лундовская О.В., ^{1,2}Сапрыкин А.И.

¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

lundovskaya@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_18

Получение, анализ и исследование свойств высокочистых веществ являются одним из приоритетных направлений развития современной науки. По мере повышения чистоты веществ проявляются их новые свойства. Практически важные свойства проявляются только с определенного уровня их чистоты. Общепринятым является определение чистоты по содержанию примесей в анализируемом веществе, чем больше число определяемых примесей, тем больше приближение вещества к определению «высокочистое». Кадмий высокой степени чистоты используется для получения полупроводниковых материалов типа А^{II}В^{IV}, детекторов, регистрирующих гамма и рентгеновское излучение, фотоэлектрических ячеек.

В ходе разработки инструментальных и комбинированных методик анализа кадмия проведены систематические исследования по влиянию концентрации матричного компонента кадмия, скорости подачи раствора, мощности плазмы на величину аналитического сигнала при атомно-эмиссионном и масс-спектрометрическом с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП и МС ИСП) определении примесей в кадмии. Предложены подходы к разработке комбинированных методик, сочетающих предварительное отделение матрицы в варианте электротермического испарения и вакуумной отгонки перед последующим определением примесей атомно-эмиссионным и масс-спектрометрическими методами. В табл. 1 приведены пределы обнаружения (ПО) примесных элементов.

Таблица 1. ПО примесных элементов в кадмии высокой чистоты, достигаемые с помощью комплекса разработанных методик, % мас.

Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min.}	Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min}
Ag ⁵	6·10 ⁻⁹	Cu ⁵	4·10 ⁻⁸	Li ⁴	6·10 ⁻⁸	Pt ²	3·10 ⁻⁸	Te ²	8·10 ⁻⁶
Al ³	1·10 ⁻⁶	Dy ⁵	2·10 ⁻⁹	Lu ⁵	2·10 ⁻¹⁰	Rb ¹	7·10 ⁻⁷	Ti ⁵	3·10 ⁻⁸
As ⁵	3·10 ⁻⁸	Er ⁵	1·10 ⁻⁹	Mg ⁴	2·10 ⁻⁸	Re ⁵	7·10 ⁻¹⁰	Tl ²	1·10 ⁻⁶
Au ⁵	4·10 ⁻⁹	Eu ¹	3·10 ⁻⁷	Mn ⁵	7·10 ⁻⁹	Sb ⁵	2·10 ⁻⁸	Tm ²	3·10 ⁻⁸
B ⁴	3·10 ⁻⁷	Fe ⁴	3·10 ⁻⁷	Mo ⁵	4·10 ⁻⁸	Sc ²	1·10 ⁻⁶	V ⁵	8·10 ⁻⁹
Ba ⁵	6·10 ⁻⁹	Ga ⁵	3·10 ⁻⁹	Na ⁴	5·10 ⁻⁷	Se ²	2·10 ⁻⁵	W ⁵	2·10 ⁻⁷
Be ⁵	2·10 ⁻⁹	Gd ⁵	4·10 ⁻⁸	Nb ⁵	5·10 ⁻⁸	Si ¹	1·10 ⁻⁵	Y ⁵	5·10 ⁻⁸
Bi ⁵	2·10 ⁻⁸	Hg ²	3·10 ⁻⁶	Hf ⁵	5·10 ⁻⁹	Sm ⁵	2·10 ⁻⁹	Yb ⁵	2·10 ⁻⁹
Ca ⁴	2·10 ⁻⁷	Ho ⁵	7·10 ⁻¹⁰	Nd ²	5·10 ⁻⁶	Sn ⁵	3·10 ⁻⁸	Zn ⁴	1·10 ⁻⁷
Ce ²	1·10 ⁻⁷	In ⁵	3·10 ⁻⁸	Ni ⁵	2·10 ⁻⁸	Sr ⁴	1·10 ⁻⁸	Zr ⁵	6·10 ⁻⁸
Co ⁵	2·10 ⁻⁹	K ⁴	1·10 ⁻⁶	P ¹	2·10 ⁻⁶	Ta ⁵	7·10 ⁻⁹	–	–
Cr ⁵	6·10 ⁻⁸	La ⁵	8·10 ⁻⁹	Pb ⁵	6·10 ⁻⁹	Tb ⁵	1·10 ⁻⁹	–	–

Примечание. ПО достигнуты согласно методикам:

¹ – инструментальная АЭС ИСП; ² – инструментальная МС ИСП; ³ – ЭТИ АЭС ИСП; ⁴ – комбинированная АЭС ИСП; ⁵ – комбинированная МС ИСП.

Используя разработанный комплекс методик может быть охарактеризован кадмий чистотой 6N4 (99,99994 %) по содержанию 58 примесей.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ ПРОБ ПРИ ИСП-МС И ИСП-АЭС АНАЛИЗЕ ВЕЩЕСТВ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Медведев Н.С., Сапрыкин А.И.
ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия
medvedev@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_19

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) это высокоинформативные методы количественного химического анализа. Эти методы отличают многоэлементность, низкие пределы обнаружения аналитов и динамический диапазон 6-8 порядков величины.

Стандартный способ введения проб в ИСП при ИСП-МС и ИСП-АЭС анализе это пневматическое распыление растворов. Этот способ введения проб отличает простота использования, высокая стабильность аналитического сигнала и универсальность, однако он имеет ряд недостатков. К их числу относят малую эффективность использования анализируемого раствора (обычно она не превышает 1-2 %) и необходимость существенного разбавления анализируемой пробы (как правило, более чем в 10^3 раз). Это приводит к снижению сигналов аналитов, возрастанию сигнала контрольного опыта, повышению вероятности внесения неконтролируемых загрязнений, что ухудшает пределы обнаружения и ограничивает возможности методов ИСП-МС и ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Электротермическое испарение (ЭТИ) это альтернативный высокоэффективный способ введения проб в ИСП. Этот способ введения проб основан на испарении материала проб с нагреваемой подложки (как правило, это графитовая кювета). При использовании ЭТИ не требуется значительного разбавления пробы, а для анализа достаточно 10-50 мкл образца. Целью работы была оценка аналитических возможностей методов ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Показаны преимущества и ограничения использования ЭТИ при анализе высокочистых кадмия, молибдена, вольфрама, оксида германия. Выбраны инструментальные параметры ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа. Изучено поступление аналитов и элементов основы проб в ИСП