

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ЭТАЛОННЫХ ОБРАЗЦАХ ГАЛЛИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

*А.Н. Кулик, А.Н. Бугай, Ю.В. Рогульский, О.Б. Лысенко\**

*Институт прикладной физики НАН Украины, ул. Петропавловская, 58,  
г. Сумы, 40030*

*E-mail: [caine@ipflab.sumy.ua](mailto:caine@ipflab.sumy.ua), [alex\\_bug@ipflab.sumy.ua](mailto:alex_bug@ipflab.sumy.ua), [rogulsky@pochta.ru](mailto:rogulsky@pochta.ru)*

*\*Сумский государственный университет, ул. Р.-Корсакова, 2, г. Сумы,  
40007*

*Предложена методика пробоподготовки металлического галлия для метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Представлены результаты измерений содержания восьми следовых элементов в стандартных образцах галлия.*

### ВВЕДЕНИЕ

Обладая уникальными свойствами, галлий долгое время не находил широкого применения вследствие малого содержания в земной коре ( $1,5 \cdot 10^{-3} \%$ ) и ложного представления о токсичности. Научно-технический прогресс позволил снять эти преграды, и теперь галлий используют повсеместно, замещая ртуть в термометрах, лампах, зеркалах, вакуумных насосах, зубных пломбах; для изменения свойства стекла и полупроводников; применяется при лечении онкологических заболеваний, в термоэлементах для солнечных батарей, лазерах, а также рассматривается как потенциальный теплоноситель в атомных реакторах и детектор для нейтрино [1-6].

Галлий относится к рассеянным элементам. В количествах, соответствующих сотым долям процента, он содержится в алюминиевых, цинковых, медных и др. рудах. Обычно его получают из отходов металлургического производства, что приводит к наличию сопутствующих примесей. К тому же жидкий галлий (температура плавления 302,95 К) активно взаимодействует с большинством металлов, образуя сплавы и интерметаллические соединения. Подобные особенности требуют контроля содержания следовых элементов в основной массе металла. Наиболее доступным и подходящим для этого методом является атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС), так как, например, электронная микроскопия или рентген-флуоресцентный анализ недостаточно чувствительны, чтобы выполнить поставленную задачу, а применение техники с индуктивносвязанной плазмой менее выгодно по экономическим соображениям.

Цель данной работы – разработка методики определения содержания элементов Al, Cu, Fe, Mg, Ni, Si, Pb, Zn в отраслевых стандартных образцах состава галлия ОСО-1 и ОСО-2, предоставленных для исследования Государственным НИИ “Институт титана” г. Запорожье.

### ЭКСПЕРИМЕНТ И РЕЗУЛЬТАТЫ

Измерения проводились на двухлучевом атомно-абсорбционном спектрометре С115-М1, оснащенный приставкой для электротермического анализа “Графит-2” (комплекс КАС-120.1 [7] производства ОАО “СЕЛМИ”, Украина). Использовались печи производства фирмы “LEG”, г. Харьков (стандартные), а также фирмы “Karl Zeiss Jenna” (“KZJ”) [8]. Источником характеристического излучения измеряемых элементов служили лампы с полым катодом ЛТ-2. Влияние неселективного поглощения света устранялось с помощью дейтериевого корректора фона.

Методика приготовления проб из ОСО-1 и ОСО-2 заключалась в следующих операциях: а) галлий нагревался до температуры плавления; б) дозатором отбирались капли металла, взвешивались на аналитических весах марки АДВ-200М и перемещались в отдельные мерные пробирки; в) добавлялось в каждую из пробирок по 1 мл концентрированной азотной кислоты и объем раствора доводился бидистиллятом до метки 5 мл; г) производилась обработка ультразвуком (300 с) посредством прибора УЗДН-А (“СЕЛМИ”); д) диспергированная смесь отстаивалась до полного растворения; е) полученный прозрачный раствор нитрата галлия (+3) разбавлялся бидистиллятом до объема 10 мл.

Анализ проводился согласно общепринятым методическим рекомендациям [9, 10]. Элементы Al, Cu, Mg, Pb, Si, Zn определялись по основным, наиболее чувствительным (1:1) резонансным линиям с длиной волны характеристического излучения 309,3; 324,7; 285,2; 283,3; 251,6; 213,9 нм соответственно. А для Fe и Ni были выбраны стабильные альтернативные аналитические линии 372,0 (1:3) и 341,5 (1:5) нм. Спектральная ширина щели задавалась 0,4 нм, кроме случаев с Fe и Zn, где было 1,0 нм.

Градуировочные растворы готовились на базе государственных стандартных образцов растворов металлов (ГСОРМ): ПК-1 (Al, Cu); ГСОРМ-23 (Pb, Zn); ГСОРМ-24 (Fe, Ni); ГСОРМ-25 (Mg) и специально приготовленного самостоятельно стандартного образца Si согласно ГОСТ 84212-76. Градуировка проводилась по трем растворам с концентрациями в мг/л:

- 0 – 0,05 – 0,1 (Al, Cu, Ni, Pb);
- 0 – 1,5 – 3 (Fe);
- 0 – 0,01 – 0,02 (Mg);
- 0 – 1 – 2 (Si);
- 0 – 0,025 – 0,05 (Zn).

Растворы вносились в печь микродозатором МД-10, за исключением случая с никелем (МД-20), что соответствовало объемам пробы 10 и 20 мкл.

Термическая программа атомизатора состояла из стандартных шагов: высушивания жидкости при 360–380 К в течение 40 с и 20 с озоления при 770 К (Pb, Zn), 1070 К (Si), 1270 К (Al, Cu, Fe, Mg, Ni) с продувкой аргоном 0,007 м<sup>3</sup> / ч; атомизации при 2070 (Pb, Zn), 2270 (Mg), 2570 (Cu, Fe), 2670 (Al), 2770 (Si), 2870 (Ni) К на протяжении 5 с в режиме “газ–стоп” и последующего отжига печи (~ 3000 К) с включенным потоком защитного газа.

Атомно-абсорбционный сигнал сканировался с шагом 0.016 с и обрабатывался компьютером. Результаты вычислялись усреднением трех параллельных измеренных значений. Для каждого определяемого элемента получалось по пять результатов измерений с относительным среднеквадратическим отклонением не более 15%, которые далее усреднялись согласно ГОСТ 8.532-202. Полученные данные приводятся в таблице.

Таблица 1 – Содержание следовых элементов в стандартных образцах галлия, мг/кг

	Al	Cu	Fe	Mg	Ni	Pb	Si*	Zn
ОСО-1	1,84±0,07	11,8±0,1	60,2±1,3	1,05±0,03	1,75±0,09	19,4±0,1	75,9±2,2	1,13±0,05
ОСО-2	1,37±0,20	1,64±0,06	69,3±1,1	1,35±0,03	3,72±0,15	7,93±0,1	33,5±4,4	5,48±0,17
* элемент атомизировался в графитовых печах “KZJ”								

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из результатов выполненной работы вытекает вывод, что предоставленный для анализа галлий практически избавлен от измеренных примесей и может использоваться не только в качестве стандартных образцов, но также, например, в установках для получения сверхвысоких давлений или легирующей присадкой к германию и кремнию, где требуемая чистота близка к 99,99%.

## SUMMARY

### DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS CONTENT IN ETALON SAMPLES OF GALLIUM BY THE ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

*Kulik A.N., Bugay A.N., Rogulskiy Yu., Lysenko O.B.\**

*Institute of Applied Physics, National Academy of Sciences of Ukraine*

*\*Sumy State University*

*The technique of sample preparation of metallic gallium for atomic absorption spectrometry is proposed. Results of measurements of the content of eight trace elements in branch standard samples of gallium are presented.*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Филянд М.А., Семенова Е.И. Свойства редких металлов: Справочник. – М.: Металлургиздат, 1964. – 912 с.
2. Справочник по редким металлам / Под ред. В.Е. Плющева / Пер. с англ. – М.: Мир, 1965. – 948 с.
3. Популярная библиотека химических элементов / Ред. И.В. Петрянов-Соколов. – М.: Наука, 1977. – 1086 с.
4. <http://wikipedia.org>
5. <http://www.chemistry.narod.ru/tablici/Elementi/GA.HTM>
6. <http://www.krugisvet.ru/articles/118/1011821/1011821a1.htm>
7. Заводская лаборатория. – 1993. – Т. 59. – № 11. – С. 65.
8. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогольский Ю.В., Лысенко О.Б. Исследование износоустойчивости графитовых печей атомно-абсорбционного спектрометра посредством ванадиевого теста // Вісник Сумського державного університету. – 2004. – № 8. – С. 89-95.
9. Атомно-абсорбционная спектроскопия: Методические рекомендации. – Сумы: ПО “Електрон”, ЦЕЛ, 1994. – 36 с.
10. Хавезов И., Цалев Д. Атомно-абсорбционная спектроскопия. – Л.: Химия, 1983. – 144 с.

**А.Н. Кулик**, младший научный сотрудник  
ИПФ НАНУ, г. Сумы;

**А.Н. Бугай**, канд. физ.-мат. наук, старший  
научный сотрудник ИПФ НАНУ, г. Сумы;

**Ю.В. Рогольский**, канд. физ.-мат. наук,  
старший научный сотрудник ИПФ НАНУ,  
г. Сумы;

**О.Б. Лысенко**, канд. физ.-мат. наук, доцент  
СумГУ

*Поступила в редакцию 25 мая 2007 г.*