

ОПТИКО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ (ИСП-ОЭС)



Оптико-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500.

Элементный анализ высокочистого кварцевого концентрата на ИСП-ОЭС спектрометре Plasma 3500

Лариса Симбирятина, Андрей Киселев, ООО «Шелтек Групп».

Введение

Кварц – это один из самых распространенных минералов в земной коре, породообразующий минерал большинства магматических и метаморфических пород. Свободное содержание в земной коре — 12%.

В России есть и уникальные источники природного кварца. Так в одном из регионов России находится месторождение гранулированного кварца, которое было введено в эксплуатацию в 1960-х годах и эксплуатируется уже более 50 лет. Основным источником высокочистого кварцевого концентрата является уникальный объект на территории этого месторождения — жила, содержащая природный кварц с редким сочетанием свойств: большой запас кварцевой руды, полностью подготовленной к добыче; неповторимые свойства кварца — минимальное содержание бора и фосфора, низкое содержание алюминия, щелочных металлов, меди, никеля, хрома, железа. Содержание примесей в сортах RQ-2K/1K не превышает 10 ppm.

Такие характеристики позволяют использовать кварц из этой жилы во всех областях применения, где требуются изделия из кварцевого стекла.

Сферы применения высокочистого кварцевого концентрата (ВКК) разнообразны: для светотехнической промышленности, в фотоэлектрической промышленности ВКК используется для производства тиглей для «солнечной» энергетики, а также в оптической промышленности (телескопы, гироскопы, тепловизоры, микроскопы, объективы).

Представленная работа демонстрирует возможности атомно-эмиссионного спектрометра **Plasma 3500** (NCS Testing Technology Co., Ltd) для элементного анализа высокочистого кварцевого концентрата. Plasma 3500 создан для количественного элементного анализа методом ИСП-ОЭС – метрологические характеристики прибора достаточны для большинства практических задач.

Спектрометр работает в широком спектральном диапазоне длин волн от 160 до 1000 нм и обеспечивает высокую линейность и низкий фон благодаря двойному обзору плазмы, вертикальной горелке и охлаждаемому конусу для устранения «холодной» оконечности плазмы. Эффективный и компактный полупроводниковый радиочастотный генератор с автоматическим согласованием обеспечивает аналитическую точность и долговременную стабильность.

Эшелле-полихроматор обеспечивает разделение спектральных линий в широком диапазоне длин волн, весь спектр регистрируется одновременно CCD детектором большой площади.

Программное обеспечение на русском языке предоставляет пользователю все необходимые функции и настройки для простой разработки метода анализа. Обширная библиотека длин волн с подсказками по возможным спектральным наложениям других элементов.



ООО "Шелтек Групп"

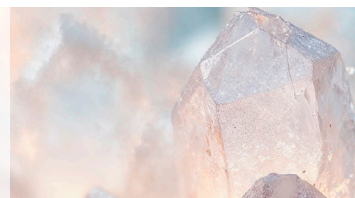
Москва, Ленинский проспект, 38А

+7 (495) 935 8888

<http://scheltec.group>

info@scheltec.ru

info@scheltec.group



Экспериментальная часть

Пробоподготовка

Пробоподготовка образцов ВКК заключалась в следующем: навески массой по 5 г помещают в полипропиленовый сосуд и растворяют в смеси 5 см³ фтористоводородной кислоты (HF) и 1 см³ азотной кислоты (1:1). Сосуд помещают в термоблок и упаривают раствор до «влажных солей» в течение 18-20 часов. При этом избавляются от кремниевой матрицы и концентрируют раствор примесей, который растворяют в 5 см³ азотной кислоты (1:1) и разбавляют деионизированной водой до 25 см³. Одновременно с подготовкой проб в тех же условиях проводят не менее двух контрольных («холостых») опытов для внесения поправки в результаты анализа на чистоту реактивов.

Оборудование и условия измерения

Все измерения проводились на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500, условия работы на приборе приведены в *таблицу 1*.

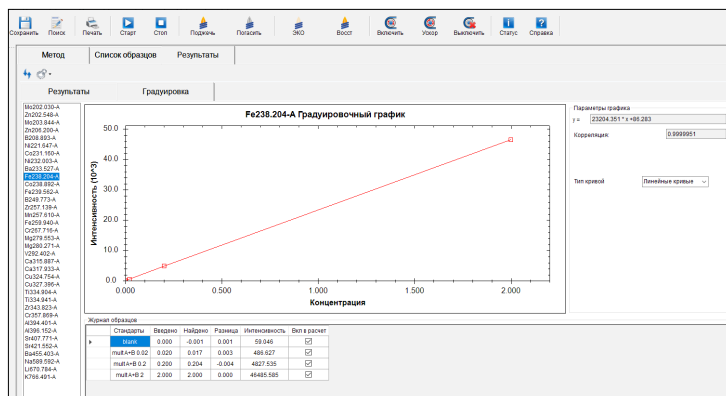
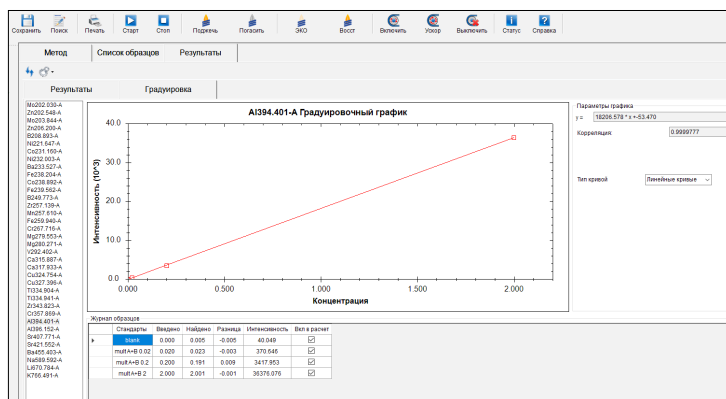
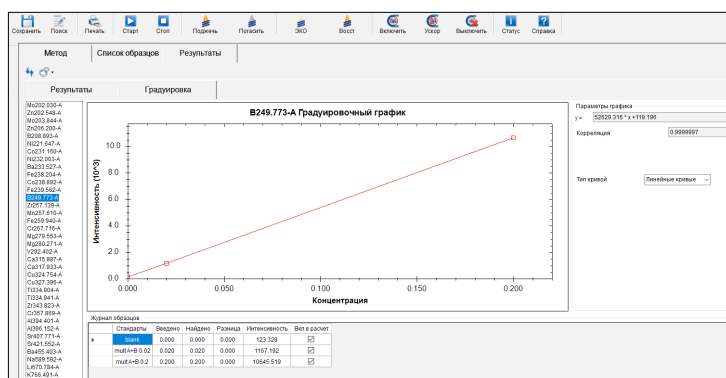
Использовался концентрический распылитель типа Meinhard со стеклянной циклонной распылительной камерой, кварцевая горелка с кварцевым инжектором с внутренним диаметром 2 мм. Эти же растворы были проанализированы на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Avio 550 (PerkinElmer).

Градуировочные растворы были приготовлены из многоэлементных коммерческих стандартных растворов, разбавленных азотной кислотой (1:10) для достижения концентраций элементов, указанных в *таблице 2*. В качестве бланка (нулевой раствор) использовался раствор азотной кислоты (1:10).

При подготовке анализируемых растворов проб и градуировочных растворов использовались кислоты квалификации ОСЧ и деионизированная вода.

Так как градуировка проводилась по многоэлементным стандартным растворам, то процесс градуировки занял непродолжительное время. Коэффициент корреляции отображается в окне градуировки и составлял не менее 0,9999 по всем элементам.

Для наглядности ниже приведены градуировочные графики для некоторых элементов:

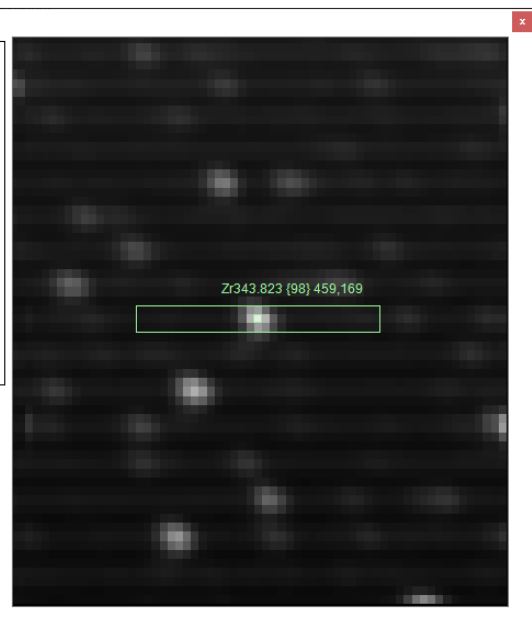
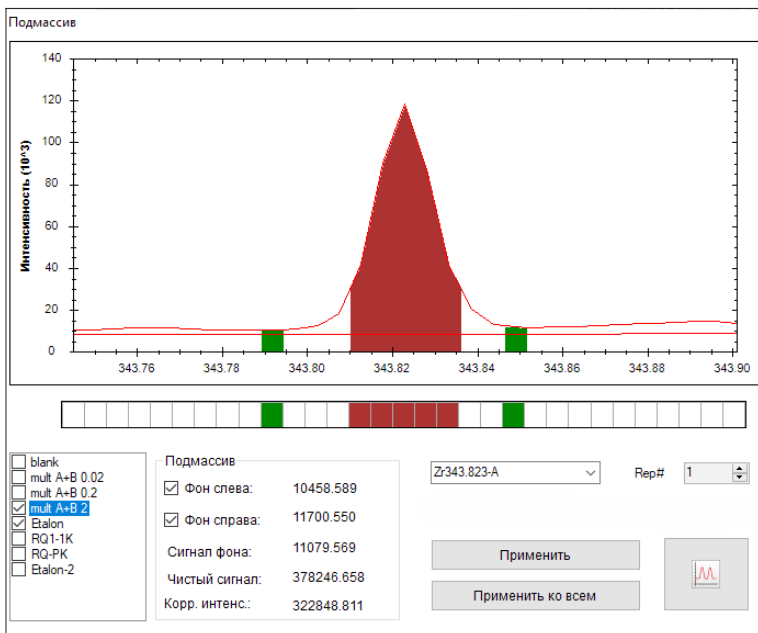
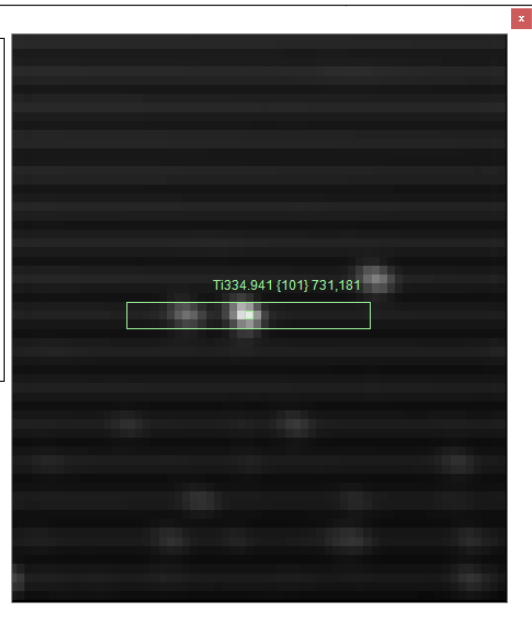
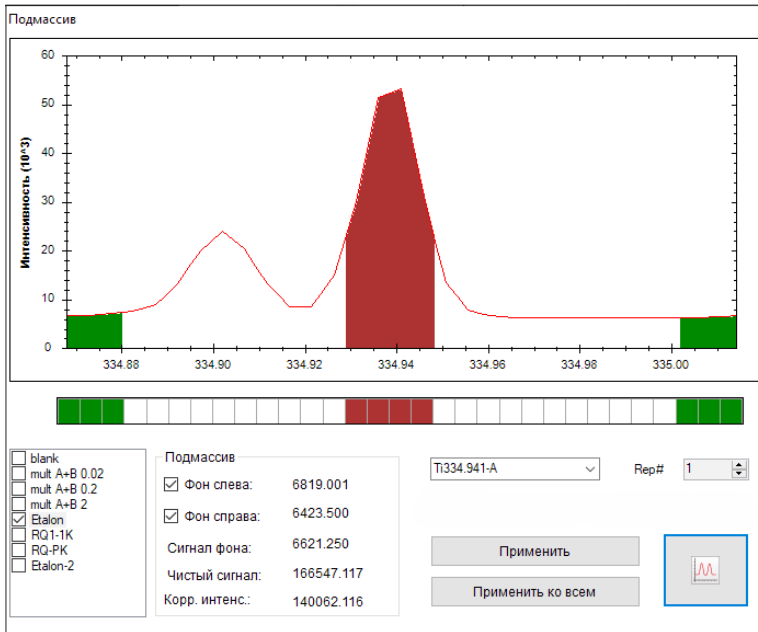
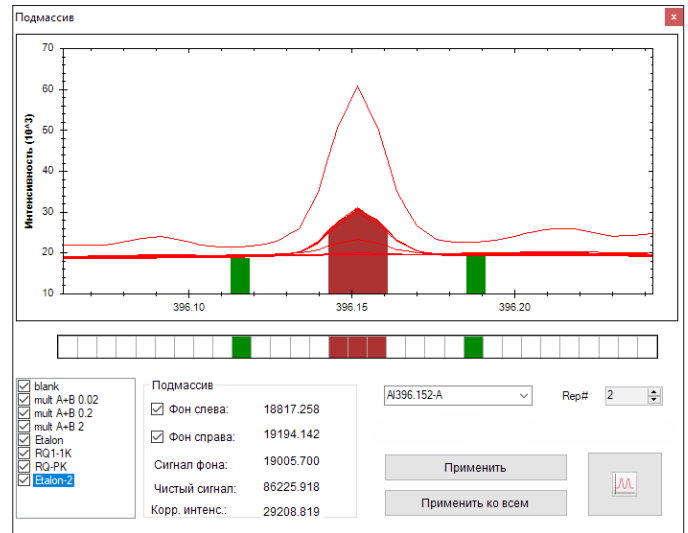
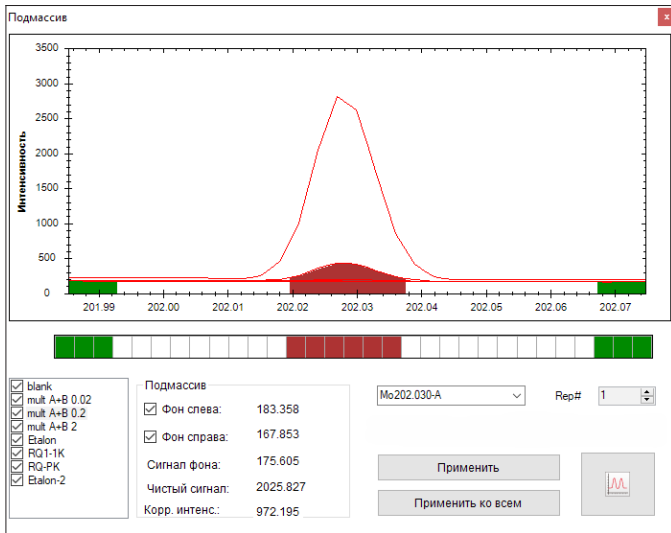


Параметр	Значение
Распылитель	Распылитель Meinhard®
Распылительная камера	Стеклянная циклонная
Скорость подачи пробы, об/мин	20
Мощность РЧ-генератора, Ватт	1200
Подача газа распылителя, л/мин	0.6
Подача вспомогательного газа, л/мин	0.2
Подача газа плазмы, л/мин	12
Наблюдение плазмы	Аксиальное
Время интегрирования	3 сек

Таблица 1. Параметры ИСП-ОЭС Plasma 3500.

Элемент	Стд.№1	Стд.№2	Стд.№3
Al	0,02	0,2	2,0
B	0,02	0,2	
Ba	0,02	0,2	2,0
Ca	0,02	0,2	2,0
Co	0,02	0,2	2,0
Cr	0,02	0,2	2,0
Cu	0,02	0,2	2,0
Fe	0,02	0,2	2,0
K	0,02	0,2	2,0
Li	0,02	0,2	2,0
Mg	0,02	0,2	2,0
Mn	0,02	0,2	2,0
Mo	0,02	0,2	2,0
Na	0,02	0,2	2,0
Ni	0,02	0,2	2,0
Sr	0,02	0,2	2,0
Ti	0,02	0,2	2,0
V	0,02	0,2	2,0
Zn	0,02	0,2	2,0
Zr	0,02	0,2	2,0

Таблица 2. Концентрации элементов в градуировочных растворах в мг/дм³



Программное обеспечение позволяет оценивать и корректировать положение выбранной спектральной линии на эшеллограмме.

Результаты определения концентраций элементов в образцах RQ-1K /20 (эталон) и в RQ-1K /23 на спектрометрах Plasma 3500 и Avio 550 приведены в *таблице 3*.

ЭЛЕМЕНТ	Длина волны, нм	RQ-1K /20 (эталон)		RQ-1K /23	
		Результат измерения массовой доли элементов на спектрометре Plasma 3500, ppm	Результат измерения массовой доли элементов на спектрометре Avio 550, ppm	Результат измерения массовой доли элементов на спектрометре Plasma 3500, ppm	Результат измерения массовой доли элементов на спектрометре Avio 550, ppm
Al	394,401	2,77	2,82	2,585	2,63
	396,153	3,09	2,88	2,845	2,815
B	208,889	0,100	0,101	0,077	0,087
	249,772	0,080	0,095	0,083	0,0885
Ba	233,527	0,009	0,008	0,008	0,00775
	455,403	0,009	0,009	0,0075	0,00785
Ca	315,887	0,07	0,11	0,11	0,13
	317,933	0,07	0,11	0,10	0,125
Co	231,160	<0,001	0,0004	0,002	0,001
Cr	267,716	0,001	0,0022	0,0015	0,0021
Cu	324,752	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Fe	238,204	0,071	0,056	0,067	0,062
	239,562	0,069	0,056	0,066	0,061
Li	766,490	0,23	0,26	0,185	0,225
K	670,784	0,032	0,038	0,023	0,021
Mg	279,553	0,055	0,055	0,010	0,010
	280,271	0,054	0,057	0,010	0,011
Mn	257,610	0,0010	0,0013	0,002	0,002
Mo	202,031	<0,001	<0,001	0,0008	0,0010
Na	589,592	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Ni	221,648	<0,001	<0,001	0,002	0,001
Sr	407,771	0,14	0,14	0,014	0,015
Ti	334,903	2,7	2,6	2,5	2,4
V	292,402	0,0033	<0,001	0,004	0,001
Zn	202,548	0,004	<0,001	0,0030	0,0030
Zr	257,139	0,0010	0,0025	0,0020	0,0040
	343,823	0,0030	0,0025	0,0030	0,0030

Таблица 3. Результаты измерений

Выводы

Представленная работа продемонстрировала способность спектрометра Plasma 3500 успешно измерять содержание примесей в высокочистом кварцевом концентрате, концентрация которых в сортах RQ-2K/1K не превышает 10 ppm. Полученные результаты отлично коррелируют с результатами, полученными на ИСП-ОЭС спектрометре Avio 550 от ведущего мирового производителя аналитического оборудования PerkinElmer.