

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АЭС-ИСП С ГРАДУИРОВКОЙ ПО ОТНОШЕНИЯМ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДЛЯ АНАЛИЗА ГЕОЛОГИЧЕСКИХ И ТЕХНИЧЕСКИХ  
МАТЕРИАЛОВ, РУД И КОНЦЕНТРАТОВ**

Каримова Т.А.<sup>1</sup>, Бухбиндер Г.Л.<sup>2</sup>, Качин С.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

<sup>2</sup>Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия  
*malaeva.tatyana@bk.ru*

**DOI: 10.26902/ASFE-11\_25**

Градуировка по отношениям концентраций обладает значительным потенциалом повышения точности результатов анализа геологических материалов с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Для подготовки образцов к анализу предложены 2 схемы: разложение в смеси кислот HCl, HNO<sub>3</sub>, HF (и H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) и сплавление с LiOH. Растворение в смеси кислот осуществляли в системе подготовки проб HotBlock 200, оснащенной тефлоновыми пробирками-автоклавами вместимостью 55 см<sup>3</sup>. Сплавление образцов с LiOH выполняли в серебряных тиглях при температуре 670-820°C. Такой прием обеспечивает полный перевод в раствор соляной кислоты геологических материалов, руд, концентратов, огнеупоров и других технических материалов. Для градуировки спектрометра iCAP 7400 Duo использовали ГСО состава горных пород и руд, оксиды кальция и кремния, карбонильное железо.

Для анализа образцов железорудного сырья при расчете содержаний компонентов предложены формулы 1 – для учета кислорода, необходимого для окисления закиси железа в оксид железа, и 2, так как железо представлено в виде суммы FeO и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{Fe_2O_3изм}} + \frac{C_{CaO}}{C_{Fe_2O_3изм}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{Fe_2O_3изм}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.} + 0,111 \cdot C_{FeO}}{C_{Fe_2O_3изм}} - 1 \quad (1)$$

$$C_{Fe_2O_3пр} = (C_{Fe_2O_3изм} \cdot 0,6994 - C_{FeO} \cdot 0,7773) \cdot 1,4299 \quad (2)$$

где  $C_{Fe_2O_3пр}$  – содержание оксида железа (III) в пробе,  $C_{Fe_2O_3изм}$  – общее содержание железа в виде оксида железа (III), измеренное на спектрометре,  $C_{FeO}$  – содержание оксида железа (II), определенное титриметрически.

При анализе геологических материалов с содержанием SiO<sub>2</sub> более 20% предложена формула для расчета содержаний компонентов:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{SiO_2}} + \frac{C_{CaO}}{C_{SiO_2}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{SiO_2}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{SiO_2}} - 1 \quad (3)$$

Для анализа образцов, содержащих менее 20% SiO<sub>2</sub> и более 20% CaO в качестве основного компонента рассмотрена возможность использования оксида кальция. В этом случае для расчета содержаний элементов предложена формула:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{CaO}} + \frac{C_{Fe_2O_3}}{C_{CaO}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{CaO}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{CaO}} - 1 \quad (4)$$

Выполнено сравнение повторяемости и промежуточной прецизионности при использовании градуировки по отношениям концентраций, в абсолютных интенсивностях и с использованием внутреннего стандарта. Градуировка в относительных концентрациях обеспечивает лучшие метрологические характеристики по сравнению с другими вариантами градуировки геологических материалов. Основными факторами такого улучшения являются: исключение погрешности калибровки мерной посуды и погрешности взвешивания навесок анализируемых материалов из суммарной погрешности анализа; измерение больших значений интенсивностей элемента основы; более высокая точность измерения отношения интенсивностей по сравнению с измерением абсолютных интенсивностей.