

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-5-19-27>

ИЗУЧЕНИЕ МАТРИЧНЫХ ПОМЕХ ПРИ ИСП-АЭС ОПРЕДЕЛЕНИИ СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

© Анастасия Анатольевна Белозерова^{1,2*}, Анна Владимировна Майорова^{1,2}, Мария Николаевна Бардина^{1,2}

¹ Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, Россия, 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101; *e-mail: aa_belozerova@mail.ru

² Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, Россия, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

*Статья поступила 30 января 2023 г. Поступила после доработки 15 марта 2023 г.
Принята к публикации 23 марта 2023 г.*

При определении примесных содержаний селена и теллура в металлургических материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой значительное влияние на результаты анализа могут оказывать компоненты основы пробы. Было проведено теоретическое и экспериментальное исследование влияния макрокомпонентов проб металлургических материалов (железо, никель, хром, молибден, кобальт, медь, вольфрам) на определение селена и теллура по различным аналитическим линиям. Для теоретического прогнозирования процессов, протекающих при атомизации анализируемых растворов в аргоновой плазме, было применено термодинамическое моделирование. Установлено, что матричные неспектральные помехи имеют место при определении селена (линии Se I 196,026, Se I 209,980, Se I 203,279, Se I 207,479 нм) в присутствии более 50 мг/дм³ хрома как наиболее легко ионизируемого макрокомпонента и носят ионизационный характер, а в случае теллура матричные неспектральные помехи не наблюдаются. Экспериментально показано, что линии селена и теллура несвободны от спектральных наложений линий макрокомпонентов (железа, никеля, хрома, молибдена, кобальта, меди и вольфрама). Наибольшее влияние на интенсивность ряда исследованных аналитических линий оказывают Cr, Mo, W и Fe. Для снижения пределов обнаружения и повышения надежности ИСП-АЭС определения селена и теллура необходимо использовать процедуру их отделения от компонентов основы пробы.

Ключевые слова: селен; теллур; атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой; термодинамическое моделирование; влияние основы пробы.

STUDY OF MATRIX INTERFERENCE IN THE DETERMINATION OF SELENIUM AND TELLURIUM IN ICP-AES IN METALLURGICAL MATERIALS

© Anastasia A. Belozerova^{1,2*}, Anna V. Mayorova^{1,2}, Maria N. Bardina^{1,2}

¹ Institute of Metallurgy of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 101, ul. Amundsena, Yekaterinburg, 620016, Russia; *e-mail: aa_belozerova@mail.ru

² The first President of Russia B. N. Yeltsin Ural Federal University, 19, ul. Mira, Yekaterinburg, 620002, Russia.

Received January 30, 2023. Revised March 15, 2023. Accepted March 23, 2023.

The content of selenium and tellurium used in steels and alloys as alloying additives is strictly regulated by the current state standards. The methods of analysis used in state standards are often lengthy and laborious and do not provide their simultaneous determination. Development of alternative methods for the determination of selenium and tellurium in metallurgical materials using modern analytical equipment is an urgent goal. The method of atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma (ICP-AES) is widely used in analysis of metallurgical materials. However, the components of the sample base can significantly affect the results of ICP-AES analysis. We present the results of theoretical and experimental study of the effect of the components of the base of samples of metallurgical materials (iron, nickel, chromium, molybdenum, cobalt, copper, tungsten) on the spectral analytical lines of selenium and tellurium. Thermodynamic modeling was used for theoretical prediction of the processes occurring during atomization of the analyzed solutions in argon plasma. It is shown that matrix non-spectral noise on the selenium line is attributed to chromium (at chromium concentrations above 50 mg/dm³), whereas the matrix non-spectral noise on the tellurium line is not observed. It is also shown experimentally that the spectral lines of selenium and tellurium are not free from spectral overlaps attributed to macrocomponents (iron, nickel, chromium, molybdenum, cobalt, copper and tungsten). To reduce the limits of detection and

improve the reliability of ICP-AES determination of selenium and tellurium, it is necessary to separate them from the components of the sample base.

Keywords: selenium; tellurium; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); thermodynamic modeling; matrix effect.

Введение

Селен и теллур используются в черной и цветной металлургии в качестве легирующих добавок, содержание которых может составлять от тысячных до десятых долей процента: селен — для производства нержавеющей стали и тугоплавких металлов, в электролитическом производстве марганца и при производстве аккумуляторов [1], теллур — для легирования стали и чугуна. Присутствие примеси теллура в чугуне и стали уменьшает количество поглощаемого ими азота и приводит к уменьшению размеров зерна в стали, что делает ее более прочной и коррозионностойкой, а также улучшает ее обрабатываемость. В цветной металлургии теллур используют для улучшения обрабатываемости медных сплавов [2].

В настоящее время содержание Se и Te в рудном сырье, сталях и сплавах, применяемых в различных отраслях промышленности и науки, строго регламентируется действующими государственными стандартами. В ГОСТ 13047.25–2002, 13047.23–2014, 32221–2013, 12363–79, 1293.11–83 приведены методики определения Se и Te с применением таких методов, как спектрофотометрия, потенциометрия, электротермическая атомно-абсорбционная спектрометрия. Используемые методики анализа продолжительны и трудоемки, требуют предварительного экстракционного отделения Se и Te от основных компонентов пробы и не позволяют проводить их одновременное определение. Поэтому целесообразно разработать альтернативные, более простые в практической реализации методики одновременного определения Se и Te в металлургических объектах с использованием современного аналитического оборудования.

Многоэлементный метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) характеризуется экспрессностью, простотой градуировки и широким линейным диапазоном определяемых концентраций. Эти достоинства обусловили широкое внедрение метода в практику работы многих аналитических лабораторий, в том числе, в целях анализа исходного сырья и различных металлургических продуктов [3 – 8].

Однако разработка ИСП-АЭС методики определения микропримесей Se и Te в таких многокомпонентных объектах, как рудные и металлургические материалы, является достаточно слож-

ной задачей, так как чувствительность определения этих элементов недостаточна из-за высоких потенциалов возбуждения их спектральных линий [9 – 11], кроме того, у данных аналитов минимальный набор аналитических линий с низкой чувствительностью. При определении селена и теллура в металлургических материалах значительное влияние могут оказывать компоненты матрицы (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, W), которые входят в состав сталей, чугунов, сплавов и др.

В работе [12] для оценки вклада матричных помех от присутствующих в анализируемом растворе макрокомпонентов в интенсивность аналитических линий успешно применен метод термодинамического моделирования (ТДМ), который позволяет прогнозировать термохимические процессы, протекающие в источниках возбуждения спектров при атомно-эмиссионном анализе [13].

Влияние компонентов основы пробы (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, W) на интенсивность эмиссионных линий селена и теллура ранее не оценивали с применением ТДМ. Полученные данные о матричных помехах при ИСП-АЭС определении селена и теллура важны для дальнейшей разработки методики их определения в широком круге металлургических материалов.

Цель данной работы — теоретическое и экспериментальное изучение влияния компонентов основы проб металлургических материалов (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, W) на интенсивность аналитических линий селена и теллура при определении методом ИСП-АЭС.

Экспериментальная часть

Влияние основы пробы (Fe, W, Mo, Cr, Cu, Ni, Co) на интенсивность эмиссионных линий Se и Te изучали при анализе модельных растворов, полученных соответствующим разбавлением дистиллированной водой растворов ионов Fe (III), W (VI), Mo (VI), Cr (III), Cu (II), Ni (II), Co (II) с начальной концентрацией 10 000 мг/дм³. Конечная концентрация Se (IV) и Te (IV) в анализируемом растворе составляла 0,5 мг/дм³ в ходе всего эксперимента, при этом концентрации макрокомпонентов в растворе варьировали в диапазоне от 1 до 200 мг/дм³. Верхняя граница данного диапазона выбрана как максимально возможное содержание матричных элементов в растворе.

В работе использовали атомно-эмиссионный спектрометр Optima 2100 DV (PerkinElmer) с

кварцевой горелкой со следующими параметрами: высокочастотная мощность — 1500 Вт; пробоподающий поток аргона — 0,8 дм³/мин; скорость подачи раствора — 1,5 см³/мин; вспомогательный поток аргона — 0,2 дм³/мин; плазмообразующий поток аргона — 15,0 дм³/мин; способ наблюдения плазмы — радиальный; высота наблюдения — 15 мм; время распыления образца — 40 с; число измерений прибором одной пробы — 2. Распылительная система прибора была устойчива к агрессивному воздействию фтороводородной кислоты.

Рассматривали наиболее интенсивные аналитические линии селена и теллура, которые были выбраны из библиотеки спектрометра: Se I 196,026, Se I 203,980, Se I 206,279, Se I 207,479, Te I 200,202, Te I 208,116, Te I 214,286, Te I 214,725, Te I 238,326 нм. Для измерения эмиссии макрокомпонентов были выбраны следующие аналитические линии: Fe II 238,204, Cr II 267,716, W II 207,912, Mo II 202,031, Ni II 231,604, Co II 228,616, Cu I 327,393 нм.

Градуировку спектрометра для определения микро- и макрокомпонентов проводили отдельно. Растворы для градуировки спектрометра готовили разбавлением ГСО растворов ионов Fe (III), W (VI), Mo (VI), Cr (III), Cu (II), Ni (II), Co (II), Se (IV), Te (IV). Концентрации определяемых элементов в растворах для градуировки представлены в табл. 1.

Обсуждение результатов

Теоретическое изучение неспектральных помех при ИСП-АЭС определении селена и теллура. С использованием программного комплекса Terra для системы (Se или Te)-H₂O-Ar-Me был рассчитан равновесный состав плазмы в отсутствие и в присутствии макрокомпонентов (0–50 мг/дм³). При моделировании термодинамической системы были приняты допущения, подробно описанные в работе [14].

Моделирование систем проводили при следующих операционных параметрах: плазмообразующий поток аргона — 15 дм³/мин, пробоподающий (центральный) поток аргона — 0,8 дм³/мин, вспомогательный поток аргона — 0,2 дм³/мин, скорость подачи раствора — 1,5 см³/мин, эффективность распылительной системы — 2 %. Состав пробы: водный раствор с pH = 0,5, концентрации соляной, азотной и плавиковой кислот равны 1,98, 0,61 и 1,34 моль/дм³ соответственно. Скорости введения водного раствора, соляной, азотной и плавиковой кислот в плазменный разряд составляли (г/мин): Q_{H₂O} = 0,03, Q_{HCl} = 0,00217; Q_{HNO₃} = 0,0015; Q_{HF} = 0,000807. Концентрация аналитов (Se, Te) — 0,5 мг/дм³, скорости их введения — Q_{Se} = 1,5 · 10⁻⁸ г/мин,

Q_{Te} = 1,5 · 10⁻⁸ г/мин; концентрация матричных элементов (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu и W) составляла от 0 до 150 мг/дм³, скорость их введения — от 3,0 · 10⁻⁸ до 4,5 · 10⁻⁶ г/мин.

После установления равновесного состава плазмы рассчитывали интенсивность линий селена и теллура, используя найденные для фиксированных температур концентрации их соответствующих частиц. Интенсивности атомных I_a и ионных I_i линий элементов рассчитывали по уравнению:

$$I_{a(i)} = \frac{h_p \nu_{a(i)} (Ag)_{a(i)}}{Z_{a(i)}(T)} n_{a(i)} \exp\left(-\frac{E_{a(i)}}{kT}\right), \quad (1)$$

где h_p — постоянная Планка, 6,626 · 10⁻³⁴ Дж · с; k — постоянная Больцмана, 1,380 · 10⁻²³ Дж/К; $\nu_{a(i)}$ — частота спектральной линии, с⁻¹; T — температура, К; $n_{a(i)}$ — концентрация атомов (ионов) в плазме, м⁻³; $E_{a(i)}$ — потенциалы возбуждения атомных (ионных) линий; $(Ag)_{a(i)}$ — вероятности переходов и статистические веса возбужденных уровней атомных и ионных линий (табл. 2); $Z_{a(i)}(T)$ — сумма по состояниям атомов (ионов) [14].

Изменение интенсивности наиболее чувствительных спектральных линий аналитов в зависимости от температуры индуктивно-связанной плазмы рассматривали в диапазоне 4000–10 000 К в присутствии или в отсутствие матричных компонентов.

На рис. 1 представлены результаты термодинамического моделирования: равновесный состав системы, объем и количество частиц в плаз-

Таблица 1. Концентрация Se, Te и макрокомпонентов в градуировочных растворах

Table 1. Concentration of Se, Te and macrocomponents in calibration solutions

Элемент	Номер градуировочного раствора		
	1	2	3
Макрокомпоненты, мг/дм³			
Fe (III)	0,5	50,0	100,0
W (VI)	0,5	100,0	50,0
Mo (VI)	50,0	0,5	100,0
Cr (III)	100,0	0,5	50,0
Ni (II)	50,0	100,0	0,5
Cu (II)	100,0	50,0	0,5
Co (II)	0,5	100,0	50,0
Микрокомпоненты, мг/дм³			
Se (IV)	1	0,5	0,25
Te (IV)	0,25	0,5	1

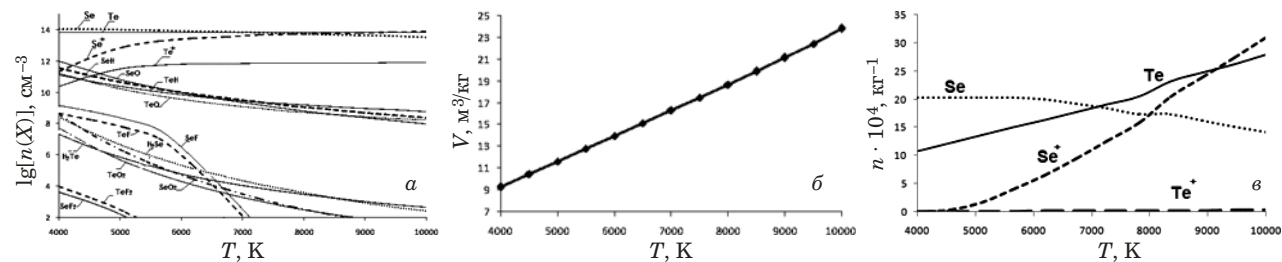


Рис. 1. Зависимость равновесного состава термодинамической системы (а), объема (б) и количества частиц (в) в плазме от равновесной температуры в отсутствие матричных компонентов

Fig. 1. Dependence of the equilibrium composition of a thermodynamic system (a), volume (b), and the number of particles (c) in the plasma on the equilibrium temperature in the absence of matrix components

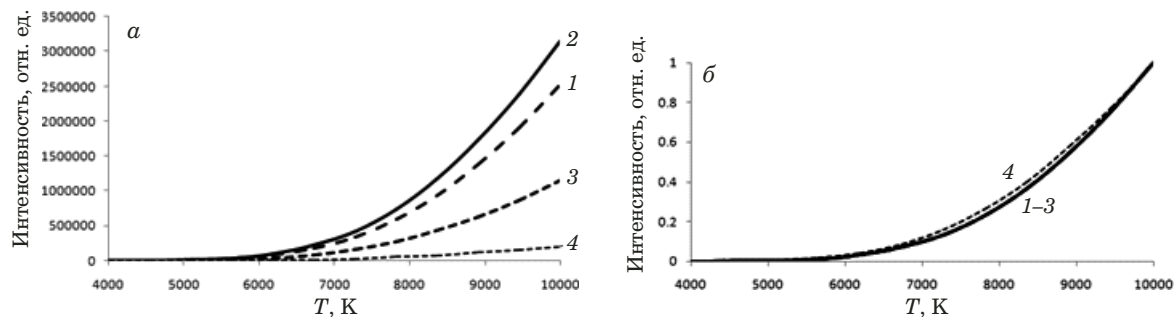


Рис. 2. Зависимость рассчитанной (а) и нормированной (б) интенсивности аналитических линий селена от равновесной температуры плазмы в отсутствие матричных компонентов: 1 — Se I 196,026 нм; 2 — Se I 203,980 нм; 3 — Se I 206,279 нм; 4 — Se I 207,479 нм

Fig. 2. Dependence of the calculated (a) and normalized (b) intensity of the analytical spectral lines of selenium on the equilibrium plasma temperature in the absence of matrix components: 1 — Se I 196.026 nm; 2 — Se I 203.980 nm; 3 — Se I 206.279 nm; 4 — Se I 207.479 nm

ме, полученные в отсутствие матричных компонентов.

Из рис. 1 видно, что концентрация частиц (атомных, ионных) с учетом объема плазмы остается постоянной, что может быть связано с разбавлением и температурным расширением. В области плазмы 4000 – 10 000 К происходит уменьшение концентрации атомов селена за счет про-

цесса его ионизации. Увеличение концентрации атомов теллура в данной температурной области плазмы связано с процессом распада TeO из-за меньшего значения E_{Te} в сравнении с E_{Se} (табл. 3).

На рис. 2, 3 представлены зависимости интенсивности линий аналитов от равновесной температуры плазмы в отсутствие матричных элементов. Значения интенсивности линий нормировали на их интенсивность при $T = 4000$ К.

Таблица 2. Спектральные характеристики аналитических линий селена и теллура

Table 2. Spectral characteristics of Se and Te analytical lines

Аналитическая линия, нм	$(Ag)_{a(i)}$, 10^{-8} c^{-1} [15]	$E_{a(i)}$, эВ [7, 16]
Se I 196,026	10	6,32
203,980	13	6,32
206,279	4,8	6,32
207,479	0,56	5,97
Te I 200,202	6,3	5,78
208,116	5,7	5,78
214,281	5,8	5,78
214,725	5,8	5,78
238,326	8,2	5,78

Таблица 3. Потенциалы ионизации матричных элементов и аналитов [16]

Table 3. Ionization potentials of matrix elements and analytes [16]

Матричный элемент	$E(\text{Mt})$, эВ	Аналит	$E(\text{An})$, эВ
Fe	7,87	Se	9,75
Ni	7,63		
Cr	6,76		
Mo	7,10		
Co	7,86	Te	9,01
Cu	7,724		
W	7,98		

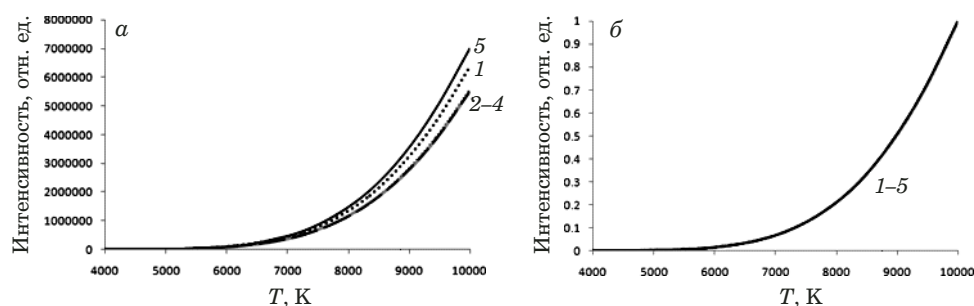


Рис. 3. Зависимость рассчитанной (а) и нормированной (б) интенсивности аналитических спектральных линий теллура от равновесной температуры плазмы в отсутствие матричных компонентов: 1 — Te I 200,202 нм; 2 — Te I 208,116 нм; 3 — Te I 214,281 нм; 4 — Te I 214,725 нм; 5 — Te I 238,326 нм

Fig. 3. Dependence of the calculated (a) and normalized (b) intensity of tellurium analytical spectral lines on the equilibrium plasma temperature in the absence of matrix components: 1 — Te I 200.202 nm; 2 — Te I 208.116 nm; 3 — Te I 214.281 nm; 4 — Te I 214.725 nm, 5 — Te I 238.326 nm

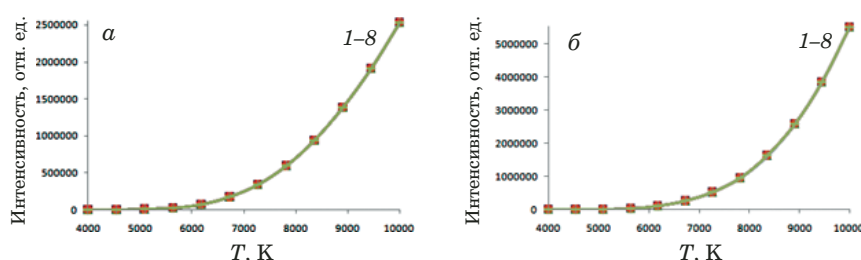


Рис. 4. Зависимость интенсивности линий Se I 196,026 (а) и Te I 214,281 нм (б) от равновесной температуры плазмы: 1 — в отсутствие матричных компонентов; 2 — Fe; 3 — Ni; 4 — Cr; 5 — Mo; 6 — Co; 7 — Cu; 8 — W ($c(\text{Se}, \text{Te}) = 0,5 \text{ мг/дм}^3$, $c(\text{Me}) = 150 \text{ мг/дм}^3$)

Fig. 4. Dependence of the intensity of the spectral lines of Se I 196.026 (a) and Te I 214.281 nm (b) on the equilibrium plasma temperature: 1 — in the absence of matrix components; 2 — Fe; 3 — Ni; 4 — Cr; 5 — Mo; 6 — Co; 7 — Cu; 8 — W ($c(\text{Se}, \text{Te}) = 0.5 \text{ mg/dm}^3$, $c(\text{Me}) = 150 \text{ mg/dm}^3$)

Из рис. 2, 3 видно, что зависимости интенсивности всех изучаемых линий Se и Te от равновесной температуры плазмы имеют схожий вид, и с повышением температуры до 8000 К интенсивность увеличивается. Наиболее интенсивными являются линии Se I 196,026 и Te I 214,281 нм. Данные линии выбраны нами для дальнейших исследований.

На рис. 4 представлены зависимости интенсивности аналитических линий Se I 196,026 нм и Te I 214,281 нм от равновесной температуры плазмы в отсутствие и в присутствии матричных элементов (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu и W) с концентрацией 150 мг/дм³.

Из рис. 4 видно, что интенсивности изучаемых аналитических линий селена и теллура (Se I 196,026, Te I 214,281 нм) одинаковым образом зависят от температуры плазмы, с повышением равновесной температуры от 4000 до 10 000 К их значения увеличиваются.

Степень влияния $\gamma(\text{An})_{\text{Me}}$ матричного элемента Me (Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu и W) на аналитиче-

ский сигнал определяемого элемента An (Se или Te) рассчитывали по формуле:

$$\gamma(\text{An})_{\text{Me}} = \frac{I_i - I_0}{I_0} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где I_0 , I_i — интенсивности линии аналита (Se или Te) в водном растворе и в присутствии матричного элемента соответственно.

Рис. 5, 6 иллюстрируют влияние матричных элементов на интенсивность аналитических линий Se I 196,026 и Te I 214,281 нм.

Из рис. 5, 6 видно, что наблюдается влияние на интенсивность линии селена Se I 196,026 нм, в случае линии теллура Te I 214,281 нм матричные помехи отсутствуют.

В табл. 4 в качестве примера представлена оценка проявления матричных неспектральных помех хрома на сигнал селена (линии 196,026, 209,980, 203,279, 207,479 нм) при температуре плазмы 5000 К.

Из табл. 4 и рис. 5 видно, что в низкотемпературной области плазмы 4000 – 6000 К наблюдается мешающее влияние хрома на интенсивность линий селена (Se I 196,026, Se I 209,980, Se I

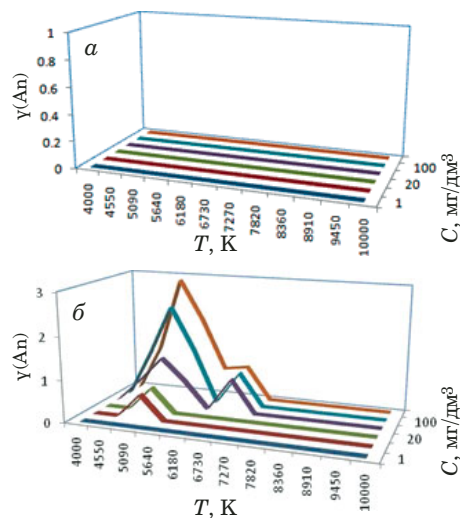


Рис. 5. Влияние матричного элемента на интенсивность линии Se I 196,026 нм: *a* — Fe, Ni, Mo, Co, Cu, W (*c*(Se) = 0,5 мг/дм³); *б* — Cr

Fig. 5. Effect of the matrix element on the intensity of the spectral line of selenium Se I 196.026 nm: *a* — Fe, Ni, Mo, Co, Cu, W (*c*(Se) = 0.5 mg/dm³); *b* — Cr

203,279, Se I 207,479 нм), что может мешать его определению с использованием режима аксиального наблюдения, поскольку регистрируемое излучение поступает из различных температурных зон вдоль факела плазмы. Таким образом, матричное влияние связано с ионизационными помехами, а именно при изменении электронной плотности происходит смещение равновесия ионизации, что приводит к увеличению интенсивности регистрируемого сигнала. Отметим, что в случае теллура (линии Te I 200,202, Te I 208,116, Te I 214,281, Te I 214,725, Te I 238,326 нм) не-спектральных матричных помех не наблюдается.

Экспериментальное изучение спектральных помех при ИСП-АЭС определении селена и теллура. Для исследования влияния элементов основы пробы на аналитический сигнал селена и теллура был приготовлен ряд модельных растворов, содержащих 0,5 мг/дм³ селена или теллура и от 1

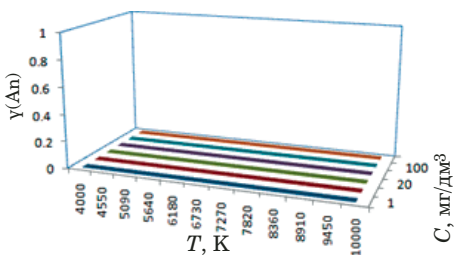


Рис. 6. Влияние Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, W на интенсивность спектральной линии теллура Te I 214,281 нм (*c*(Te) = 0,5 мг/дм³)

Fig. 6. The effect of the matrix elements Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, and W on the intensity of the spectral lines of tellurium Te I 214.281 nm (*c*(Te) = 0.5 mg/dm³)

до 200 мг/дм³ макрокомпонентов — Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu и W.

Проявление матричных помех оценивали с помощью уравнения 2. В данной работе критерием проявления спектральных помех считали увеличение интенсивности линии в присутствии макрокомпонента более чем на 3 %. Если степень проявления матричной помехи составляла меньше 3 %, то влияние считалось незначительным (в используемом ИСП-АЭС спектрометре приемлем разброс значений сигнала до 2 %).

В табл. 5 представлены концентрации матричных элементов, при которых наблюдается их мешающее влияние на аналитический сигнал селена и теллура.

Экспериментально установлено, что аналитические линии Se и Te несвободны от спектральных наложений линий макрокомпонентов. В качестве примера на рис. 7 показано спектральное наложение линий Cr на аналитические линии Se I 196,026 и Te I 214,281 нм. Наибольшее влияние на интенсивность линий Se I 203,980, Te I 200,202, Te I 214,725, Te I 238,326 нм оказывает хром, молибдена — на интенсивность линий Se I 207,479, Te I 214,725, Te I 238,326 нм, вольфрама — Se I 196,026, Se I 206,279, Se I 207,479,

Таблица 4. Оценка проявления мешающего влияния хрома на определение селена при *T* = 5000 К

Table 4. Evaluation of the manifestation of matrix interference from chromium on the spectral lines of selenium at *T* = 5000 K

Раствор	Концентрация Cr в растворе, мг/дм³	Оценка проявления матричной помехи, %			
		Аналитическая спектральная линия, нм			
		196,026	203,980	203,279	207,479
Se (IV)	1	—	—	—	—
в присутствии Cr (III)	10	0,58	0,58	0,58	0,58
	20	0,58	0,58	0,58	0,58
	50	1,15	1,15	1,15	1,15
	100	2,29	2,29	2,29	2,29
	150	2,87	2,87	2,87	2,87

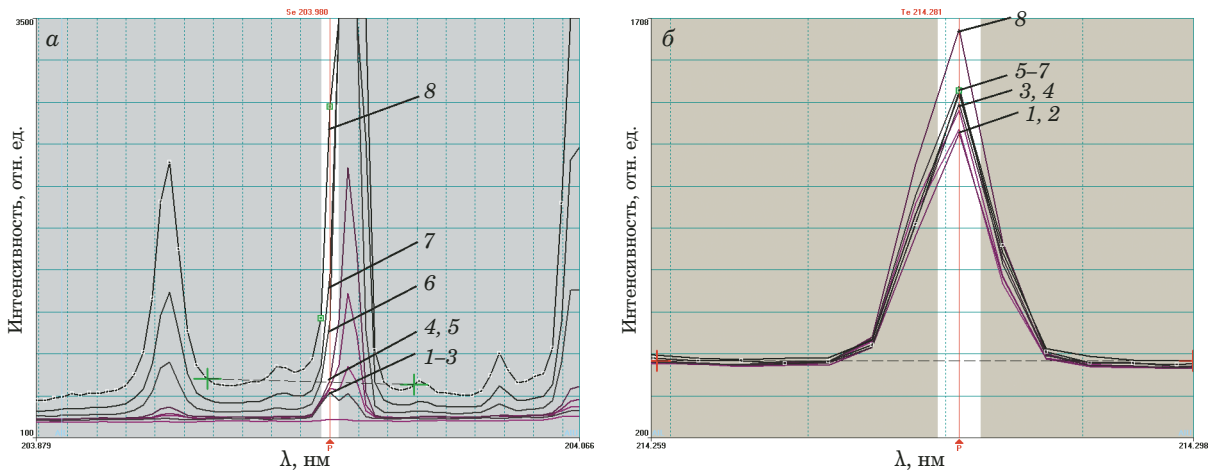


Рис. 7. Спектральный профиль линий Se I 196,026 нм (а) и Te I 241,281 нм (б) в присутствии хрома (мг/дм³): 1 — 0; 2 — 1; 3 — 2; 4 — 5; 5 — 10; 6 — 50; 7 — 100; 8 — 200 (*c*(Se, Te) = 0,5 мг/дм³)

Fig. 7. View of analytical spectral lines Se I 196.026 nm (a) and Te I 241,281 nm (b) in the presence of chrome (mg/dm³): 1 — 0; 2 — 1; 3 — 2; 4 — 5; 5 — 10; 6 — 50; 7 — 100; 8 — 200 (*c*(Se, Te) = 0.5 mg/dm³)

Te I 214,725, Te I 238,326 нм, железо — Te I 238,326 нм.

Заключение

Таким образом, теоретическое и экспериментальное изучение влияния основы пробы на результаты определения селена и теллура методом ИСП-АЭС показало, что прямое определение в материалах с высоким содержанием Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, W невозможно и требуется предварительное отделение аналитов.

В работе [17] нами была предложена процедура осаждения макрокомпонентов при определении селена и теллура методом ИСП-АЭС в металлургических материалах. Было установлено, что использование оксалата и фторида натрия в качестве осадителей приводит к практически полному удалению из анализируемых рас-

творов кобальта, никеля, меди и железа. Введение фтороводородной кислоты в определенном количестве приводит к ингибированию процесса соосаждения селена и теллура при отделении основы пробы.

Разработанная процедура отделения от макрокомпонентов (кобальт, никель, медь, железо, хром, молибден и вольфрам) успешно применяется для последующего ИСП-АЭС определения селена и теллура в металлургических материалах [17].

В результате проведенных исследований с применением ТДМ установлено, что матричные неспектральные помехи имеют место при определении селена по линиям Se I 196,026, Se I 209,980, Se I 203,279, Se I 207,479 нм в присутствии более 50 мг/дм хрома при определении теллура по линиям Te I 200,202, Te I 208,116, Te I 214,281, Te I 214,725, Te I 238,326 нм мешающее

Таблица 5. Минимальные концентрации Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu и W в растворе, при которых наблюдается мешающее влияние на аналитический сигнал селена и теллура

Table 5. Minimum concentrations of Fe, Ni, Cr, Mo, Co, Cu, and W in the solution at which matrix noise is observed both on the selenium and tellurium lines

Аналитическая линия, нм	Концентрация Ме в растворе, мг/дм³						
	Fe	Ni	Cr	Mo	Co	Cu	W
Se I 196,026	200	200	200	200	>200	50	50
Se I 203,980	100	100	10	100	>200	100	100
Se I 206,279	>200	200	200	200	200	100	50
Se I 207,479	200	100	100	50	200	100	50
Te I 214,281	100	100	200	200	>200	50	200
Te I 200,202	100	200	50	100	100	50	100
Te I 208,116	100	200	100	100	200	100	100
Te I 214,725	100	200	10	50	100	50	50
Te I 238,326	10	100	10	10	10	50	10

влияние макрокомпонентов не отмечено. Экспериментально показано, что линии селена и теллура несвободны от спектральных наложений линий макрокомпонентов (железа, никеля, хрома, молибдена, кобальта, меди и вольфрама). Для снижения пределов обнаружения и повышения надежности ИСП-АЭС определения необходимо использовать процедуру отделения селена и теллура от макрокомпонентов.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (проект № 23-23-00138) с использованием оборудования ЦКП «Урал-М».

ЛИТЕРАТУРА

1. **Funari V., Gomes H. I., Coppola D., et al.** Opportunities and threats of selenium supply from nonconventional and low-grade ores: A critical review / *Resour., Conserv. Recycl.* 2021. Vol. 170. P. 1 – 17. 105593. DOI: 10.1016/j.resconrec.2021.105593
2. **Li Z., Qiu F., Tian Q., et al.** Production and recovery of tellurium from metallurgical intermediates and electronic waste-A comprehensive review / *J. Cleaner Prod.* 2022. Vol. 366. 132796. DOI: 10.1016/j.jclepro.2022.132796
3. **Карачевцев Ф. Н., Дворецков Р. М., Николаев Е. В.** Определение РЗМ в алюминиевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / *Труды ВИАМ.* 2022. № 4(110). С. 96 – 107. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-96-107
4. **Дворецков Р. М., Славин А. В., Тихонов М. М., Куко И. С.** Контроль химического состава жаропрочных никелевых сплавов в процессе производства изделий из них по аддитивным технологиям / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2021. Т. 87. № 4. С. 71 – 80. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-4-71-80
5. **Каримова Т. А., Бухбиндер Г. Л., Романов С. Н., Качин С. В.** Анализ железорудного сырья методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2021. Т. 87. № 6. С. 20 – 24. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-6-20-24
6. **Дворецков Р. М., Славин А. В., Летов А. Ф., Карачевцев Ф. Н.** Определение микродобавок редкоземельных металлов и Са, Mg, V, Zr, Hf в никелевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии / *Журн. аналит. химии.* 2020. Т. 75. № 8. С. 682 – 691. DOI: 10.31857/S004445022008006X
7. **Черникова И. И., Фурсова С. С., Ермолаева Т. Н.** Анализ медных сплавов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой и искровым пробой / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2020. Т. 86. № 3. С. 11 – 19. DOI: 10.26896/1028-6861-2020-86-3-11-19
8. **Майорова А. В., Белозерова А. А., Окунева Т. Г., Шуняев К. Ю.** Оптимизация операционных параметров атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой при определении содержания мышьяка и сурьмы / *Журн. аналит. химии.* 2020. Т. 75. № 3. С. 230 – 238. DOI: 10.31857/S0044450220010119
9. **Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Райский С. М. и др.** Таблицы спектральных линий. — М.: Наука, 1977. — 800 с.
10. **Schierle C., Thorne A. P.** Inductively Coupled Plasma Fourier Transform Spectrometry: A Study of Element Spectra and a Table of Inductively Coupled Plasma Lines / *Spectrochim. Acta, Part B.* 1995. Vol. 50. P. 27 – 50. DOI: 10.1016/0584-8547(94)00114-B
11. **Sansonetti J. E., Martin W. C.** Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data / *J. Phys. Chem. Ref. Data.* 2005. Vol. 34. P. 1559 – 2259. DOI: 10.1063/1.1800011

12. **Евдокимова О. В., Печищева Н. В., Шуняев К. Ю.** Выбор условий определения бора в шлаках методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2016. Т. 82. № 8. С. 5 – 12.
13. **Пупышев А. А., Васильева Н. Л.** Использование равновесной термодинамики для изучения термодинамических процессов в дуговых разрядах, применяемых в атомно-эмиссионном спектральном анализе (обзор) / *Аналитика и контроль.* 2022. Т. 26. № 2. С. 88 – 118. DOI: 10.15826/analitika.2022.26.2.003
14. **Пупышев А. А., Данилова Д. А.** Разработка модели термодинамических процессов для метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. Ч. 1. Матричные неспектральные помехи / *Аналитика и контроль.* 2001. Т. 5. № 2. С. 112 – 136.
15. **Corliss C. H., Bozman W. R.** Experimental Transition Probabilities for Spectral Lines of Seventy Elements. — Washington: National Bureau of Standards, 1962. — 592 p.
16. **Kramida A., Ralchenko Yu., Reader J. and NIST ASD Team (2022).** NIST Atomic Spectra Database (version 5.10). <https://physics.nist.gov/asd> (дата обращения 9 января 2023). — Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology. DOI: 10.18434/T4W30F
17. **Майорова А. В., Белозерова А. А., Бардина М. Н.** Процедура осаждения макрокомпонентов при определении селена и теллура в металлургических материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / *Журн. аналит. химии.* 2021. Т. 76. № 8. С. 691 – 700. DOI: 10.31857/S0044450221080107

REFERENCES

1. **Funari V., Gomes H. I., Coppola D., et al.** Opportunities and threats of selenium supply from nonconventional and low-grade ores: A critical review / *Resour., Conserv. Recycl.* 2021. Vol. 170. P. 1 – 17. 105593. DOI: 10.1016/j.resconrec.2021.105593
2. **Li Z., Qiu F., Tian Q., et al.** Production and recovery of tellurium from metallurgical intermediates and electronic waste-A comprehensive review / *J. Cleaner Prod.* 2022. Vol. 366. 132796. DOI: 10.1016/j.jclepro.2022.132796
3. **Karachevtsev F. N., Dvoretzky R. M., Nikolaev E. V.** Determination of rare-earth metals in aluminum alloys by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / *Tr. VIAM.* 2022. N 4(110). P. 96 – 107 [in Russian]. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-96-107
4. **Dvoretzky R. M., Slavin A. V., Tikhonov M. M., Kuko I. S.** Control of the chemical composition of heat-resistant nickel alloys during the production of products from them using additive technologies / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2021. Vol. 87. N 4. P. 71 – 80 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-4-71-80
5. **Karimova T. A., Bukhbinder G. L., Romanov S. N., Kachin S. V.** Analysis of iron ore raw materials by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2021. Vol. 87. N 6. P. 20 – 24 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-6-20-24
6. **Dvoretzky R. M., Slavin A. V., Letov A. F., Karachevtsev F. N.** Determination of Rare-Earth Metals and Ca, Mg, V, Zr, and Hf Microadditives in Nickel Alloys by Atomic Emission Spectrometry / *J. Anal. Chem.* 2020. Vol. 75. N 8. P. 982 – 990. DOI: 10.1134/S1061934820080067
7. **Chernikova I. I., Fursova S. S., Ermolaeva T. N.** Analysis of Copper Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry with Spark Sampling / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2020. Vol. 86. N 3. P. 11 – 19 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2020-86-3-11-19
8. **Maierova A. V., Belozerova A. A., Okuneva T. G., Shunyaev K. Yu.** Optimization of the Operation Parameters of an Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer in the Determination of Arsenic and Antimony Concentrations / *J. Anal. Chem.* 2020. Vol. 75. N 3. P. 304 – 311. DOI: 10.1134/S1061934820010116

9. **Zaidel' A. N., Prokof'ev V. K., Raiskii S. M., et al.** Tables of spectral lines. — Moscow: Nauka, 1977. — 800 p. [in Russian].
10. **Schierle C., Thorne A. P.** Inductively Coupled Plasma Fourier Transform Spectrometry: A Study of Element Spectra and a Table of Inductively Coupled Plasma Lines / *Spectrochim. Acta, Part B*. 1995. Vol. 50. P. 27 – 50. DOI: 10.1016/0584-8547(94)00114-B
11. **Sansonetti J. E., Martin W. C.** Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data / *J. Phys. Chem. Ref. Data*. 2005. Vol. 34. P. 1559 – 2259. DOI: 10.1063/1.1800011
12. **Evdokimova O. V., Pechishcheva N. V., Shunyaev K. Yu.** Choice of Conditions for the Determination of Boron in Slags by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2016. Vol. 82. N 8. P. 5 – 12 [in Russian].
13. **Pupyshev A. A., Vasil'eva N. L.** Using equilibrium thermodynamics to study thermochemical processes in arc discharges used in atomic emission spectral analysis (review) / *Anal. Kontrol'*. 2022. Vol. 26. N 2. P. 88 – 118 [in Russian]. DOI: 10.15826/analitika.2022.26.2.003
14. **Pupyshev A. A., Danilova D. A.** Development of a model of thermochemical processes for the method of atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. Part 1. Matrix Nonspectral interference / *Anal. Kontrol'*. 2001. Vol. 5. N 2. P. 112 – 136 [in Russian].
15. **Corliss C. H., Bozman W. R.** Experimental Transition Probabilities for Spectral Lines of Seventy Elements. — Washington: National Bureau of Standards, 1962. — 592 p.
16. **Kramida A., Ralchenko Yu., Reader J. and NIST ASD Team (2022).** NIST Atomic Spectra Database (version 5.10). <https://physics.nist.gov/asd> (accessed January 9, 2023). — Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology. DOI: 10.18434/T4W30F
17. **Maierova A. V., Belozeroва A. A., Bardina M. N.** A procedure for the deposition of macrocomponents in the determination of selenium and tellurium in metallurgical materials by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / *J. Anal. Chem.* 2021. Vol. 76. N 8. P. 930 – 938. DOI: 10.1134/S1061934821080104