

# ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ В КОНТРОЛЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ЦИКЛА ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТЫХ ОКСИДОВ – ПРЕКУРСОРОВ ДЛЯ СИНТЕЗА СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ КРИСТАЛЛОВ

*Н.И. Петрова, А.И. Сапрыкин*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения РАН  
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 3  
[petrova@niic.nsc.ru](mailto:petrova@niic.nsc.ru)

Высокочистые оксиды висмута ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) и молибдена ( $\text{MoO}_3$ ) являются исходным сырьем для синтеза монокристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ,  $\text{CdMoO}_4$ ,  $\text{CaMoO}_4$ ,  $\text{MgMoO}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{MoO}_4$ ,  $\text{ZnMoO}_4$ , которые используются в качестве сцинтилляционных детекторов в медицине (позитронно-эмиссионные томографы) и в физике высоких энергий. Улучшение функциональных свойств кристаллов-сцинтилляторов связывают, прежде всего, с повышением степени чистоты используемых оксидов – прекурсоров. Развитие технологий очистки висмута и оксида молибдена возможно при наличии оперативного контроля качества получаемого металла и оксидов, что стимулирует разработку и совершенствование методик анализа этих материалов на примесный состав.

Включенные в ГОСТ методики прямого атомно-эмиссионного спектрального анализа висмута, его оксида и оксида молибдена с возбуждением спектров в дуге постоянного тока (АЭС-ДПТ) характеризуются относительно высокими пределами обнаружения примесей ( $10^{-5}$  –  $10^{-2}\%$  мас.). Комбинированные методики АЭС-ДПТ анализа этих объектов, включающие стадию концентрирования примесей отгонкой основы в виде летучих галогенидов, обеспечивают более низкие пределы обнаружения  $10^{-8}$  –  $10^{-6}\%$  мас., но трудоемки, что осложняет их использование для оперативного аналитического контроля технологий их получения.

Цель настоящей работы – разработка методик прямого атомно-абсорбционного спектрального с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА) анализа высокочистого висмута, оксидов висмута и молибдена на содержание технологически важных примесей (т.е. элементов, влияющих на функциональные свойства монокристаллов и трудноудаляемых в технологии получения этих материалов) для выполнения оперативного аналитического сопровождения технологий их глубокой очистки.

В работе исследованы условия микроволнового, кислотного разложения проб висмута, его оксида и оксида молибдена. Изучено влияние молибдена и висмута на аналитические сигналы элементов-примесей, что позволило проводить их ААС-ЭТА определение по растворам сравнения, не содержащим основу. Выбраны и оптимизированы температурно-временные программы и степень разбавления анализируемых растворов для прямого ААС-ЭТА определения Ag, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Te в висмуте, его оксиде и Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb в оксиде молибдена.

На основании проведенных исследований разработаны:

– методика ААС-ЭТА определения примесей Ag, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Te в висмуте и его оксиде с пределами обнаружения –  $2 \cdot 10^{-7}$  –  $2 \cdot 10^{-5}\%$  мас.;

– методика ААС-ЭТА определения примесей Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb в оксиде молибдена с пределами обнаружения –  $4 \cdot 10^{-7}$  –  $7 \cdot 10^{-6}\%$  мас..

Правильность результатов, полученных по разработанным методикам, проверена методом «введено – найдено» и сопоставлением с данными независимых АЭС-ДПТ методик анализа.