



Протокол испытаний № 1376

от 14.03.2019 г

Сравнительный анализ выпаров двух растворов

Заказчик:

ООО "АКВА-КЕМИКАЛ"

Образцы:



растворы

выпары, получены при одинаковых условиях

Метод анализа

Для формирования электронно-микроскопического изображения использовались сигналы вторичных и отражённых электронов (ВЭ, ОЭ), позволяющие получить соответственно морфологический и композиционный контраст изображения. В ОЭ контраст изображения определяется изменением $Z_{cp} = \sum C_i \cdot Z_i$, где C_i - концентрация элементов в точке анализа, Z_i - их атомный номер.

Концентрация сухого остатка (выпара), полученного выпариванием исходных растворов определялась методом рентгеновского микроанализа (РМА). Метод основан на сравнении характеристических рентгеновских спектров образцов и стандартов известного состава.

Порог обнаружения РМА ~ 0.1 вес. %. Неанализируемые элементы: Н, Не, Li.

Оборудование для анализа

1. Растровый электронный микроскоп (РЭМ) TESCAN Vega 3SBH (ф. Tescan)
2. Рентгеновский микроанализатор (РМА) энергодисперсионного типа X-Act Energy (ф. Oxford Instruments)
3. Вспомогательное оборудование для пробоподготовки

Условия анализа

Для получения статистически достоверного усреднения по объёму представленной пробы, данные для РМА снимались при минимальных увеличениях, максимальных токах пучка и больших временах набора спектра для увеличения уровня порогового обнаружения примесей.

РМА: Напряжение – 25 кэВ, Ток зонда - $2 \cdot 10^{-8}$ А, Время анализа – 200 сек

Пробоподготовка образцов

Для проведения РМА растворы выпаривались при температуре 100°C.

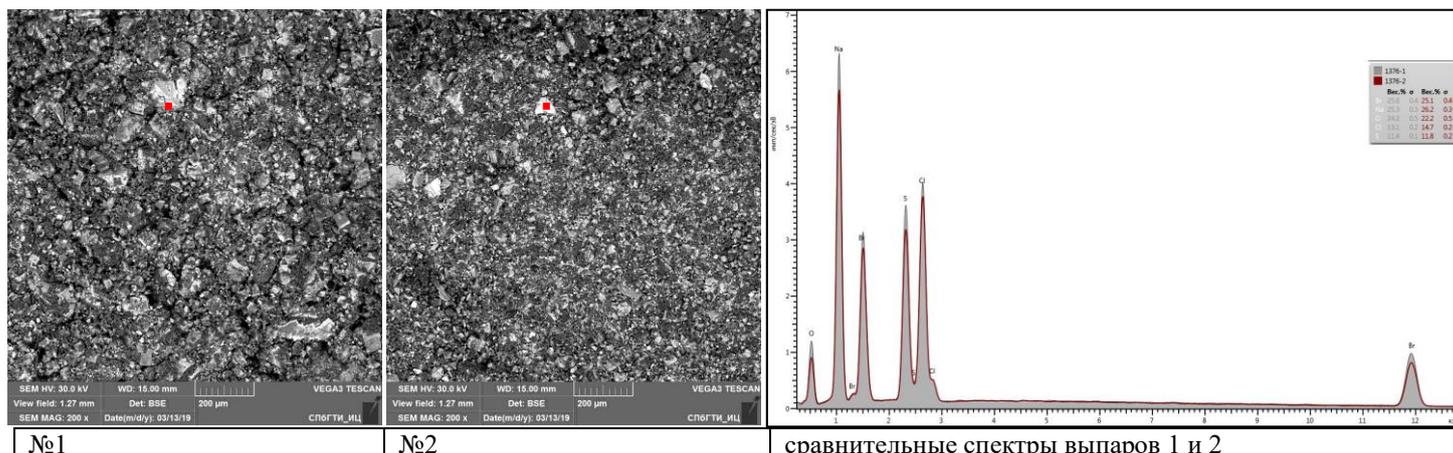
Полученный сухой остаток в виде порошка механически измельчался в агатовой ступке.

В полученную таким образом пробу, окунался столик с 2х сторонним графитовым скотчем.



Результаты анализа

РЭМ снимки в ОЭ (композиционный контраст)



Данные по выпарам

№	M1 [г]	M2 [г]	K=M2/M1
1	4.10	1.37	0.334
2	4.35	1.52	0.349

Примечание: M1 – масса пробы раствора, M2 – масса навески после выпаривания
 K – коэф. пересчета концентрации в исходный раствор, $C1=K*C2$, где C2 – концентрация соответствующего элемента в выпаре, а C1 – в исходном растворе.

Данные РМА для выпаров (масс. %)

участок	O	Na	S	Cl	Br
□1	24.3	25.3	11.4	13.1	25.8
□2	22.2	26.2	11.8	14.7	25.1
■1	5	30	1	20	46
■2	1	31	-	19	48

□ – усредненные по большой площади
 ■ – локальные данные для участков, отмеченных на снимках

Выводы: Существенных отличий в составе выпаров обнаружить не удалось.