

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В НИКЕЛЕ МЕТОДАМИ АЭС-ИСП И МС-ИСППославская Е.С.¹, Бухбиндер Г.Л.², Коротков В.А.¹, Лисаков Ю.Н.¹¹ООО «Институт Гипроникель», Санкт-Петербург, Россия²Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия
*poslavskayaes@normik.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_28**

Существующие стандартизованные методы определения примесей в никеле – ГОСТ 6012, ГОСТ 13047, не соответствуют современным требованиям, предъявляемым к содержанию примесей в этом металле как по нижним границам определяемых содержаний, так и по списку определяемых элементов. ГОСТ 13047 составляют одноэлементные методы анализа, которые являются трудоемкими и длительными, связаны с большим расходом химических реактивов и с субъективной оценкой полноты осуществляемых химических операций. Химико-атомно-спектральные методики анализа никеля с использованием дуги постоянно тока в качестве источника возбуждения спектра являются многоэлементными, однако не позволяют определять Bi, Pb, S, Tl, Sb, Sn и другие примеси, регламентированные нормативно-технической документацией. Во всех стандартизованных методах используется морально устаревший принцип растворения проб в стеклянных стаканах на нагревательных плитах, что приводит к значительному загрязнению анализируемых растворов распространенными элементами, большому расходу кислот, значительному загрязнению воздуха рабочей зоны и в лабораторном помещении, повышенной нагрузке на вентиляционную систему.

В настоящей работе разработан метод анализа никеля с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП).

Растворение никеля проводили в смеси кислот в закрытых тefлоновых пробирках в нагревательных системах типа HotBlock при температуре 130 °С. Такой прием позволил сократить в 2 раза, по сравнению со стандартизованными методиками, потребление кислот – до 5 см³ HNO₃ и 4 см³ HCl на одну навеску образца массой 2,5 г.

Определение примесей в растворах никеля после доведения водой до объема 50 см³ выполняли на эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP 6500 Duo при пониженной мощности плазменного разряда – 800 Вт с использованием линий основы в качестве внутреннего стандарта. Для выбора оптимальных линий использовали полные спектры анализируемых растворов. Это позволило улучшить нижние границы определения более 30 примесей: Ag, Al, As, B, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Mg, Mn, Nb, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ta, Te, Ti, Tl, V, W, Zn, Zr. При определении примесей в, разбавленных дополнительно в 100 раз, растворах на масс-спектрометре с ИСП iCAP Qc использовали, в качестве внутреннего стандарта, изотоп ¹⁸⁵Re и, для удаления мешающих полиатомных ионов, реакционную столкновительную ячейку KED. Нижние границы определяемых содержаний разработанной методики полностью соответствуют текущим и перспективным маркам никеля.

Разработанный метод анализа был использован для анализа серийной продукции ПАО во время аттестации комплекта из 10 ГСО состава никеля VSN2.2, в которых были определены примеси, начиная от 0,000005%.

Проводится работа по утверждению разработанных методик в качестве нового ГОСТа и замене морально устаревшего ГОСТ 6012.