

ПРЯМОЙ АНАЛИЗ ТУГОПЛАВКИХ КЕРАМИК МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ДУГОВЫМ ИСТОЧНИКОМ ВОЗБУЖДЕНИЯ

В.И. Отмахов, Н.В. Варламова, Е.В. Петрова

Томский государственный университет 634050 Томск, пр. Ленина,36

E-mail otmahov2004@mail.ru

Производство тугоплавких керамических материалов нуждается в экспрессных и высокоточных методах аналитического контроля, обеспеченных современными средствами измерений. Поскольку стадия вскрытия пробы длительна, требует специального оборудования, сопровождается потерями элементов и загрязнением раствора аналита, в работе предпочтение отдано методу атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) с дуговым источником возбуждения и многоканальным анализатором эмиссионных спектров (МАЭС), позволяющему контролировать широкий ряд регламентируемых и случайных примесей.

Трудность прямого спектрального анализа тугоплавких керамик (кварцевая, циркониевая, титановая, корундовая) обусловлена разной природой матричного оксида, наличием в них оксидов элементов разной летучести, приводящим к явлениям фракционного испарения и неравномерного парообразования, отсутствием подходящих стандартных образцов (СО).

Пробоподготовка таких образцов состоит в смешивании тонко измельченной пробы со спектроскопическим буфером. При этом нет единого мнения относительно его состава, степени разбавления им проб, подбираемых эмпирически без учета характера влияния матричного оксида на условия испарения и возбуждения примесей.

Для оптимизации условий проведения спектрального анализа тугоплавких керамик путем правильного выбора состава буфера и степени разбавления им проб нами предложен способ модернизации карт Шухарта. Он заключается в замене значений, откладываемых по оси абсцисс, которые при построении карт Шухарта определялись временным диапазоном проводимых процедур, логарифмом степени разбавления, который соответствует показателю концентрации (ρ) контролируемого элемента. Ось ординат остается без изменений и, также как в картах Шухарта, показывает отклонение от нормы погрешности, давая возможность экспрессно реагировать на результаты, выходящие из зон предупреждения (2σ -интервал) и действия (3σ -интервал). Подобного рода модернизация возможна при наличии аттестованных значений содержания примесей в исследуемых материалах (или известных по способу приготовления), а также при известной либо заданной погрешности проведения аналитического контроля тем или иным методом. Данный способ был применен нами при исследовании циркониевой, кварцевой, титановой и корундовой керамик.

Спектры модельных и стандартных образцов керамик с различной степенью разбавления буфером регистрировали на спектрометре ДФС-452 с МАЭС. С помощью градуировочных характеристик устанавливали содержание оксидов контролируемых элементов (X), их относительное стандартное отклонение (S_r) и сходимость полученных результатов ($\Delta X = X_{\text{введ}} - X_{\text{найд}}$). Строили зависимости $\Delta X = f(\lg K)$ и $S_r = f(\lg K)$, позволяющие выбрать не только оптимальную степень разбавления проб, но также состав буфера и концентрацию в нем носителя, обеспечивающие удовлетворительную прецизионность результатов анализа с заданной погрешностью.