

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева
Сибирского отделения Российской академии наук

К 100-летию юбилею И.Г. Юделевича
Сборник работ химиков-аналитиков

Новосибирск 2020

УДК

Сборник работ химиков-аналитиков, посвящённый 100-летию юбилею со дня рождения И.Г. Юделевича / Ответственные за выпуск к.х.н. А.Р. Цыганкова, д.т.н. А.И. Сапрыкин. Новосибирск: ИНХ СО РАН, 2020, 95 с.

ISBN 978-5-901688-29-8

Сборник содержит сообщения химиков-аналитиков из разных регионов России и некоторых стран СНГ. Сообщения представлены в авторской редакции.

Материалы сообщений в краткой форме содержат результаты исследований различных аналитических школ. Тематика исследований объединяет фундаментальные и прикладные проблемы аналитической химии, связанные как с рутинным анализом, так и разработкой новых оригинальных методов, подходов к анализу и методик количественного химического анализа. В сборнике собраны исследования с использованием различных современных физико-химических методов, тест-методов и методов предварительной подготовки проб к анализу.

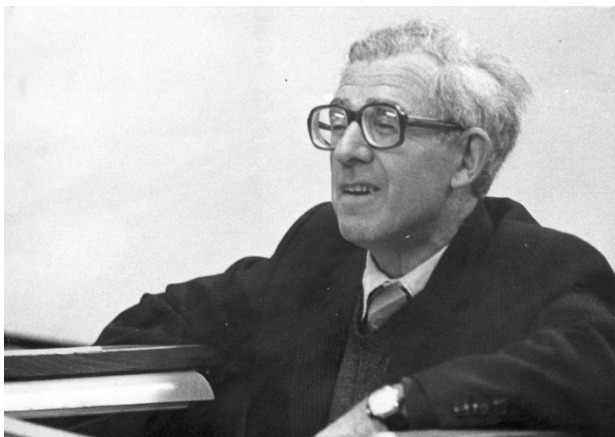
Благодарность

Организаторы и составители сборника искренне благодарят за спонсорскую помощь региональное представительство американской компании, специализирующейся на поставках аналитических приборов и систем анализа в промышленности, оборудования для экологического мониторинга, комплексном оснащении и строительстве лабораторий "под ключ" и оказании инжиниринговых услуг **INTERTECH Corporation**.

Отдельную благодарность выражаем руководителю сибирского представительства к.х.н. **Георгию Львовичу Бухбиндеру**.

INTERTECH Corporation

© Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН, 2020



В 60-70 годы в связи с развитием электронной техники существенное развитие получили разделы науки, связанные с получением и очисткой веществ и синтезом на их основе материалов, обладающих уникальными электрофизическими свойствами. Начало формироваться новое научное направление – химия высокочистых веществ, которое охватывает, с одной стороны, фундаментальные проблемы, связанные с изучением свойств элементов Периодической системы с точки зрения их физической сущности (а не обусловленных влиянием содержащихся в них примесей), с другой – разработкой методов и технологий глубокой очистки веществ и исследованием их химического состава. В эти годы в организованном академиком А.В. Николаевым Институте неорганической химии Сибирского отделения Академии наук СССР начали интенсивно развиваться оригинальные технологии глубокой очистки веществ. Эти работы настоятельно требовали развития методов определения состава веществ, обеспечивающих пределы обнаружения на уровне $n \cdot 10^{-4}$ - $n \cdot 10^{-7}$ % для большого числа элементов-примесей; без таких методов трудно себе представить отработку технологий очистки.

В 1964 г. в ИНХ была создана Лаборатория контроля чистоты полупроводниковых материалов, организатором и руководителем которой стал Иосиф Гершевич Юделевич. Человек активный и эрудированный, он обладал мощной интуицией, всегда хорошо чувствовал, что будет нужно завтра, понимал, что главное – это творческий потенциал коллектива. Сочетание фундаментального и прикладного начала, характерное для стиля работы Иосифа Гершевича Юделевича-ученого, явилось залогом его профессионального успеха. Под его руководством лаборатория прошла путь кадрового становления, аппаратного оснащения и приобрела известность в Новосибирском научном центре, среди сотрудников заводских лабораторий многих промышленных предприятий Советского Союза, в Академии наук СССР и за рубежом. Главный акцент был сделан

на развитии комбинированных методов анализа, основанных на сочетании различных приемов концентрирования (экстракции, сорбции, дистилляции и др.) с высокочувствительными инструментальными методами, такими как атомная эмиссия, атомная абсорбция и масс-спектрометрия. В то же время именно Иосиф Гершевич Юделевич явился инициатором расширения сферы деятельности, созданной им лаборатории в направлении, ориентированном на исследование химического состава природных и биологических объектов с применением методов элементного и вещественного анализа.

Благодаря его усилиям, лаборатория из узкоспециализированной в анализе полупроводниковых материалов превратилась в творческий коллектив высококвалифицированных специалистов, способных решать широкий круг аналитических проблем в области материаловедения, экологии, геологии, биологии и медицины.

Опыт, накопленный в лаборатории при разработке этих методик, был обобщен в монографии И.Г. Юделевича, Л.М. Буяновой и И.Р. Шелпаковой «Химико-спектральный анализ веществ высокой чистоты» Новосибирск: Наука, 1980. Научная продукция воспитанного Иосифом Гершевичем Юделевичем творческого коллектива за 45 лет – это 5 монографий и более 600 статей в отечественных и зарубежных журналах, многие сотни докладов на отечественных и зарубежных конференциях.

Вехи жизни

1920 г., 24 июля – родился в г. Слоним Гродненской области БССР.

1940 г. – поступил на физико-математический факультет Белорусского государственного университета, учился в нем до начала войны и эвакуации в Алма-Ату, где продолжил учебу в Алма-Атинском государственном педагогическом институте на физико-математическом факультете. Вся семья (родители и младший брат) погибли во время оккупации Белоруссии.

1945 г. – окончил Алма-Атинский государственный педагогический институт.

1952 г. – год вступления в КПСС.

1945–1954 гг. – старший преподаватель и зав. кафедрой физики Чимкентского учительского института.

1954–1956 гг. – аспирант АГПИ.

1957 г. – защитил диссертацию на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности Аналитическая химия.

1957–1963 гг. – старший научный сотрудник, затем заведующий лабораторией спектрального анализа института ВНИИЦВЕТМЕТ, г. Усть-Каменогорск.

1964–1989 гг. – заведующий лабораторией контроля чистоты полупроводниковых материалов ИНХ СО РАН, с 1989 г. гл. научный сотрудник той же лаборатории.

1972 г. – защитил диссертацию на соискание ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.02 «Аналитическая химия».

1992 г. – организовал ставшую традиционной конференцию «Аналитика Сибири» (1-я состоялась в Тюмени).

1970–1990 гг. – принимал участие в 12 международных конференциях по аналитической химии за рубежом (ГДР, ВНР, НРБ, ЧССР, ПНР).

1991 г. – присвоено звание Заслуженного деятеля науки и техники Российской Федерации.

1993 г., 15 марта – дата ухода из жизни.

ВОСПОМИНАНИЯ ОБ И.Г. ЮДЕЛЕВИЧЕ

В моем знакомстве и общении с Иосифом Гершевичем. Юделевичем было три этапа: первое знакомство, совместная работа в ИНХе и плодотворное сотрудничество в рамках Научного совета РАН по аналитической химии в его Сибирском отделении.

Мы познакомились в 1958 году, встретившись в Центральной лаборатории полиметаллического комбината на Алтае, в г. Лениногорске, где я работал после окончания КазГУ. В то время Иосиф Гершевич работал в 100 километрах от Лениногорска в г. Усть-Каменогорске в институте ВНИИЦветмет. Он приехал в нашу центральную лабораторию вместе со своей молодой сотрудницей И.Р. Шелпаковой для внедрения в нашей лаборатории спектрометрической методики определения примесей в металлическом кадмии. Этот металл, имевший стратегическое значение в атомной области, производили на нашем комбинате. Помню, как мы с Иосифом Гершевичем обсуждали аналитические задачи и проблемы анализа кадмий-содержащего сырья и продуктов его переработки различными методами, среди которых были и спектрометрические и полярографические. Продолжая работать в центральной лаборатории комбината, я вплотную занимался проблемами аналитической химии продуктов металлургического производства, и к 1961 году практически закончил подготовку своей кандидатской диссертации. По приглашению проф. О.А. Сонгиной, я поступил к ней в аспирантуру, где завершил свою работу над диссертацией и защитил ее. Меня оставили работать на химическом факультете университета, но всей душой я стремился уехать в Новосибирск, где создавался в это время Академгородок и химические институты. И Ольга Альфредовна предельно помогла мне сделать выбор между преподавательской деятельностью и научными академическими исследованиями. Она была близко знакома с директором ИНХ СО РАН академиком А.В. Николаевым и написала ему: «Вы просили меня подготовить Вам квалифицированного аналитика. Вот, получайте!». Быстрый ответ гласил: «Пусть приезжает». Через некоторое время, в доме моем раздался звонок, и я вновь увидел Иосифа Гершевича Юделевича. Наша встреча была дружеской и стала определяющей в моей дальнейшей научной карьере. В Алма-Ате Иосиф Гершевич, будучи в командировке, выполнял поручение академика А.В. Николаев. Вместе с тем, сам он в это время практически с нуля занимался созданием аналитической лаборатории в ИНХ СО РАН. Иосиф Гершевич, в присущей ему манере, «потребовал» от меня немедленно ехать в Новосибирск. На этом закончился мой первый этап знакомства с Иосифом Гершевичем Юделевичем, и начались годы прямого сотрудничества и работы в академическом институте.

В Новосибирск я приехал в августе 1964 года. Иосиф Гершевич поручил мне руководство группой концентрирования в создаваемой им

Лаборатории контроля чистоты полупроводниковых материалов. В те времена эта область аналитической химии была чрезвычайно востребованной и активно развивавшейся. По сравнению с классическими требованиями к организации и проведению работы по химическому анализу, возникали принципиально новые, относящиеся к лабораторным помещениям, оборудованию, приборам, реактивам и методикам анализа. «Неразрешимые» проблемы появлялись на каждом шагу. Надо отдать должное знаниям, энергии и настойчивости Иосифу Гершевичу. Свой рабочий день он аккуратно начинал с обхода лаборатории и с вопросов к сотрудникам о результатах их работы, как и о том, что мешает им двигаться вперед быстрее. Обычно возникали затруднения с получением высокочистых реактивов, необходимых материалов и приборов, посуды, изделий из кварца, тефлона и т.д., и т.п. Иосиф Гершевич хорошо ориентировался с состоянием дел в этой области во всей нашей стране и быстро находил выход из возникавших в работе затруднений. Лаборатория успешно вписывалась в работу отдела полупроводниковых материалов и обеспечивала решение важных аналитических проблем диагностики материалов. Академгородок и его институты тогда, как и всегда, привлекали внимание научных организаций, учебных заведений и промышленных предприятий г. Новосибирска. Особенным вниманием и востребованностью пользовались и химико-аналитические подразделения академических химических институтов, способные решать сложные вопросы диагностики материалов. Одновременно с исследованиями, Иосиф Гершевич руководил активно работавшим новосибирским семинаром по аналитической химии, многие годы проходившему в ИНХ СО РАН. Как высококлассный специалист по атомно-эмиссионному спектральному анализу, он пользовался особенным вниманием со стороны аналитиков-спектроскопистов Новосибирска. Многие из них под его руководством выполнили и защитили кандидатские диссертации.

Несомненным детищем Иосифа Гершевича была организованная им конференция «Аналитика Сибири», позже переименованная в «Аналитику Сибири и Дальнего Востока». Он также предложил проводить эту конференцию поочередно в разных городах Сибири, чтобы способствовать в этих городах повышению внимания к развитию аналитической химии. Первая такая конференция состоялась в г. Тюмени в 1982 году. После конференции в Тюмени прошло 10 таких конференций в Иркутске, Красноярске, Томске, Новосибирске, Барнауле. Эти конференции пользовались большим вниманием и интересом среди аналитиков России. В ней всегда принимали участие аналитики из Москвы, Петербурга, Свердловска и других городов. Рекордной по числу участников была конференция в Новосибирске в 2006 году: в оргкомитет конференции поступило около 700 заявок на доклады. 11-я конференция должна была состояться в Новосибирске в 2020 году. Она была полностью подготовлена, но из-за пандемии коронавируса конференцию пришлось отменить

и перенести, с уверенностью проведения ее в разрешенное на встречу коллег из разных городов время.

Я проработал в лаборатории Иосифа Гершевича около 2-х лет. Весной 2006 года директор Института катализа СО РАН академик Г. К. Боресков пригласил меня к себе и предложил перейти на работу в его институт заведующим Аналитической лабораторией. После недолгих размышлений я согласился на переход из ИНХа в ИК, поскольку по своему университетскому образованию я был химик-каталитик и закончил химический факультет университета по Кафедре катализа и технической химии. Моим осознанным решением стала работа в Институте катализа СО РАН, где задачи диагностики катализаторов также были чрезвычайно важными. Из Института неорганической химии меня не отпускали, но два директора, неведомо мне как, договорились о моем переходе.

С этого момента начинается 3-й период моего сотрудничества с Иосифом Гершевичем Юделевичем в качестве его заместителя председателя Сибирского отделения Научного совета по аналитической химии РАН. Работы было достаточно много, особенно связанной с организацией различных аналитических семинаров и конференций. Иосиф Гершевич в основном занимался решением различных и многочисленных организационных вопросов этих мероприятий, а я работал в программных комитетах. Окончательные решения принимались на собраниях оргкомитетов под руководством Иосифа Гершевича.

Слишком ранняя кончина этого незаурядного человека и ученого была встречена с большой печалью его многочисленными коллегами-аналитиками. Но продолжение существования обоих детищ его – аналитической лаборатории в ИНХе и регулярных аналитических конференций есть лучшая память о нем и в настоящее время.

**Научный совет по аналитической химии
Академии Наук СССР
Сибирская секция Научного совета
по аналитической химии СО АН СССР
Тюменское областное правление
Всесоюзного химического общества
им. Д. И. Менделеева
Дом техники научно-технических обществ
Дом техники и культуры нефтяников**

ПРОГРАММА

**I зональной научной конференции
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ СИБИРИ-1982»**

15-17 сентября

Тюмень 1982 г.

*Обложка Программы первой научной конференции
«Аналитическая химия Сибири-1982»*

ВСПОМИНАЯ ПРОФЕССОРА И.Г. ЮДЕЛЕВИЧА...

24 июля 2020 г. исполнилось 100 лет со дня рождения д.х.н., профессора И.Г. Юделевича, создателя и первого заведующего Лаборатории контроля чистоты полупроводниковых материалов Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН.

Иосиф Гершевич Юделевич умел воплощать свой творческой потенциал в реальные дела. Благодаря его энергии и энтузиазму созданная им лаборатория приобрела статус одной из лучших аналитических лабораторий страны. Нельзя не отметить и его дара предвидения, а также умения сконцентрировать усилия в наиболее востребованном и перспективном направлении.

Его роль в становлении и развитии методов анализа высокочистых и функциональных материалов трудно переоценить. Главный акцент был сделан на развитии комбинированных методов количественного анализа, основанных на сочетании различных приемов отделения основных компонентов и концентрирования микропримесей: экстракцией, сорбцией, дистилляцией и другими, с инструментальными методами, такими как атомная эмиссия, атомная абсорбция и масс-спектрометрия. Профессор Юделевич явился инициатором расширения сферы деятельности лаборатории на исследование химического состава природных и биологических объектов, развитию методов определения химических форм элементов-примесей и вещественного анализа.

Под его началом сгруппировался сплоченный коллектив единомышленников – специалистов-профессионалов и талантливых молодых ученых, постоянный приток которых обеспечивал культивируемый в лаборатории принцип взаимовыручки и преемственности. Под руководством профессора Юделевича было подготовлено и защищено более 40 кандидатских диссертаций, пятеро из его учеников стали докторами наук.

По инициативе и под руководством И.Г. Юделевича было создано Сибирское отделение Научного совета по аналитической химии, а организованный им Новосибирский аналитический семинар приобрел широкую известность и сыграл значительную роль в повышении квалификации специалистов заводских лабораторий и НИИ. Работе семинара принимали участие не только аналитики Новосибирского Научного Центра, но и различных предприятий и организаций Сибири, Дальнего востока и Европейской части страны. Конференция «Аналитика Сибири», которая переросла региональные рамки и приобрела масштаб Всероссийского форума, также стартовала по инициативе И.Г. Юделевича.

Важным этапом становления и развития международных связей лаборатории стало Российско-Германское сотрудничество, благодаря которому возникла идея создания Российско-Германо-Украинского

Симпозиума (ARGUS), в рамках которого регулярно проводились встречи ученых-аналитиков России, Германии и Украины.

Идея аккредитации лаборатории при Госстандарте РФ также принадлежала Иосифу Гершевичу, предвидевшему тенденцию, направленную на упорядочивание деятельности аналитических лабораторий в России. С 1993 г. область аккредитации лаборатории постоянно расширялась, включая самые разнообразные объекты, среди которых высокочистые вещества и функциональные материалы, промышленные продукты, природные и питьевые воды, геологические и экологические объекты.

Профессор И.Г. Юделевич обладал уникальным даром руководителя-воспитателя, который сумел вырастить и подготовить себе достойную смену, с успехом продолжающую и развивающую начатое им дело. Хорошая память об основателе аналитической лаборатории ИНХ СО РАН живет в ее достижениях. Атмосфера творчества, ответственности, чувства долга и взаимовыручки, взращенная легендарным лидером, является характерной особенностью созданного им коллектива и в настоящее время. Вероятно, именно поэтому лаборатория ежегодно получает достойное молодое пополнение, что позволяет ей хранить традиции и с оптимизмом смотреть в будущее.

Сегодня ученики профессора Юделевича, активно работают в разных уголках страны и нередко сами возглавляют аналитические лаборатории. Они всегда с благодарностью вспоминают своего Учителя, который был не только блестящим организатором, но и яркой личностью, удивляющей широтой эрудиции, даром предвидения и глубиной своих знаний в самых разных областях человеческой деятельности.



На крыльце ИНХ СО РАН, 1991 г.

ПРОФЕССОР ЮДЕЛЕВИЧ – МОЙ УЧИТЕЛЬ...

Я пришла в Лабораторию контроля чистоты полупроводниковых материалов ИНХ, которую возглавлял Иосиф Гершевич, в общем-то, случайно, однако, впоследствии никогда не пожалела об этом. При этом меня не покидало ощущение, что Лаборатория живет как единый, хорошо организованный механизм, частью которого была и я сама. Иосиф Гершевич Юделевич был, несомненно, яркой фигурой в российской аналитике. Этот замечательный человек всегда чувствовал, где, когда, и каким образом сконцентрировать усилия в самой «горячей точке» аналитической химии.

Как только появилась возможность выехать за рубеж, И.Г. Юделевич сумел организовать сотрудничество с немецкими коллегами из Института спектроскопии и прикладной спектроскопии (г. Дортмунд), Высшей технической школы (г. Дармштадт), а также с фирмой Merck. В результате родился Российско-Германо-Украинский Симпозиум (ARGUS) – международное сообщество клубного типа, которое сыграло роль своего рода стартовой площадкой для молодых исследователей-аналитиков.

Он всегда держал всех своих сотрудников под прицелом пристального внимания. Хотя иногда доводилось и всплакнуть после «задушевной беседы» в его кабинете, но чувства обиды не возникало: ведь все это было только для пользы дела. Если он проходил по институту с каким-либо посетителем лаборатории, а рядом оказывалась любая из его сотрудниц, то всегда говорил: «О! Это моя самая любимая сотрудница» – и так обо всех...

С Иосифом Гершевичем было всегда интересно поговорить: он был воспитанным, образованным, эрудированным и доброжелательным человеком с развитым чувством юмора, свободно общался с коллегами на польском и немецком языках. По всей стране (в том числе и за рубежом) работают его благодарные ученики. И хотя в лаборатории уже выросло новое поколение химиков-аналитиков, заданная им тональность, добрые традиции и атмосфера поступательного движения вперед, по-прежнему живы. В свое время именно благодаря прозорливости Иосифа Гершевича я погрузилась в проблемы, связанные с природными средами, и как оказалось, не напрасно, ибо в результате в лаборатории появились и получили развитие сепарационные и гибридные методы анализа.

Таких примеров не мало, ибо каждый, кого сводила с ним профессиональная судьба, хранит в себе крупицу теплых воспоминаний и добрую память о нем.

Мы будем помнить его всегда!



В станах лаборатории. Комната № 329-2

ПАМЯТИ И.Г. ЮДЕЛЕВИЧА

56 лет тому назад Иосифом Гершевичем Юделевичем (тогда еще кандидатом наук) в отделе химии полупроводников ИНХ была создана лаборатория, которую он назвал Лабораторией контроля чистоты полупроводниковых материалов (приказ о назначении И.Г. Юделевича заведующим подписан 22 февраля 1964 г. Сейчас Лаборатория хорошо известна в России и за ее рубежами как ведущая в области анализа высокочистых веществ и объектов микроэлектроники, определения и анализа благородных металлов. Набирает силу и созданное Иосифом Гершевичем уже в 90-е годы новое для лаборатории направление – анализ экологических объектов. Думаю, что успех (а мы, оглядываясь назад, уверенно можем говорить об успехе) был предопределен той стратегией, которую выбрал И.Г. Юделевич – развивать **комплекс** атомно-спектральных, масс-спектрометрических, нейтронно-активационных и электрохимических методов анализа; не замыкаться внутри небольшой лаборатории, а крепить **научные связи** и связи с промышленными предприятиями; не ограничиваться только задачами Отдела химии полупроводников, а принимать участие в решении других важных для Института и страны задач. Для осуществления этих планов Иосиф Гершевич умел находить талантливых и работоспособных учеников, создавать из них сплоченный коллектив единомышленников, активизировать работу каждого. Он всегда с особым вниманием относился к подготовке и научному росту молодых: достаточно сказать, что в лаборатории «остепенились» более 50 кандидатов наук.

И.Г. излучал целый фейерверк идей, и он умел претворять в жизнь эти идеи. Его уход совпал со временем перестройки, когда отношение к науке изменилось, но построенное им здание оказалось настолько прочным, что выстояло. В новых условиях лаборатория успешно работает, и многое из того, что начато основателем лаборатории, продолжается и развивается. Совместно с отечественной фирмой «ВМК-Оптоэлектроника» успешно идут работы по созданию приборного комплекса для анализа порошковых проб с двухструйным дуговым плазмотроном в качестве источника возбуждения спектров – любимым детищем И.Г.

И.Г. был председателем Сибирского отделения Научного совета по аналитической химии РАН, неутомимым организатором городских аналитических семинаров и конференций «Аналитика Сибири». Эти семинары и конференции объединяли аналитиков страны, которая называлась СССР, и множество плодотворных идей прошло на них апробацию. Регулярно (раз в 3 года) собирается международная конференция «АРГУС» ("Аналитика России, Германии и Украины"), на которой обсуждаются проблемы определения низких концентраций элементов. Первая такая конференция «АРГУС» была организована И.Г. в Новосибирске в 1992 году.

И.Г. был не только блестящим организатором науки, он удивлял широтой и глубиной своих знаний в самых разных областях человеческой деятельности, в совершенстве владел немецким и польским языками. Многие сотрудники, общавшиеся с ним вне лаборатории, – на конференциях, школах – вспоминают это время, как яркие страницы своей жизни.



Рядом с институтом.

НАУЧНЫЕ СООБЩЕНИЯ ХИМИКОВ-АНАЛИТИКОВ

АНАЛИЗ ПОЧЕЧНЫХ КАМНЕЙ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

^{1,2}Александрова А.Д., ^{1,2}Цыганкова А.Р., ^{1,2}Лундовская О.В., ^{1,2}Губанов А.И.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

a.aleksandrova5@g.nsu.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_01

Мочекаменная болезнь это распространённое по всему миру заболевание, проявляющееся формированием конкрементов в органах мочевыделительной системы. С каждым годом распространённость данной болезни увеличивается, а многие аспекты касательно патогенеза, в том числе роль микроэлементов, до конца не изучены. Целью данной работы является изучение элементного состава почечных камней методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой АЭС ИСП. В качестве объекта исследования выбраны ПК, которые, по данным РСА, на 100% состоят из оксалата кальция, поскольку данный тип ПК является наиболее распространённым.

С целью изучения влияния матричного компонента на определение микроэлементов методом АЭС ИСП проводили эксперимент «введено-найденно». В результате установлено, что матричный компонент – кальций не оказывает значимого влияния на определение Ba, Cu, Fe, P и Zn. При концентрации кальция 1000 мкг/мл наблюдается завышенное значение по сравнению с введенной добавкой для Na, K, Sr и заниженное для Mg и Mn. Определение Li возможно только при минимальной концентрации матрицы – 10 мкг/мл. В этом случае необходимо использовать адекватные образцы сравнения, моделирующие состав анализируемого раствора.

Результаты АЭС ИСП анализа ПК оксалатного типа (n=100) свидетельствуют о присутствии следующие примесных элементов: Ba, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, P, Sr, Zn. Содержание основного компонента – Ca в исследуемых образцах варьируется от 13 до 32 % мас. В значительном количестве присутствуют Na и P, а содержание остальных аналитов варьируется в диапазоне от 10⁻⁵ до 10⁻² % мас.

На основании полученных данных о количественном содержании микроэлементов был рассчитан коэффициент ранговой корреляции Спирмана с целью дальнейшего установления межэлементных корреляционных связей (см. таблицу 1). Найдена очень слабая положительная корреляция между элементами Ca/Li $r = 0,20$ (выделено светло-серым); слабая положительная корреляция для пар элементов Ba/Ca, Ba/Mg, Ba/Sr; Ca/Fe, Ca/Na, Ca/Sr; Fe/Mg, Fe/P, Fe/Sr, Fe/Zn; Li/Mg; Mg/Sr, Mg/Zn; P/Zn – $r = 0,20-0,40$ (выделено серым); и для пар элементов Ca/Mg, K/Na, Mg/P найдена средняя положительная корреляция – $r = 0,42-0,49$ (выделено чёр-

ным). Для оставшихся пар элементов значение рассчитанного коэффициента Спирмана указывает на отсутствие статистически значимой связи для этих переменных.

Таблица 1. Межэлементные корреляционные связи, коэффициент Спирмана.

Эл-т	Ba	Ca	Fe	K	Li	Mg	Na	P	Sr
Ca	0,26	-	-	-	-	-	-	-	-
Fe	0,10	0,29	-	-	-	-	-	-	-
K	0,05	0,14	0,03	-	-	-	-	-	-
Li	0,01	0,20	0,19	0,19	-	-	-	-	-
Mg	0,40	0,42	0,26	0,03	0,24	-	-	-	-
Na	0,18	0,20	0,05	0,48	0,09	0,16	-	-	-
P	0,15	0,09	0,23	0,09	0,13	0,49	0,10	-	-
Sr	0,26	0,35	0,32	0,12	0,06	0,30	0,14	0,13	-
Zn	0,19	0,19	0,21	0,10	0,06	0,30	0,02	0,38	0,07

Таким образом, можно заключить, что использование метода АЭС ИСП даёт возможность получать информацию не только о содержании микроэлементов, но и о межэлементных связях в конкрементах оксидного типа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ МЕДИ(II) В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

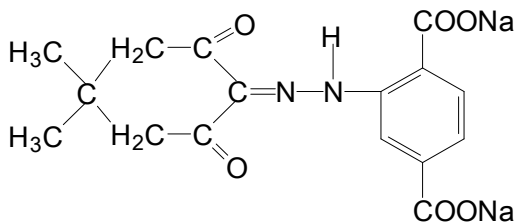
Алиева Ф.С.

БГУ, Баку, Азербайджан
farqana_chem@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_02

В представленной работе синтезирован реагент на основе ацетилацетона: натриум 2-(2-(4,4-диметил-2,6-диоксоциклогексиден) гидрази-нил) терефталат и впервые изучены аналитические возможности этого реагента на меди (II).

Реагент синтезирован на основе ацетилацетона по известной методике. Состав и строение установлены методами элементного анализа и ЯМР-спектроскопии. Структурная формула реагента:



Спектрофотометрическим методом изучено комплексообразование Cu(II) с R в присутствии диантипирилметана (ДАМ) и этилендиамина (Эд). Установлены оптимальные условия комплексообразования Cu-R : $\text{pH}=4$, максимум светопоглощения комплекса находится при длине волны 280 нм. Выход комплекса Cu-R максимален при концентрации компонента R $8 \cdot 10^{-3}$ М; комплекса Cu-R-ДАМ – при концентрации компонента R $8 \cdot 10^{-5}$ М и компонента Эд $1 \cdot 10^{-3}$ М. Максимальный выход комплекса Cu-R-ДАМ получен при концентрации компонентов $4 \cdot 10^{-5}$ и $4 \cdot 10^{-4}$ м соответственно. Все комплексы образуются сразу после смешивания растворов компонентов и различаются устойчивостью. В присутствии третьих компонентов, максимум светопоглощения комплекса находится при длине волны 286 нм ($\text{pH}=2$) для комплекса Cu-R-ДАМ , при длине волны 310 нм ($\text{pH}=3$) – для Cu-R-Эд .

Установлено соотношение реагирующих компонентов в составе одно-родно- $(\text{Cu}:\text{R}=1:2)$ и разнолигандных $(\text{Cu}:\text{R}:\text{X}=1:2:1$ и $1:2:2)$ соединений. Определен интервал подчинения закону Бера, мг/мл: для комплексов Cu-R – 0,448–3,684; для Cu-R-ДАМ и Cu-R-Эд – 0,220–4,48. Спектрофотометрическим методом найдена константа устойчивости комплексов: $8,85 \pm 0,05$ (Cu-R), $9,79 \pm 0,05$ (Cu-R-ДАМ), $9,85 \pm 0,05$ (Cu-R-Эд). Определен молярный коэффициент поглощения комплексов: 9500 (Cu-R), 14000 (Cu-R-ДАМ), 13000 (Cu-R-Эд). Константы гидролиза иона меди равны: $\lg k_{\text{гид}}=7,5$; $\lg k_{\text{гид}}=12,7$; $\lg k_{\text{гид}}=13,9$. Определены коэффициенты уравнения градуировочного графика по методу наименьших квадратов.

Изучено влияние некоторых ионов и маскирующих веществ на образование бинарного и разнолигандных комплексов (РЛК) меди (II). Определению меди(II) практически не мешают щелочные, щелочноземельные и некоторые переходные элементы: Ca (II) , Ba (II) , Mn (II) , Cr (III) , Sn (IV) , Ga (III) , In (III) , Zr (IV) . предложенная экспресс-методика отличается высокой чувствительностью и селективностью.

Применима для определения меди в объектах окружающей среды: разработанная методика применена для определения микроколичеств меди в речной воде, в яичном желтке и в грецком орехе.

НЕИНВАЗИВНАЯ ДИАГНОСТИКА БЕРЕМЕННОСТИ ИММУНО-ФЕРМЕНТНЫМ МЕТОДОМ С ФОТОГРАФИЧЕСКОЙ РЕГИСТРАЦИЕЙ

Аронбаев Д.М., Раимкулова Ч.А., Аронбаев С.Д.

СГУ, Самарканд, Узбекистан

diron51@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_03

Из множества тест-методов, предназначенных для диагностики функционального состояния организма, тесты на выявление беременности пользуются наибольшей коммерческой популярностью. В этих тестах,

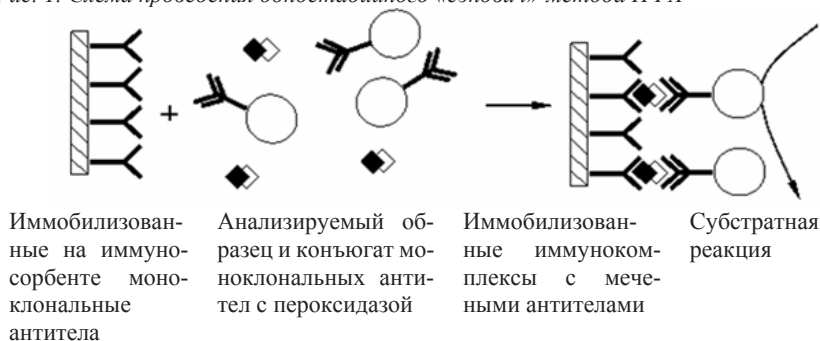
в качестве образца используется моча, что обуславливает неинвазивность диагностики. Принцип действия таких тестов заключается в визуальной индикации иммунохимической реакции с целью выявления специфического гормона – хориогонадотропина человека (ЧХГ). ЧХГ синтезируется в синцитиальных клетках плаценты и его количество быстро увеличивается после имплантации эмбриона [1]. Контроль изменения его содержания в биологических жидкостях - сыворотке крови, плазме, моче женщин, может служить биомаркером беременности.

Целью работы является апробирование ИФА β -субъединицы ЧХГ с применением фотографической регистрации результата анализа.

В работе были использованы иммуноферментные экспресс-диагностические «бета-ХГч-ЭкспрессИФА», предназначенные для установления факта беременности по определению β -субъединицы ЧХГ в моче на принципе «сэндвич»-метода (рис.1).

Из схемы следует, что косвенное определение ЧХГ в анализируемой пробе построено на определении пероксидазной активности иммобилизованного конъюгата моноклональных антител с пероксидазой.

Рис. 1. Схема проведения одностадийного «сэндвич»-метода ИФА



Для проведения анализа иммуносорбент с иммобилизованными антителами к β -ЧХГ, инкубировали вместе с анализируемой пробой и раствором конъюгата антитела к β -ЧХГ-HRP. После инкубации в раствор вводили субстратную смесь из фенидонгидрохинонового проявителя и 0,01 М H_2O_2 . Остаточную активность пероксидазы определяли визуально по интенсивности почернения пятна, остающегося после нанесения смеси на поверхность фотоматериала, в качестве которого выступала засвеченная фотобумага [2].



Рис. 2. Фотограммы экспресс определения β – ЧХГ в моче беременной (1) и небеременной (2) женщины

Список литературы

- [1]. Красильников С.Э., Юкляева Н.В., Юркина Э.А., Наров Ю.Э., Роньжин Г.Г. Хорионический гонадотропин человека в диагностике и мониторинге трофобластических болезней. Кольцово, ЗАО «Вектор-Бест», 2005. С.45-47.
- [2]. Аронбаев Д.М. Фотографические преобразователи информации в био- и иммуноанализе. - Germany: Lambert Academic publishing (LAP), 2015. – 64 p.

АНАЛИЗАТОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНОЙ АОА

Аронбаев С.Д., Васина С.М., Аронбаев Д.М., Раимкулова Ч.А.

СГУ, Самарканд, Узбекистан

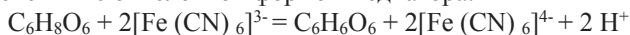
diron51@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_04

Высокий интерес к антиоксидантам, как к веществам, обрывающим свободно-радикальные реакции, объясняется их способностью блокировать вредное воздействие последних на организм человека. В этой связи совершенствование способов обнаружения и исследования антиоксидантных свойств препаратов природного и искусственного происхождения становится актуальной задачей. Нами предлагается электрохимический анализатор для определения суммарной антиоксидантной активности (АОА) веществ. В основе метода лежит изменение потенциала медиаторной ред-окс системы, в качестве которой выступает эдектрохимически обратимая пара ионов с различным зарядом, в присутствии в ней вещества – антиоксиданта [1].

Анализатор содержит электрохимический датчик с измерительным Au-микроэлектродом и нас. Ag/AgCl, расположенных в микрочайке, объемом 0,1 мл и цифрового милливольтметра [2]. В качестве медиаторной ред-окс системы использованы 0,005M K₃[Fe(CN)₆] и 0,0001M K₄[Fe(CN)₆] в 0,05M фосфатном буфере с pH 6,86. Аналитический сигнал в такой системе хорошо воспроизводим. Время установления потенциала не превышает 15 секунд. Инжекция анализируемой пробы, объемом 1,0 мл в рабочую микрокамеру датчика, осуществляет ее многократную промывку самим аналитом, что обеспечивает воспроизводимость сигнала.

В качестве стандарта использовали аскорбиновую кислоту, окисление которой до дегидроаскорбиновой кислоты происходит в результате ее взаимодействия с окисленной формой медиатора:



Электрохимический датчик может быть подключен к ПК посредством «Arduino». На рис.2. показаны результаты сравнения АОА водных и спиртовых экстрактов растений относительно выбранного стандарта – АК (1 мг/мл).



Рис. 1. Анализатор суммарной антиоксидантной активности

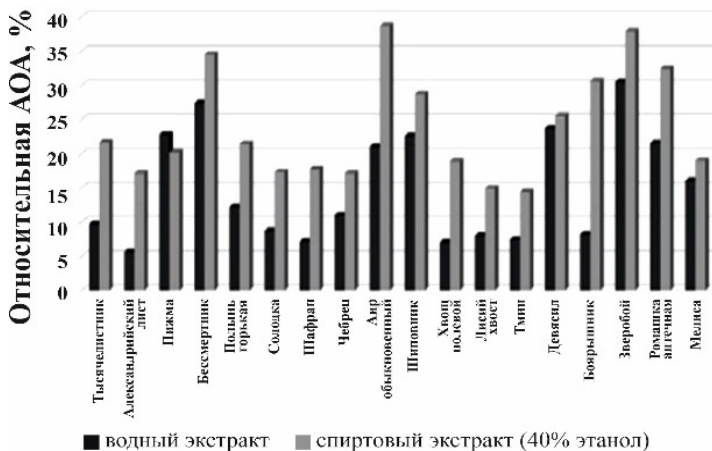


Рис. 2. Сравнительная диаграмма АОА водных и спиртовых экстрактов растений относительно стандарта аскорбиновой кислоты (1 мг/мл).

Область применения

1. Медицина – для контроля «окислительного стресса» живого организма для профилактики и повышения эффективности лечения заболеваний;
2. Фармакология – для изучения АОА искусственных и природных биопрепаратов при создании новых лекарственных средств;
3. Физиология растений – для получения информации о лекарственных свойствах растений в различных фазах развития;
4. Пищевая промышленность – при производстве продуктов питания, вин, напитков, БАДов.

Список литературы

[1]. Брайнина Х.З., Иванова А.В., Шарафутдинова Е.Н. Оценка антиоксидантной активности пищевых продуктов методом потенциометрии // Известия ВУЗов. Пищевая технология. - 2004.-№4. – С.73-75.

[2]. Аронбаев Д.М., Аронбаев С.Д., Васина С.М. и др. Электрохимический датчик для измерения антиоксидантной активности веществ. / Заявка №2020117297/09(028914) на полезную модель. Положит. решение РОСПАТЕНТа от 11.09.2020 г.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА ПО ХИМИЧЕСКИМ ФОРМАМ В ПРИРОДНО-ТЕХНОГЕННЫХ СРЕДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДОВ ИСП-АЭС, ГГ-ИСП-АЭС И ИСП-МС

^{1,3}Бушмелева Е.А., ^{1,3}Подолинная В.А., ^{1,2}Волынкин С.С.

¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²ИНГГ СО РАН, Новосибирск, Россия

³НГУ, ул. Пирогова, 2, Новосибирск Россия

v.podolinnai@g.nsu.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_05

Одним из наиболее опасных источников распространения токсичных веществ в окружающей среде являются складированные отходы горно-перерабатывающей промышленности. Так, например, за время работы промышленного комбината «Тувакобальт» (п. Хову-Аксы, Россия) было накоплено до 1,8 кубометров твердых отходов, содержащих арсениды кобальта и никеля, а также продукты их окислительного выщелачивания и трансформации [1]. Известно, что токсичность мышьяка зависит от его химической формы, причем наибольшую опасность для живых организмов представляют соединения As(III). По этой причине представляется целесообразным изучение его распределения в природно-техногенных системах по химическим формам для оценки потенциального вреда для местного населения, флоры и фауны. Наиболее чувствительным методом определения суммарного содержания мышьяка в объектах окружающей среды на уровне мкг/кг (мкг/л) и ниже является масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), в то время как для регистрации наиболее токсичной его формы – As(III) – широко применяется атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой с генерацией гидридов (ГГ-ИСП-АЭС).

Цель данной работы – изучение распределения мышьяка по химическим формам в поровых водах твердых материалов хвостохранилища ПК «Тувакобальт» с применением методов ИСП-МС, ИСП-АЭС и ГГ-ИСП-АЭС. Для определения валового содержания мышьяка в данной работе применяли трехкврупольный масс-спектрометр Agilent 8800 (США) с реакционно-столкновительной ячейкой. Поровые воды техногенных материалов являются высокоминерализованными и содержат большое количество матричных элементов, по этой причине для определения мышьяка использовали реакционно-столкновительную ячейку с кислородом в качестве реакционного газа в режиме «со сдвигом массы» $As^+ \rightarrow AsO^+$ для устранения полиатомных интерференций со стороны

AgCl⁺. Для контроля правильности анализа применяли метод ИСП-АЭС (Thermo Scientific iCAP 6500 Duo (США)). Определение As(III) проводили методом ГГ-ИСП-АЭС.

В результате проведенного исследования изучено распределение мышьяка по химическим формам в поровых водах образцов техногенных грунтов, при этом установлено, что доля наиболее токсичной его формы составляет ≈30% (Таблица 1).

Таблица 1. Содержание As(V) и As(III) в поровых водах техногенных грунтов, мг/л

Образец	As _{общ}	As(III)	As(V)=[(As _{общ} -As(III))]	As(III)/As _{общ} , %
ХАК 1-2	13	4,1	8,5	32
ХАК 3-2	7,0	2,0	5,0	29
ХАК 5-1	4,7	1,5	3,2	32

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-05-00126

Список литературы

- [1]. S. Bortnikova. Geochemistry of arsenic and metals in stored tailings of a Co-Ni arsenide-ore, Khovu-Aksy area, Russia // Applied Geochemistry, 2012.

ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТВ И МОРФОЛОГИЯ ТВЁРДЫХ ЧАСТИЦ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ КУЗНЕЧНОГО ЦЕХА

^{1,2}Цыганкова А.Р., ^{1,2}Фирсов М.О., ^{1,2}Сапрыкин А.И.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

alphiya@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_06

На промышленных производствах, при выполнении обработки, наплавки, шлифовки деталей, сварки и др. в воздух рабочей зоны (ВРЗ) попадают твёрдые микро- и наночастицы различного состава. В процессе работы, образующиеся частицы вместе с воздухом попадают в дыхательные пути рабочего, становясь причиной лёгочных заболеваний, например, хронической обструктивной болезни легких.

Целью настоящей работы является изучение элементного состава и морфологии частиц в ВРЗ кузнечного цеха. Пробы воздуха отбирали на территории авиационного завода в зоне проведения интенсивных работ (кузнечный пресс, пескоструйный участок, шлифовка, домна). Для отбора использовали аспиратор ПУ-4Э и барботёры различных конструкций.

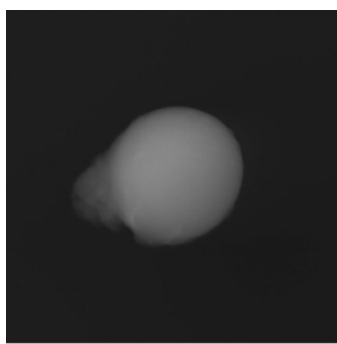
Элементный состав твёрдых аэрозолей воздуха определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП). Для этого поглотительный раствор, содержащий частицы (V = 3-135 мл) упаривали под ИК-лампой до объёма 50-100 мкл. Далее концентраты подвергали АЭС ИСП анализу с использованием спектро-

метра высокого разрешения iCAP-6500 фирмы «Thermo Scientific». Твёрдого аэрозоль в ВРЗ содержит кузнечного цеха следующие элементы: Al (0.056-0.28), В(0.021-0.058), Ва(0.009-0.028), Са(0.38-0.39), Cd(0.019), Cr(0.019), Cu(0.007-0.012), Fe(0.049-0.35), К(0.23-0.35), Mg(0.037-0.20), Mn(0.002-0.007), Na(0.46-0.48), Ni(0.0021), P(0.018), S(3-5), Si(1.2-3.5), Sr(0.0021-0.0023), Ti(0.012-0.48), Zn(0.069-0.10 нг/л воздуха).

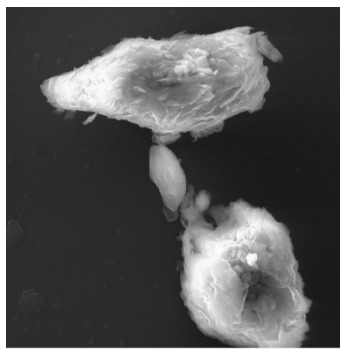
Морфологию частиц – размеры, форму и локальный состав определяли методом сканирующей электронной микроскопии (Zeiss EVO MA 15 фирмы «Karl Zeiss»). Предварительная пробоподготовка заключалась в упаривании, переносе на кремниевую пластину и полном высушивании. Показано, что форма идентифицированных частиц зависит от характера работ (см. рисунок 1). Например, в процессе сварки в ВРЗ попадают частицы округлой формы (в результате оплавления, «а»). При шлифовке форма частиц неправильная – с рваными краями, поверхность слоистая («б»). Установлен состав частиц индустриального ($(\text{Cu}/\text{Zn}, (\text{Al}/\text{Fe}/\text{Mg})_x\text{O}_y, \text{W}_x\text{O}_y)$) и природного происхождения ($(\text{Ba}_x\text{S}_y\text{O}_z, (\text{Ca}/\text{Na})_x\text{S}_y\text{O}_z)$). Размер частиц варьируется от десятков нм до мкм.

Рисунок 1. Электронная фотография частиц, полученных в различных процессах.

«а» – сварка; «б» – шлифовка.



«а» – Ti_xO_y



«б» – $(\text{Al}/\text{Fe}/\text{Ti}/\text{Mg}/\text{K})_x\text{O}_y$

Работа выполнена при поддержке РНФ, номер проекта – 19-74-30011.

АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТОГО ГЕРМАНИЯ И ЕГО ОКСИДА МЕТОДОМ МС ИСП С РЕАКЦИОННО-СТОЛКНОВИТЕЛЬНОЙ ЯЧЕЙКОЙ

Гусельникова Т.Я., Цыганкова А.Р., Медведев Н.С.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

tguselnikova@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_07

Германий и его оксид находят свое применение в оптике, материаловедении, медицине и других областях. Одно из перспективных направлений применения диоксида германия – использование в качестве прекурсора при выращивании сцинтилляционных кристаллов ортогерманата висмута ВГО ($\text{Bi}_{14}\text{Ge}_3\text{O}_{12}$). Качество функциональных материалов на основе германия определяется примесным составом, однако влияние отдельных элементов на целевые свойства до конца не выяснено, поэтому важно иметь наиболее полную информацию о химическом составе сырья материала.

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП) это высокоинформативный метод количественного химического анализа (КХА), который позволяет достигнуть пределов обнаружения (ПО) аналитов на уровне 10^{-8} – 10^{-6} % мас. без использования предварительного концентрирования примесей.

Для разработки инструментальной МС ИСП методики КХА германия и его оксида было изучено влияние германия на сигнал аналитов, выбраны изотопы элементов, свободные от интерференций и оптимально-компромиссная концентрация германия в растворе (700 мг/л). Разработанная методика позволяет определять до 48 примесных элемента: Ag, Al, Au, B, Ba, Be, Bi, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Gd, Hg, Hf, Ho, In, La, Li, Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Nd, Ni, Pb, Pr, Rb, Re, Sb, Sc, Se, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Te, Ti, Tm, W, Yb, Zn, с ПО аналитов от $n \cdot 10^{-8}$ до $n \cdot 10^{-4}$ % мас.

Одно из ограничений метода МС ИСП это полиатомные интерференции. Было установлено, что определению содержания в германии таких элементов, как Ca, Fe, K, P, Si затруднено по причине полиатомных интерференций от компонентов плазмообразующего газа и раствора, в который переводят пробу, а As, Ga, V, Y, Zr из-за полиатомных ионов, в состав которых входят изотопы основы пробы – германия. Существенно снизить полиатомные интерференции позволяет использование реакционно-столкновительной ячейки. Были оптимизированы основные рабочие параметры ячейки: как скорость потока гелия через ячейку (3 мл/мин) и потенциал ячейки (-21 В). Применение реакционно-столкновительной ячейки позволило уменьшить полиатомные интерференции и добавить к списку аналитов As, Fe, Ga, V, Y, Zr. ПО указанных аналитов находятся в интервале от $n \cdot 10^{-6}$ до $n \cdot 10^{-4}$ % мас.

Правильность разработанной методики оценили методом «введено-найденно». Полученные результаты удовлетворительно согласуются со значениями введенных добавок. Проведенное сравнение по t-критерию полученных значений показало отсутствие систематической погрешности и не выявило значимых расхождений, что свидетельствует о принадлежности значений к одной генеральной совокупности. Внутрелабораторная прецизионность не превышает 30 %.

Работа выполнена при поддержке Программе РАН на 2013-2020 гг. (проект V.45.1.4.).

АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ ПРОЦЕССА ВХОЖДЕНИЯ ИОНОВ Mg^{2+} В СТРУКТУРУ ОКСАЛАТА КАЛЬЦИЯ

^{1,2}Губанов А.И., ^{1,2}Филатов Е.Ю., ^{1,2}Корольков И.В.,

^{1,2}Александрова А.Д., ^{1,2}Цыганкова А.Р.

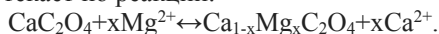
¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

a.aleksandrova5@g.nsu.ru

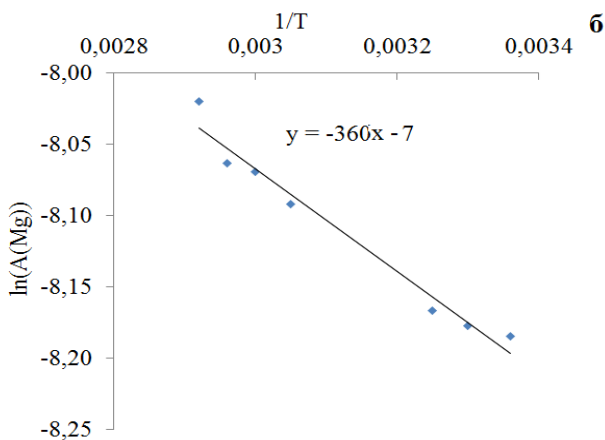
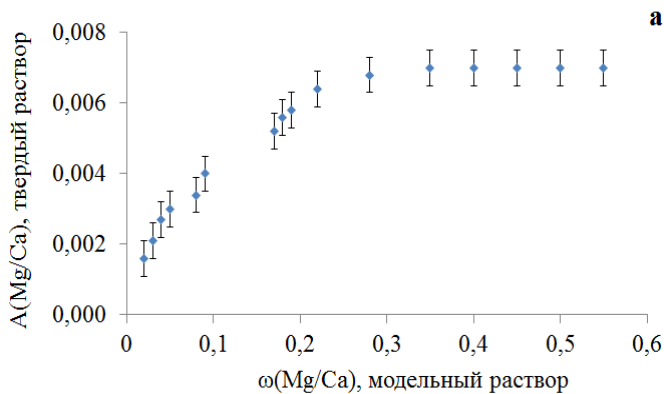
DOI: 10.26902/UDL2020_08

Почечные камни (ПК) являются продуктом сложной патогенной биоминерализации в живом организме, процесс возникновения и дальнейшего развития которой до конца не изучен. Наиболее часто встречаются ПК, состоящие из оксалата кальция. Результаты АЭС ИСП [1] анализа свидетельствуют о присутствии следующих примесных элементов Ba, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, P, Sr, Zn в заметных количествах. Наибольший интерес вызывает примесь магния, концентрация которого достигает $\approx 0,1$ % мас. Научный и практический интерес представляет изучение процесса вхождения двухзарядных ионов с соизмеримыми кристаллохимическими радиусами в кристаллическую структуру оксалата кальция CaC_2O_4 . На примере системы CaC_2O_4/Mg^{2+} мы оценили равновесность протекания этого процесса и стандартные термодинамические характеристики. Процесс протекает по реакции:



Экспериментальная часть. Изучение фазового состава синтезированных образцов проводили на порошковом дифрактометре ДРОН-3М (CuK α излучение, кремниевый монохроматор на отраженном пучке, диапазон 5-50° 2 θ , шаг 0.03° 2 θ , накопление 1 с) [2]. Содержание основного и примесного компонентов в твердом растворе $Ca_{1-x}Mg_xC_2O_4$ определяли методом АЭС ИСП. Содержание воды в образцах оценивали методом ТГА.

Результаты и их обсуждение. На основании полученных результатов построена зависимость атомного отношения Mg/Ca в модельных растворах, ось x , к Mg/Ca в полученных твердых растворах $\text{Ca}_{1-x}\text{Mg}_x\text{C}_2\text{O}_4$, ось y (см. рис. **а**). Начиная с соотношения $\approx 0,3$ концентрация вошедших ионов Mg^{2+} остаётся постоянной, что подтверждает равновесность протекания этого процесса, соотношение $A(\text{Mg}/\text{Ca}) = 0,0070(5)$. Проведя процесс кристаллизации при разных температурах (от 25 до 70 °С) МНК была построена зависимость $\ln(A_{\text{Mg}})$ от $1/T$ (см. рис. **б**), откуда были рассчитаны $D_{\text{r}}H^\circ = +3,0(2)$ кДж/моль и $D_{\text{r}}S^\circ = -58(3)$ Дж/(Моль·К).



Выводы. Разработанная методика АЭС ИСП анализа почечных камней оксалатного типа [1] в сочетании со стандартным РФА подходом позволила предложить альтернативный способ исследования равновесных ионогенных систем на примере изучения процесса вхождения ионов Mg^{2+} в кристаллическую решетку оксалата кальция.

Список литературы

- [1]. A. Tsygankova et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 1611 012055. 2020.
[2]. A. Tsygankova et al. // JFSR. 2019. V.11, I.5, P: 1721-1726.

ИЗУЧЕНИЕ СОСТАВА НОВООБРАЗОВАННЫХ МИНЕРАЛОВ РТУТИ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

^{1,3}Густайтис М.А., ^{2,3}Шуваева О.В., ¹Мягкая И.Н.,

¹Лазарева Е.В., ^{1,3}Малов В.И.

¹ИГМ СО РАН, Новосибирск, Россия.

²ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия.

³НГУ, Новосибирск, Россия.

goustaitis_m@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_09

Известно, что ртуть присутствует в природных средах в виде различных форм, которые определяют пути ее миграции, биоусвояемости токсичность. При этом особый интерес представляют наименее изученные соединения, среди которых сульфид и селенид ртути. Показано, что подобные соединения образуются в результате биохимического процесса в присутствии сульфатредуцирующих бактерий в соответствии со схемой:



в анаэробной среде при pH от 4.5 до 8, при наличии $\text{H}_2\text{S}_{\text{газ}}$, образующегося из SO_4^{2-} и сульфатредуцирующих бактерий [1].

Для исследования процесса трансформации ртути в торфяном веществе отходов цианирования, сопровождающегося формированием минералов гипергенных условиях, был предложен подход, в основе которого лежит изучение состава новообразованных минералов ртути в твердых осадках снегового покрова, отобранных в зоне влияния Акташского горно-перерабатывающего предприятия и торфяном веществе Урского хвостохранилища.

Для реализации данного подхода применяли метод ТИ-ЭТА-ААС, сочетающий термическое испарение с электротермическим атомно-абсорбционным детектированием различных химических форм ртути [2-4] с использованием ртутного анализатора «РА-915М» с пиро-приставкой РП 91-С («Люмекс», Россия). После чего образцы, в которых была идентифицировано наличие $\text{HgS}+\text{HgSe}$ (определяются совместно), подвергали дальнейшему исследованию методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ MIRA 3 LMU Tescan, Чехия) включающего систему микроанализа INCA Energy 450+ на базе энергодисперсионного спектрометра X-MAX 80 (Oxford Instruments NanoAnalysis, Великобритания).

В результате проведенных экспериментов установлено, что перераспределение ртути в потоке рассеяния хвостохранилища и твердом осадке снега происходит с ее переотложением в виде вторичных минералов – сульфидов и селенидов ртути, размеры которых варьируют в интервале

5-10 мкм (реже мене 2 мкм). При этом селениды ртути с соотношением основных элементов – Hg/Se от 17.5/7.5 до 58/20.2 мас. %, соответствующим формульным единицам 0.08/0.09 и 0.29/0.26, были отнесены к тиманиту HgSe. Среди сульфидов ртути обнаружены зёрна, практически не содержащие примесных элементов, а также зёрна, содержащие примеси: Se (до 13.3 мас. %), I (от 1.2 до 3.7 мас. %), Zn (от 2.5 до 3.1 мас. %), Cu (от 0.8 до 2.2 мас. %), Ag (от 0.8 до 2.5 мас. %). Основной ртутьсодержащий минерал, найденный в твердом остатке снега – HgS в виде обособления хлопьевидных агрегатов.

Таким образом, показано, что использование предложенного авторами подхода может быть с успехом применено для быстрой и надежной идентификации новообразованных минералов в гипергенных условиях.

Полевые работы и геохимические исследования проводились в рамках госзадания ИГМ СО РАН в Аналитическом центре многоэлементных и изотопных исследований ИГМ СО РАН и Аналитической лаборатории ИНХ СО РАН.

Изучение снегового покрова выполнено по гранту № 18-77-10056 РФФИ.

Список литературы

- [1]. Абдрашитова С.А., Айткельдиева С.А. Микробная трансформация неорганических ионов в природных экосистемах. - Алматы, 2002-185с.
- [2]. Shuvaeva O.V., Gustaytis M.A., Anoshin G.N. Mercury speciation in environmental solid samples using thermal release technique with atomic absorption detection. *Anal. Chim. Acta*, Vol 621 (2008) P 148-154.
- [3]. M. Rumayor, J.R. Gallego, E. Rodríguez-Valdés, M. Díaz-Somoano An assessment of the environmental fate of mercury species in highly polluted brown-fields by means of thermal desorption *J. Hazard. Mater.* 324, 325 (2017), pp. 1-7
- [4]. Melero, D., Lobato, B., López-Antón, M.A. et al. *Environ Sci Pollut Res* (2019) 26: 10867.

АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ И РУДНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ АЭС-ИСП С ГРАДУИРОВКОЙ ПО ОТНОШЕНИЯМ КОНЦЕНТРАЦИЙ

¹Каримова Т.А., ²Бухбиндер Г.Л., ³Романов С.Н., ¹Качин С.В.

¹СФУ, Красноярск, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation, Красноярск

³Представительство Intertech Trading Corporation, Киев, Украина
malaeva.tatyana@bk.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_10

Градуировка по отношениям концентраций обладает значительным потенциалом повышения точности результатов анализа геологических и рудных 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, HNO₃, HF (и H₃BO₃) и сплавление со смесью Li₂CO₃ и LiOH в серебряных или платиновых тиглях при температуре 700°C. Растворение в смеси кислот осуществляли в системе подготовки проб HotBlock 200 производства Environmental Express (США), оснащенной тефлоновыми пробирками-автоклавами вместимостью 55 см³, обеспечивающими герметичность при температурах до 200°C. Для градуировки спектрометра iCAP 7400 Duo производства Thermo Fisher Scientific (США) использовали ГСО состава горных пород и руд, оксиды кальция и кремния, карбонильное железо.

При анализе геологических материалов с содержанием SiO₂ более 20% предложена формула для расчета содержаний (п.п.п – потери при прокаливании, C_{SiO2}, C_{Al2O3}... – содержания компонентов в образце):

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{SiO2}} + \frac{C_{CaO}}{C_{SiO2}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{SiO2}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{SiO2}} - 1 \quad (1)$$

Для анализа образцов, содержащих менее 20% SiO₂ и более 20% CaO в качестве основного компонента рассмотрена возможность использования оксида кальция. В этом случае для расчета содержаний элементов предложена формула:

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{CaO}} + \frac{C_{Fe2O3}}{C_{CaO}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{CaO}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{CaO}} - 1$$

Для анализа образцов железорудного сырья при расчете содержаний компонентов предложены формулы 3 – для учета кислорода, необходимого для окисления закиси железа в оксид железа, и 4, так как железо представлено в виде суммы FeO и Fe₂O₃:

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{Fe2O3}} + \frac{C_{CaO}}{C_{Fe2O3}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{Fe2O3}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.} + 0,111 * C_{FeO}}{C_{Fe2O3}} - 1$$

$$C_{Fe2O3np} = (C_{Fe2O3изм} * 0,6994 - C_{FeO} * 0,7773) * 1,4299,$$

где $C_{\text{Fe}_2\text{O}_3\text{изм}}$ – содержание оксида железа (III), измеренное на спектрометре, C_{FeO} – содержание оксида железа (II), определенное титриметрически.

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.

АНАЛИЗ ЛИТИЯ И ЛИТИЕВЫХ СОЛЕЙ МЕТОДОМ АЭС-ИСП

¹Каримова Т.А., ²Бухбиндер Г.Л., ¹Качин С.В.

¹СФУ, Красноярск, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation, Красноярск
malaeva.tatyana@bk.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_11

Производство лития, литиевых солей, гидроксида лития – один из значимых трендов развития промышленности. Основным потребителем лития и литиевых солей является производство литиевых батарей. С другой стороны, соли лития и гидроксид лития высокой и особой чистоты востребованы в аналитической химии, как средства сплавления образцов, которые невозможно полностью перевести в раствор кислотами.

Аналитический контроль производства лития и литиевых солей – важная задача, которую можно, в основном, решить с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). По сравнению с другими методами анализа, применяемыми для анализа лития и литиевых солей: АЭС с дуговым возбуждением спектра, атомно-абсорбционной спектроскопией и пламенной фотометрией, метод АЭС-ИСП имеет значительно меньший уровень матричных влияний, обладает более высокой чувствительностью и точностью, возможностью определения большего числа элементов. В литии, литиевых солях и гидроксиде лития в соответствии с требованиями нормативно-технической документации, заключаемых контрактов требуется определять более 20 примесей: Ag, Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sb, Si, Sn, Sr, Ti, V, Zn.

В настоящей работе, с целью достижения максимальной чувствительности, исследована возможность применения аксиального обзора плазмы

для анализа растворов, содержащих 2,5 г/л лития и использования градуировочных растворов, не содержащих литий. Измерения выполняли на спектрометрах iCAP 7400 Duo и iCAP PRO XP Duo производства Thermo Fisher Scientific (США).

Литий не обладает сложным спектром, поэтому выбор аналитических линий не представляет трудностей.

Однако матричные влияния в присутствии больших количеств лития при аксиальном обзоре плазмы очень значительны - за исключением Na, определение которого можно выполнять без внутреннего стандарта. Для компенсации матричных влияний использовали традиционный прием – введение внутреннего стандарта, в качестве которого была выбрана смесь скандия и рубидия. Внутренний стандарт вводили с использованием устройства автоматического добавления внутреннего стандарта, в котором через тройник смешиваются растворы образца и внутреннего стандарта, полученный раствор далее направляется на распылитель. Такой прием позволил проводить растворение гидроксида и солей лития без добавления кислот и значительно снизить уровень загрязнений во время пробоподготовки. Линии скандия: Sc II 227,312 нм, Sc II 255,237 нм, Sc II 335,373 нм, Sc II 424,683, Sc I 391,181 нм эффективно учитывают и компенсируют матричные влияния на линии определяемых элементов, за исключением линии K I 766,490 нм. Для этой линии в качестве внутреннего стандарта использовали линию Rb I 780,023 нм.

Разработана методика анализа лития, литиевых солей, гидроксида лития с использованием АЭС-ИСП. Нижние границы определяемых содержаний элементов находятся на уровне 0,01-1 ppm. Правильность разработанной методики подтверждена анализом аттестованных смесей и методом введено-найдено с результатами анализа, полученными по другим аттестованным методикам.

ПЕРСПЕКТИВЫ СИНТЕЗА И ПРИМЕНЕНИЯ МЕЗОПОРИСТЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

¹Карпов С.И., ¹Синяева Л.А., ¹Беланова Н.А., ¹Селеменев В.Ф.,

¹Хлуднева А.С., ¹Агакин А.Д., ²Рёсснер Ф.

¹ВГУ, Воронеж, Россия

²Carl von Ossietzky University, Oldenburg, Germany
karsiv@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_12

Одно из важных направлений современной аналитической химии – развитие методов анализа биологически активных веществ (БАВ) применительно к матрицам различного состава. Основная задача, на которую ориентированы данные методы связана с развитием способов извлечения,

разделения, концентрирования и определения БАВ. Как правило, обнаружение биологически активных веществ в малых концентрациях затруднено из-за сложности анализируемых матриц. Поэтому особую ценность представляет собой направление выбора наиболее подходящих способов пробоподготовки. Для решения данного типа задач применяют различные подходы. Сорбционные методы широко применяют как для концентрирования аналитов, так и для устранения примесных компонентов. В настоящей работе рассматривается современное состояние вопроса, а также проблематика синтеза и применения мезопористых наноструктурированных кремнеземов для извлечения, концентрирования и разделения биологически активных веществ. Объектами исследования в настоящей работе являются фосфолипиды (на примере, фосфатидилхолина) и полифенольные соединения, относящиеся к группе флавоноидов (на примере, кверцетина).

Появление в 90-х годах прошлого столетия наноструктурированных кремнеземов с развитой поверхностью и регулируемым размером пор позволило создать высокоэффективные сорбенты и варьировать селективность по отношению к выделяемым и определяемым химическим соединениям. Один из подходов, используемых для получения селективных материалов для предварительного концентрирования и очистки определяемых веществ, заключается в молекулярном импринтинге. Синтез молекулярно импринтированных кремнеземов (МИК) состоит в формировании полостей формы молекулы-матрицы, позволяющих избирательно выделять и определять те же молекулы (или сходные с ними). Получение таких материалов основано на золь-гель синтезе, предполагающем взаимодействие матрицы с предшественником (например, тетраэтилортосиликатом или коллоидным кремнеземом Ludox HS-40 в качестве источника SiO_2). В результате темплатного гидротермального синтеза возможно образование пористой структуры кремнезема с инкапсулированными молекулами БАВ (фосфатидилхолина или флавоноида). Матрицы на основе кремнезема, полученные с помощью темплатного синтеза могут иметь ряд существенных преимуществ по сравнению с полимерами с молекулярными отпечатками и неимпринтированными наноструктурированными материалами типа MCM-41. Жесткость матрицы кремнезема, устойчивость в агрессивных условиях и регулируемая (настраиваемая) пористость позволят добиться существенных преимуществ данных материалов по сравнению с неструктурированными аналогами.

Преимущество молекулярно импринтированных наноструктурированных материалов типа MCM-41 в большей мере связано с кинетическими и равновесными параметрами сорбции аналитов. Степень извлечения целевых компонентов при этом может возрастать с 75% (для MCM-41) до 95 % при использовании МИК в аналогичных условиях.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ВУЗам в сфере научной деятельности на 2020-2022 годы, проект № FZGU-2020-0044.

АНАЛИЗ БРОНЗОВЫХ АРТЕФАКТОВ МЕТОДОМ ОЭС-ИСП

Колмыков Р.П.

ФИЦ УУХ СО РАН, Кемерово, Новосибирск

kolmykoff.roman@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_13

Практика производства и обработки металлов является одним из важнейших маркеров развития человечества. Изучение металлических артефактов, оставленных нашими предками, позволяет получить важную информацию о стиле их жизни, уровне научно-технических знаний и состоянии окружающей среды того времени. В частности, изучая химический состав металлических находок, можно определять происхождение изделий, относить их к рудным источникам, чтобы проследивать культурно-экономические связи, существовавшие в древнем обществе, а также лучше понимать обычаи, ценности и путь его развития [1]. Чем больше элементов определяется при анализе, тем больше информации об особенностях материалов и использованных технологиях можно получить. Для подобного анализа используют ряд методов, сравнение возможностей которых приведено в работе [2].

В данном исследовании был использован метод оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ОЭС-ИСП), реализованный при помощи спектрометра iCAP 6500 DUO, который позволяет проводить одновременный мультиэлементный анализ. Представлена методика для определения элементного состава медных и бронзовых артефактов, применяя различные методы обработки получаемых результатов. В ходе проведенных исследований были подобраны оптимальные условия анализа, с использованием которых был определен элементный состав более чем 500 археологических находок.

Состав бронзовых изделий представлен медной основой и такими лигатурами как мышьяк, олово, свинец, сурьма и серебро. Набор микроэлементов в образцах варьируется, но во многом соответствует приведенному в литературе. По данным десятков зарубежных информационных источников в бронзовых находках определяют до 44 элементов разными методами и способами, которые не лишены определенных недостатков. В отечественной методической базе, согласно [3], в меди высокой чистоты определяют Ag, Al, As, Au, Bi, Cd, Co, Cr, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Te и Zn. Однако условия измерений для образцов со значительным содержанием олова, мышьяка, сурьмы и других элементов будут приводить к значительным ошибкам. По методике эмиссионного спектрального анализа [4] в бронзах определяют Al, As, Sb, Sn, Si, Ni, Pb, Fe, Zn,

Mn и Ti, чего явно недостаточно для характеристики древней бронзы. Таким образом, проводимое исследование актуально и в историческом, и в аналитическом аспектах, а также прекрасно встраивается в общемировую тренд.

Автор работы выражает благодарность Научно-аналитическому центру исследования химического состава и структуры углеродистых веществ (КемЦКП ФИЦ УУХ СО РАН) за предоставленное для ее выполнения оборудование и музею "Археология, этнография и экология Сибири" Кемеровского государственного университета за предоставленные для анализа артефакты.

Список литературы

- [1]. Crossera M., Baracchini E., Prenesti E., Giacomello A., Callegher B., Oliveri P., Adami G. // *Microchem. J.* 2019. V. 47. P. 422.
- [2]. Lyubomirova V., Djingova R., Kuleff I. // *Archaeometry.* 2015. V. 57. No. 4. P 677.
- [3]. ГОСТ Р 57061–2016. Медь. Измерение массовой доли примесей в меди методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. М., 2016. 11 с.
- [4]. ГОСТ 20068.3–79. Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по окисным стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра. М., 2002. 10 с.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МИКРОВОЛНОВОГО КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ОСНОВНЫХ И УЛЬТРАОСНОВНЫХ ПОРОД ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ МС-ИСП

^{1,2}Кравченко А.А., ²Николаева И.В., ²Палесский С.В.

¹НГУ, Новосибирск, Россия

²ИГМ СО РАН, Новосибирск, Россия

a.kravchenko4@g.nsu.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_14

Микроволновое кислотное разложение характеризуется высокой производительностью, однако не всегда гарантирует вскрытие сложной силикатной матрицы, вследствие чего этот способ не нашел широкого применения для геологических пород. Использование этого метода разложения для основных и ультраосновных пород связано с тем, что исследуемые породы характеризуются относительно низким содержанием силикатов (менее 50-60 %) и следовым уровнем определяемых примесных элементов, что предполагает необходимость разработки методики анализа с пределами обнаружения на уровне 0.0005-0.01 мкг/г [1, 2].

Целью настоящей работы является разработка методики МС-ИСП анализа основных и ультраосновных пород с микроволновым кислотным

разложением проб и ее применение для анализа природных образцов пород Кольского полуострова.

На основе результатов, полученных в серии экспериментов с изменением условий кислотного разложения исследуемых образцов (масса навески образца, соотношение используемых кислот, температура) в микроволновой системе MARS-5, выбраны оптимальные условия пробоподготовки. На первой стадии использовали смесь кислот HF/HNO₃ в соотношении 4:1 (60 минут, 190°C, давление до 20 атм), после отгонки избытка фторидов проводили обработку сухого остатка царской водкой (60 минут, 190°C, давление до 20 атм). Измерения были выполнены на ИСП масс-спектрометре с двойной фокусировкой ELEMENT, с использованием необходимого разрешения для отделения сигналов от спектральных наложений. При расчете концентраций для учета матричного влияния применяли внешнюю градуировку по многоэлементному стандартному раствору с имитацией кислотного состава проб после разложения, в качестве внутреннего стандарта использовали индий. Достиженные пределы обнаружения редкоземельных элементов составили от 0,0002 до 0,008 мкг/г. Применимость разработанной методики для анализа основных и ультраосновных пород доказана на основе результатов определения примесных элементов в геологических стандартных образцах BHVO-2 и BCR-2 (базальты), UB-N (серпентинит), JP-1 (перидотит). Погрешность определения для образцов BHVO-2, BCR-2 и UB-N составила менее 8%, для образца JP-1 – 10-35%. Предлагаемый способ пробоподготовки был успешно применен для анализа природных образцов Кольского полуострова, правильность результатов подтверждена сравнением с результатами МС-ИСП анализа после сплавления с метабора́том лития.

Список литературы

- [1]. Magaldi T., Navarro M., Enzweiler J. Assessment of Dissolution of Silicate Rock Reference Materials with Ammonium Bifluoride and Nitric Acid in a Microwave Oven // Geostandards and Geoanalytical Research. – 2019. – Т. 43, № 1. – С. 189-208.
- [2]. Fedyunina N., Seregina I., Bolshov M., Okina O., Lyapunov S. Investigation of the efficiency of the sample pretreatment stage for the determination of the Rare Earth Elements in rock samples by inductively coupled plasma mass spectrometry technique // Analytica Chimica Acta. – 2012. – Т. 713. – С. 97-102.

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АЛЬТЕРНАТИВНЫХ СПОСОБОВ
ВВОДА ПРОБ В ПЛАЗМУ
ПРИ АНАЛИЗЕ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ
МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ
НА ДВУХСТРУЙНОМ ДУГОВОМ ПЛАЗМОТРОНЕ**

^{1,2}Купцов А.В., ²Волженин А.В., ¹Лабусов В.А., ²Сапрыкин А.И.

¹ИАЭ СО РАН, Новосибирск, Россия

²ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

kuptsov@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_15

Двухструйный дуговой плазмотрон (ДДП) является перспективным источником возбуждения спектров для атомно-эмиссионного спектрального анализа. Плазмотрон позволяет использовать более высокую мощность, чем индуктивно-связанная плазма (до 15 кВт), и используется для анализа порошковых образцов различного состава. Метод ДДП-АЭС отличается такими характеристиками, как многоэлементность, высокая чувствительность, способность анализировать твердые порошковые объекты без химического разложения образцов и низкое влияние матрицы. Это делает этот метод особенно подходящим для анализа веществ и функциональных материалов высокой чистоты [1], биологических объектов [2] и горных пород [3]. Плазмотрон используется в основном для анализа порошковых проб. Для анализа металлов и сплавов необходимо переведение пробы в оксидную форму или растворение, с последующим упариванием и сушкой твердого остатка. Затем полученные образцы порошка натираются и смешиваются с порошком графита, а затем вводятся в ДДП.

Альтернативными способами введения проб в плазму являются искровой пробоотбор и распыление растворов. Принцип действия искрового пробоотбора основан на воздействии искрового разряда, создаваемого между поверхностью проводящего образца и электродом из вольфрама. Образующийся в результате воздействия твердый аэрозоль транспортируется потоком аргона в источник возбуждения спектров. Это позволяет существенно упростить процедуру пробоподготовки и сократить время анализа. Распыление в плазму ДДП растворов использовалось ранее авторами [4] для определения ряда примесей в природных водах. Для этого применяли концентрический распылитель. Изучение возможностей метода ДДП-АЭС при введении в плазму растворов является перспективной задачей ввиду того, что плазма ДДП отличается более высокой мощностью по сравнению с ИСП и, следовательно, подвержена меньшему влиянию частиц растворителя.

В работе использовали спектральный комплекс, состоящий из двухструйного дугового плазмотрона «Факел» и спектрометра «Гранд» [5]. Для искрового пробоотбора использовали установку «Аспект» [5]. Образец помещается на разрядную камеру, изготовленную из диэлектрического материала (тефлон). Регулируемый поток высокочистого аргона

проходит через зону искрового разряда в герметичной разрядной камере, подхватывает частицы пробы, полученные искровой эрозией поверхности образца и переносит твердый аэрозоль по трубке в плазму. Для ввода растворов в плазму ДДП использовали стандартный распылитель, применяющийся в ИСП спектрометрах, и кварцевую распылительную камеру с входом для дополнительного потока газа.

Использовали стандартные образцы легированной конструкционной стали ГСО-130 (табл. 1) для оптимизации условий искрового пробоотбора, распыления растворов и построения градуировочных графиков для анализа образцов стали. Для приготовления растворов, навески сталеи массой 1 грамм растворяли в HNO_3 (1:1) до прекращения выделения газа, после чего добавляли 10 мл HCl (1:1) и нагревали на водяной бане до полного растворения осадков. Полученные растворы разбавляли до нужной концентрации основы (Fe) – 50 г/л и 5 г/л.

Для оптимизации условий искрового пробоотбора изучали зависимость отношения сигнал/фон и относительного стандартного отклонения от силы тока, частоты и длительности импульса, а также времени предварительного обесквивания. В качестве оптимальных операционных параметров искрового отбора были выбраны следующие значения: сила тока 100 А, длительность импульса 150 мкс, частота импульса 500Гц и время предварительного обесквивания 30с. В данных условиях обеспечивается высокое соотношение сигнал/фон, а относительное стандартное отклонение не превышает 10%.

При оптимизации условий ввода в плазму растворов использовали параметры плазмотрона, выбранные ранее в качестве оптимальных при анализе порошковых проб – расход плазмообразующего газа 3,5 л/мин, сила тока дуги 85А, угол между струями плазмы 70°. Было изучено распределение отношения сигнал/фон в зависимости от величины распылительного потока. При малом значении распылительного потока (0,5 л/мин) большая часть аэрозоля поступает в камеру в виде крупных капель и стекает по стенкам.

Таблица 1. Содержание примесей в стандартных образцах стали ГСО-130, % мас.

№ СО	Содержание										
	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Fe
130-1	0,56	0,21	1,17	0,045	0,0077	1,2	0,82	0,082	0,57	0,091	95,29
130-2	0,40	0,28	0,62	0,014	0,025	2,0	0,23	0,28	0,25	0,44	95,48
130-3	0,20	0,14	0,22	0,036	0,011	0,32	1,6	0,19	0,43	0,26	96,54
130-4	0,12	0,45	0,20	0,005	0,046	0,7	3,4	0,039	0,093	0,002	94,90
130-5	0,052	0,74	0,67	0,047	0,009	0,84	1,4	0,12		0,002	95,87
130-6	0,26	1,5	0,53	0,029	0,006	0,41	2,5				94,74

При оптимизации условий ввода в плазму растворов использовали параметры плазмотрона, выбранные ранее в качестве оптимальных при анализе порошковых проб – расход плазмообразующего газа 3,5 л/мин, сила тока дуги 85А, угол между струями плазмы 70°. Было изучено распределение отношения сигнал/фон в зависимости от величины распылительного потока. При малом значении распылительного потока (0,5 л/мин) большая часть аэрозоля поступает в камеру в виде крупных капель и стекает по стенкам. Однако увеличение значения распылительного потока до 0,9 л/мин не оказывало существенного влияния на величину отношения сигнал/фон. Отношение сигнал/фон было низким для всех элементов. Распределение отношения сигнал/фон было пологим с максимумом в области 27 мм. Для повышения эффективности ввода в плазму жидкого аэрозоля использовали дополнительный поток аргона (0,5 л/мин), что приводило к росту отношения сигнал/фон до 10 раз в зависимости от элемента. При этом максимум распределения аналитического сигнала находился на той же высоте (рис. 1).

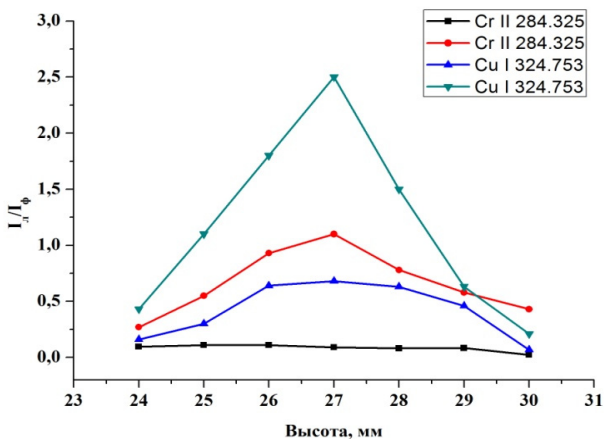


Рис. 1. Распределение отношения сигнал/фон по высоте факела ДДП при распылении растворов с использованием дополнительного потока аргона и без него.

Влияние концентрации матричного элемента на отношение сигнал/фон. Для оценки влияния концентрации железа были приготовлены растворы, содержание примесных элементы в концентрации 5 мкг/мл и матричные элементы в концентрации 50 г/л и 5 г/л. Растворы были проанализированы в условиях, выбранных ранее. Снижение отношения сигнал/фон при увеличении концентрации матричного элемента не превышает 3 раза, при этом снижение отношения сигнал/фон вызвано в первую очередь возрастающим значением фонового сигнала, в то время как интенсивность аналитических линий практически не изменялась. Это связано

с высокой мощностью плазматрона и позволяет использовать более концентрированные растворы.

Оценку метрологических характеристик метода ДДП-АЭС с искровым пробоотбором при анализе сталей. Градуировку и оценку пределов обнаружения выполняли по стандартным образцам стали ARMCO GCO 130. Примеры градуировочных графиков, построенных по монолитным стандартным образцам (искровой пробоотбор) и растворам приведены на рис. 2а и 2б. Величина R^2 составляла не менее 0,986 в случае искрового пробоотбора и не менее 0,970 при использовании растворов. В качестве внутреннего стандарта использовали линии основы (Fe) с низкой интенсивностью.

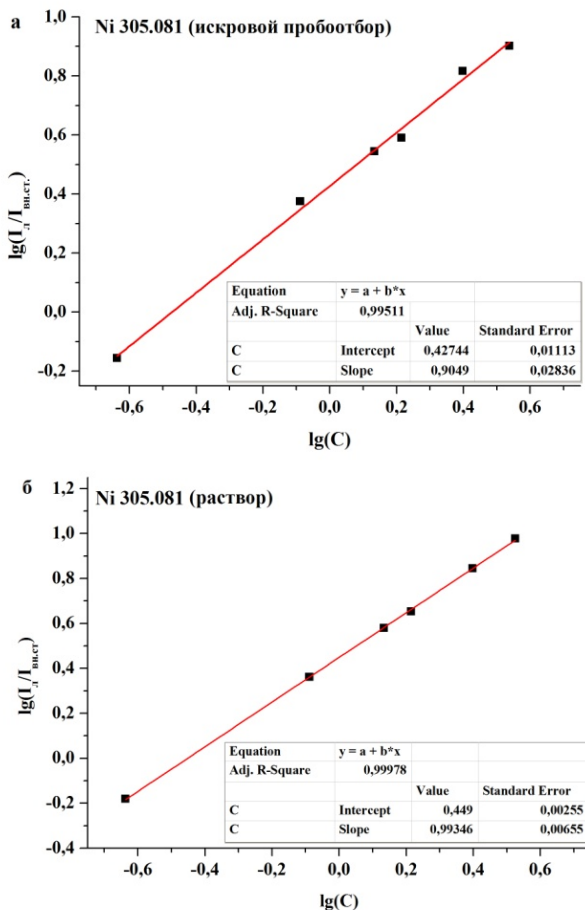


Рис. 2. Градуировочные графики, построенные по монолитным стандартным образцам (2а) и растворам (2б).

Пределы обнаружения элементов при ДДП-АЭС анализе сталей с искровым пробоотбором и при введении в плазму растворов рассчитывали по 3 σ -критерию вариации фонового сигнала вблизи аналитической линии. При использовании искрового пробоотбора они составляют $n \cdot 10^{-5}$ % мас. для Mn и V; $n \cdot 10^{-4}$ % мас. для Cr, Cu и Ni; $n \cdot 10^{-3}$ % мас. для Mo и Si. В случае распыления растворов пределы обнаружения находились в диапазоне от $n \cdot 10^{-4}$ до $n \cdot 10^{-2}$ % мас., что выше, чем при анализе аналогичных объектов методом ДДП-АЭС с искровым пробоотбором. Тем не менее, полученных пределов обнаружения достаточно для определения интересующих элементов в образцах сталей.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта 19-33-60059.

Список литературы

- [1]. Shelpakova I.R. et al. Spectral methods for analysis of high-purity gallium with excitation of spectra in the two-jet arc plasmatron // J. Anal. At. Spectrom., 2002.
- [2]. Tsygankova A.R., Kuptsov A.V., Narozhnykh K.N. et al. Analysis of trace elements in the hair of farm animals by atomic emission spectrometry with DC arc excitation sources // J. Pharm. Sci. & Res., 2017.
- [3]. Yudelevich I.G. et al. A two-jet plasmatron for the spectrochemical analysis of geological samples // Spectrochim. Acta Part B, 1984.
- [4]. Урманбетов К., Таштанов Р.А., Жеенбаев Ж.Ж. Усовершенствованный двухструйный плазматрон и его возможности в атомно-эмиссионном спектральном анализе // Аналитика и контроль, 2005.
- [5]. Лабусов В.А., Гаранин В.Г., Зарубин И.А. Новые спектральные комплексы на основе анализаторов МАЭС // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2017.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СОРБЦИИ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ НА МОДИФИЦИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Левченко Л.М., Сагидуллин А.К., Сапрыкин А.И.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

luda@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_16

В настоящее время в технологиях очистки сточных вод наибольшее распространение получили методы сорбции. Отличием является несложное аппаратное оформление, большой выбор различных сорбентов, проведение процесса очистки до санитарного уровня по примесям металлов при малых затратах [1-7].

Целью работы было исследование процессов сорбции тяжелых металлов из растворов на новых нанопористых углеродных модифицированных сорбентах (НУМС). Процесс сорбции модельной сточной воды от примесей тяжелых металлов на НУМС-Ж, НУМС-О проводили в динамических условиях на модельных растворах. Сорбенты имели удельную поверхность 385,9 м²/г, суммарный объем пор до 1.0 м³/г, механическую прочность 220 кг/см², содержание йода 10%, содержание кислородсодержащих групп на углеродной поверхности 4.5% [8-10].

Состав модельной сточной воды приведен в таблице 1. Эксперименты по очистке сточной воды проводили в динамических условиях на адсорбционных колонках диаметром 24 мм, с высотой слоя сорбента 22-25 см, навески сорбентов были равны 56 г (НУМС-О) и 61 г (НУМС-Ж). Скорость подачи сточной воды через адсорбционную колонку устанавливалась от 1.1 до 2.2 мл/мин. Через каждую колонку было пропущено по 3.5-4.5 литров сточной воды (рН-5.5-6). Отбор проб проводили каждый час. Концентрации примесей металлов в сточной воде на входе и выходе из адсорбционной колонки определялись методом атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Динамическую обменную емкость до проскока (за проскок принимали превышение ПДК по каждому металлу) ДОЕ, мг/г сорбентов НУМС-Ж и НУМС-О рассчитывали по динамическим выходным кривым (зависимостям изменения выходной концентрации металла от пропущенного объема раствора). ДОЕ = $C_{me} V_p / m$, где C_{me} – концентрация металла, мг/мл, V – объем, мл – пропущенной сточной воды до проскока, m – масса сорбента, г.

Таблица 1. Состав сточной воды, мг/л.

№	Ионы металлов	$C_{исх}$	$C_{ПДК}$
1	Fe ²⁺	10	1.0
2	Mn ²⁺	0.55	0.1
3	Cu ²⁺	0.33	0.1
4	Cr ⁶⁺	0.30	0.02
5	Zn ²⁺	0.90	0.1
6	Ni ²⁺	0.10	0.1

На рисунках 1-3 представлены зависимости выходной концентрации Fe²⁺, Mn²⁺, Ni²⁺, Cr⁶⁺, Cu²⁺, Zn²⁺ от объема пропущенной сточной воды через адсорбционную колонку (выходные кривые сорбции) для сорбентов НУМС-Ж (красная кривая) и НУМС-О (чёрная кривая). Отмечается, что сорбент НУМС-О имеет наибольшие величины динамической обменной емкости (таблица 2) и обеспечивает очистку раствора до уровня ПДК и ниже в отличие от сорбента НУМС-Ж. Наиболее наглядно это представлено кривых сорбции ионов марганца, железа, меди и хрома. Для всех металлов, за исключением алюминия, в силу его амфотерности, сорбент НУМС-О оказался наиболее эффективным сорбентом.

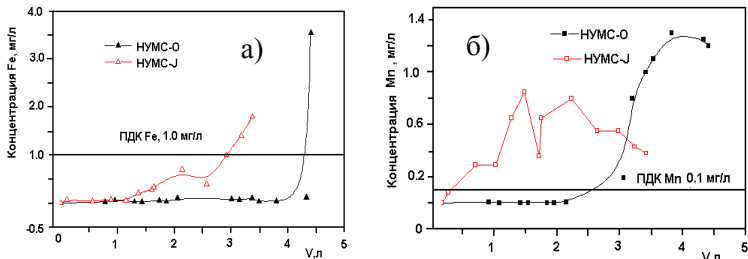


Рис. 1. Выходные кривые сорбции ионов Fe^{2+} (а) и Mn^{2+} (б).

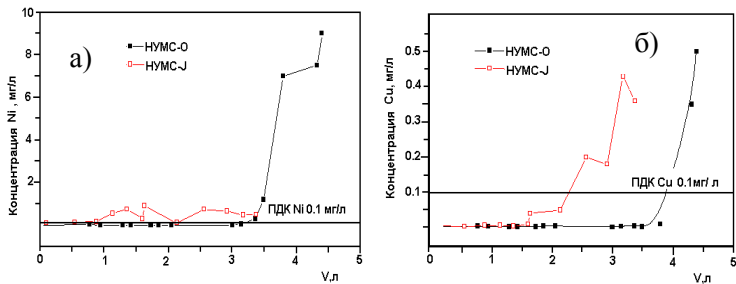


Рис. 2. Выходные кривые сорбции ионов Ni^{2+} (а) и Cu^{2+} (б).

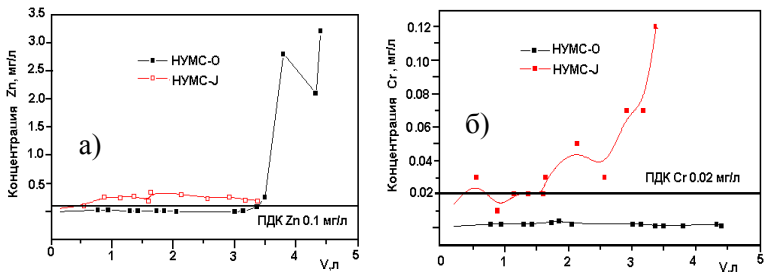


Рис. 3. Выходные кривые сорбции ионов Zn^{2+} (а) и Cr^{6+} (б) УМС-Ж и HУМС-О

Таблица 2. Величины динамической обменной емкости примесей металлов

№	Ионы металлов	$C_{исх.}$, мг/л	$C_{кон.}$, мг/л	$V_{проп.}$, мл	Кол-во, мг на сорбенте	ДОЕ, мг/г
1	Fe^{2+}	10	0.02	4325	43.25	0.77
2	Mn^{2+}	0.55	0.004	3005	1.63	0.03
3	Zn^{2+}	0.33	0.03	3365	1.11	0.02
4	Cu^{2+}	0.30	0.004	4325	1.3	0.02
5	Ni^{2+}	0.90	0.02	3365	3.03	0.05
6	Cr^{6+}	0.10	0.002	4405	0.44	>0.01

Из рисунков 1-3 видно, что сорбент НУМС-0 (с кислородсодержащими группами на углеродной поверхности) имеет наибольшие величины динамической емкости (таблица 2) и обеспечивает очистку раствора до уровня ПДК и ниже в отличие от сорбента НУМС-1.

Вероятно, это объясняется медленным гидролизом солей в растворах, в частности, для Fe^{3+} полный гидролиз достигается через 5-6 месяцев и реакция гидролиза осложняется параллельными процессами гидролитической полимеризации и оксоляции. Образование малорастворимых соединений в нашем случае, вероятно, происходит одновременно с процессом хемосорбции на углеродной поверхности.

Таким образом, показано, что сорбент НУМС-0 является универсальным сорбентом для доочистки растворов до уровня ПДК от примесей Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Cr^{5+} , вследствие образования на углеродной поверхности малорастворимых гидроксидов металлов. Сорбент НУМС-0 был испытан в количестве 10 кг в процессе очистки сточной воды Института от примесей тяжелых металлов и показал свою эффективность.

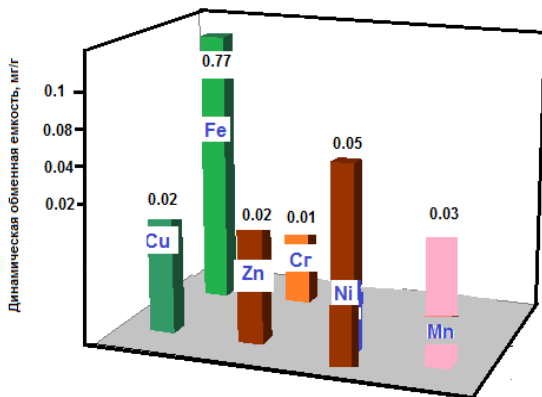


Рис. 4. Динамическая обменная емкость до проскака нанопористого окисленного углеродного сорбента (НУМС-0) по ионам Fe^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{6+} и Mn^{2+} при pH раствора сорбата 5,5-6.

Список литературы

- [1]. Ibarra J, Moliner R. Удаление ионов тяжелых металлов из сточных вод с помощью сульфированного бурого угля // Fuel, 1984.
- [2]. Ludwig G., Simon J. Очистка промышленных сточных вод от тяжелых металлов с помощью фильтров с гранулированным сорбентом на основе торфа // Geol Jahrb., 1983.
- [3]. Ковалев И.А., Сорокина Н.М., Цизин Г.И. Выбор эффективного сорбента для динамического концентрирования тяжелых металлов из растворов // Вестн. Моск. ун-та. Сер. 2. Химия, 2000

- [4]. Скороходов В.И., Аникин Ю.В., Радионов Б.К. Сорбционное извлечение цветных металлов из шахтных вод // Цветные металлы, 2000.
- [5] Wei Li, Li-bo Zhang, Jin-hui Peng, et. al. // Industrial Crops and Products, 2008.
- [6]. Сагидуллин А.К., Смоляков Б.С., Левченко Л.М., Галицкий А.А., Бычков А.Л. Сорбция ионов кадмия из водных растворов на нанопористых модифицированных углеродных сорбентах // ЖПХ, 2013.
- [7]. Б. С. Смоляков, А. К. Сагидуллин, В. В. Шемякин, Л. М. Левченко, А. А. Галицкий. Модифицированные углеродные сорбенты для очистки водоемов, загрязненных токсичными металлами (Zn, Cd, Cu) // ЖПХ, 2015.
- [8]. Шавинский Б.М., Левченко Л.М., Митькин В.Н. Иодированный углеродный материал как сорбент ртути. Получение, свойства, специфика применения // Химия в интересах устойчивого развития, 2008.
- [9]. Головизина Т.С., Левченко Л.М., Митькин В.Н., Шелудякова Л.А., Керженцева В.Е. Функциональные кислородсодержащие группы на окисленной поверхности наноуглеродного материала // Журнал неорганические материалы, 2010.
- [10]. Левченко Л.М., Галицкий А.А., Сагидуллин А.К., Шемякин В.В., Шуваева О.В., Сапрыкин А.И. Экологические перспективные технологии извлечения примесей токсичных и тяжелых металлов из водных сред // Сборник материалов X Международной научно-производственной конференции, 1-2 октября 2014 г., Новосибирск.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ МС ИСП АНАЛИЗА ПРАЗЕОДИМА

¹Лундовская О.В., ^{1,2}Цыганкова А.Р., ^{1,2}Медведев Н.С.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

lundovskaya@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_17

В современном наукоемком производстве редкоземельные металлы (РЗМ) используют при получении ряда функциональных материалов (ФМ). Высокочистый празеодим используют в оптической и электротехнической сферах высокотехнологичного производства, а также в некоторых областях медицины. Известно, что примесный состав оказывает значительное влияние на физико-химические свойства ФМ на основе РЗМ. Разделение, очистка и анализ РЗМ являются сложными многостадийными процессами, поэтому крайне важен тщательный аналитический контроль каждой стадии получения ФМ на основе РЗМ. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП) это наиболее перспективный метод количественного химического анализа празеодима. Наряду с такими достоинствами, как многоэлементность и низкие пределы обнаружения аналитов, метод МС ИСП имеет и ограничения. В их число входят поли-

атомные интерференции, вызывающие увеличение сигнала фона и ухудшение пределов обнаружения аналитов. Один из способов устранения полиатомных интерференций это использование столкновительной ячейки при МС ИСП анализе. Стоит отметить, что для эффективной работы столкновительной ячейки требуется тщательная оптимизация инструментальных параметров ее работы.

Целью данной работы является создание масс-спектральной методики анализа празеодима, обеспечивающей определение широкого списка примесей с минимальными пределами обнаружения. Для снижения полиатомных спектральных интерференций при МС ИСП анализе использовали реакционно-столкновительную ячейку, заполненную гелием. При работе использовали квадрупольный МС ИСП спектрометр iCAP Qc (Thermo Scientific). Выбраны концентрация матричного элемента (50 мкг/мл) и мощность ИСП (1600 Вт), обеспечивающие наиболее низкие ПО аналитов. Для эффективной реализации инструментальных возможностей МС ИСП анализа со столкновительной ячейкой оптимизировали поток гелия через ячейку (1,6 мл/мин) и потенциал ячейки (-32 В). Установлено, что пределы обнаружения Ag, Ga, Hf и Rb находятся на уровне $n \times 10^{-6}$ % мас., для Ba, Be, Co, Hg, Ho, In, Li, Mn, Mo, Sb, Sm, Sn, Sr, Ta, Te, Tm, V, Y, Yb и Zr – $n \times 10^{-5}$ % мас., на уровне $n \times 10^{-4}$ % мас. для Al, Au, Bi, Ca, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Nb, Ni, Pb, Re, Sc, Se, Tl и W; $n \times 10^{-3}$ % мас. – Ce, Fe, Gd, K, La, Na, Ti и Zn. Показано, что использование столкновительной ячейки позволяет существенно уменьшить полиатомные интерференции и снизить пределы обнаружения Na в 20 раз, K в 12 раз и Fe в 3 раза. Правильность разработанной методики МС ИСП анализа празеодима подтверждена экспериментом «введено-найдено». Предложенная МС ИСП методика позволяет определять в празеодиме содержание 49 примесных элементов в интервале концентраций от 5×10^{-6} до 3×10^{-3} % мас., внутрилабораторная прецизионность не превышает 15-20 %.

Работа выполнена в соответствии с планом НИР ИНХ СО РАН по проекту V.45.1.4. № госрегистрации 0300-2016-0020.

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ВЫСОКОЧИСТОГО КАДМИЯ С ПОМОЩЬЮ КОМПЛЕКСА АЭС ИСП И МС ИСП МЕТОДИК

¹Лундовская О.В., ^{1,2}Сапрыкин А.И.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

lundovskaya@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_18

Получение, анализ и исследование свойств высокочистых веществ являются одним из приоритетных направлений развития современной науки. По мере повышения чистоты веществ проявляются их новые свойства. Практически важные свойства проявляются только с определенного уровня их чистоты. Общепринятым является определение чистоты по содержанию примесей в анализируемом веществе, чем больше число определяемых примесей, тем больше приближение вещества к определению «высокочистое». Кадмий высокой степени чистоты используется для получения полупроводниковых материалов типа А^{IV}В^{IV}, детекторов, регистрирующих гамма и рентгеновское излучение, фотоэлектрических ячеек.

В ходе разработки инструментальных и комбинированных методик анализа кадмия проведены систематические исследования по влиянию концентрации матричного компонента кадмия, скорости подачи раствора, мощности плазмы на величину аналитического сигнала при атомно-эмиссионном и масс-спектрометрическом с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП и МС ИСП) определении примесей в кадмии. Предложены подходы к разработке комбинированных методик, сочетающих предварительное отделение матрицы в варианте электротермического испарения и вакуумной отгонки перед последующим определением примесей атомно-эмиссионным и масс-спектрометрическими методами. В табл. 1 приведены пределы обнаружения (ПО) примесных элементов.

Таблица 1. ПО примесных элементов в кадмии высокой чистоты, достигаемые с помощью комплекса разработанных методик, % мас.

Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min.}	Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min}	Аналит	C _{min}
Ag ⁵	6·10 ⁻⁹	Cu ⁵	4·10 ⁻⁸	Li ⁴	6·10 ⁻⁸	Pt ²	3·10 ⁻⁸	Te ²	8·10 ⁻⁶
Al ³	1·10 ⁻⁶	Dy ⁵	2·10 ⁻⁹	Lu ⁵	2·10 ⁻¹⁰	Rb ¹	7·10 ⁻⁷	Ti ⁵	3·10 ⁻⁸
As ⁵	3·10 ⁻⁸	Er ⁵	1·10 ⁻⁹	Mg ⁴	2·10 ⁻⁸	Re ⁵	7·10 ⁻¹⁰	Tl ²	1·10 ⁻⁶
Au ⁵	4·10 ⁻⁹	Eu ¹	3·10 ⁻⁷	Mn ⁵	7·10 ⁻⁹	Sb ⁵	2·10 ⁻⁸	Tm ²	3·10 ⁻⁸
B ⁴	3·10 ⁻⁷	Fe ⁴	3·10 ⁻⁷	Mo ⁵	4·10 ⁻⁸	Sc ²	1·10 ⁻⁶	V ⁵	8·10 ⁻⁹
Ba ⁵	6·10 ⁻⁹	Ga ⁵	3·10 ⁻⁹	Na ⁴	5·10 ⁻⁷	Se ²	2·10 ⁻⁵	W ⁵	2·10 ⁻⁷
Be ⁵	2·10 ⁻⁹	Gd ⁵	4·10 ⁻⁸	Nb ⁵	5·10 ⁻⁸	Si ¹	1·10 ⁻⁵	Y ⁵	5·10 ⁻⁸
Bi ⁵	2·10 ⁻⁸	Hg ²	3·10 ⁻⁶	Hf ⁵	5·10 ⁻⁹	Sm ⁵	2·10 ⁻⁹	Yb ⁵	2·10 ⁻⁹
Ca ⁴	2·10 ⁻⁷	Ho ⁵	7·10 ⁻¹⁰	Nd ²	5·10 ⁻⁶	Sn ⁵	3·10 ⁻⁸	Zn ⁴	1·10 ⁻⁷
Ce ²	1·10 ⁻⁷	In ⁵	3·10 ⁻⁸	Ni ⁵	2·10 ⁻⁸	Sr ⁴	1·10 ⁻⁸	Zr ⁵	6·10 ⁻⁸
Co ⁵	2·10 ⁻⁹	K ⁴	1·10 ⁻⁶	P ¹	2·10 ⁻⁶	Ta ⁵	7·10 ⁻⁹	–	–
Cr ⁵	6·10 ⁻⁸	La ⁵	8·10 ⁻⁹	Pb ⁵	6·10 ⁻⁹	Tb ⁵	1·10 ⁻⁹	–	–

Примечание. ПО достигнуты согласно методикам:

¹ – инструментальная АЭС ИСП; ² – инструментальная МС ИСП; ³ – ЭТИ АЭС ИСП; ⁴ – комбинированная АЭС ИСП; ⁵ – комбинированная МС ИСП.

Используя разработанный комплекс методик может быть охарактеризован кадмий чистотой 6N4 (99,99994 %) по содержанию 58 примесей.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ ПРОБ ПРИ ИСП-МС И ИСП-АЭС АНАЛИЗЕ ВЕЩЕСТВ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Медведев Н.С., Сапрыкин А.И.
ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия
medvedev@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_19

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) это высокоинформативные методы количественного химического анализа. Эти методы отличают многоэлементность, низкие пределы обнаружения аналитов и динамический диапазон 6-8 порядков величины.

Стандартный способ введения проб в ИСП при ИСП-МС и ИСП-АЭС анализе это пневматическое распыление растворов. Этот способ введения проб отличает простота использования, высокая стабильность аналитического сигнала и универсальность, однако он имеет ряд недостатков. К их числу относят малую эффективность использования анализируемого раствора (обычно она не превышает 1-2 %) и необходимость существенного разбавления анализируемой пробы (как правило, более чем в 10^3 раз). Это приводит к снижению сигналов аналитов, возрастанию сигнала контрольного опыта, повышению вероятности внесения неконтролируемых загрязнений, что ухудшает пределы обнаружения и ограничивает возможности методов ИСП-МС и ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Электротермическое испарение (ЭТИ) это альтернативный высокоэффективный способ введения проб в ИСП. Этот способ введения проб основан на испарении материала проб с нагреваемой подложки (как правило, это графитовая кювета). При использовании ЭТИ не требуется значительного разбавления пробы, а для анализа достаточно 10-50 мкл образца. Целью работы была оценка аналитических возможностей методов ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Показаны преимущества и ограничения использования ЭТИ при анализе высокочистых кадмия, молибдена, вольфрама, оксида германия. Выбраны инструментальные параметры ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа. Изучено поступление аналитов и элементов основы проб в ИСП

при различных программах нагрева ЭТИ. Применение отдельного (фракционного) испарения основы проб и аналитов позволило существенно снизить спектральные влияния. Предложены способы прямого ЭТИ-ИСП-АЭС анализа твердых проб и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа с предварительным концентрированием примесей отгонкой основы проб. Показано, что использование ЭТИ позволяет снизить пределы обнаружения аналитов на величины до двух порядков. Правильность результатов ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа подтверждена экспериментами «введено-найдено» и сравнением с результатами, полученными независимыми методами.

СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ИСП-МС С КВАДРУПОЛЬНЫМ МАСС-АНАЛИЗАТОРОМ И ИСП-МС ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ПРИ ИЗОТОПНОМ АНАЛИЗЕ

¹Медведев Н.С., ²Потапов А.М., ²Отопкова П.А., ¹Сапрыкин А.И.

¹*ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия*

²*ИХВВ РАН, Нижний Новгород, Россия*

medvedev@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_20

Полиатомные интерференции это одно из ограничений метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) с квадрупольным масс-анализатором. Как правило, полиатомные интерференции вызваны ионами, образующимися из плазмообразующего газа и компонентов, входящих в состав анализируемых растворов. Сигналы полиатомных ионов накладываются на сигналы аналитических изотопов, в результате происходит существенное возрастание фонового сигнала, значительное ухудшение пределов обнаружения и, в ряде случаев, невозможность проведения количественных измерений. Один из способов снижения полиатомных интерференций это использование реакционно-столкновительных ячеек. Для эффективного снижения интерференций необходима оптимизация инструментальных параметров работы ячейки.

Спектрометры высокого разрешения с магнитным масс-анализатором обладают разрешением на уровне $n \cdot 10^3$ и более, и лишены указанных ограничений, связанных с полиатомными интерференциями. Стоит отметить, что в ряде случаев при увеличении разрешения возможно снижение чувствительности. Кроме того, ИСП-МС спектрометры высокого разрешения менее распространены и требуют более высокой квалификации для их эксплуатации. Важной задачей при ИСП-МС анализе изотопно обогащенных материалов является правильный выбор концентрации анализируемых растворов для того, чтобы измеряемые сигналы аналитических изотопов соответствовали динамическому диапазону детектора.

Целью работы было сравнение возможностей изотопного анализа обогащенных материалов методом ИСП-МС с квадрупольным масс-анализатором и ИСП-МС высокого разрешения. Представлены результаты изотопного анализа обогащенного селена и кремния. Выбрана оптимальная концентрация анализируемых растворов для проведения изотопного анализа обогащенных материалов. Изучено влияние параметров работы реакционно-столкновительной ячейки на эффективность снижения полиатомных интерференций. Проведено обсуждение преимуществ и ограничений квадрупольных ИСП-МС спектрометров и ИСП-МС спектрометров высокого разрешения применительно к анализу изотопно-обогащенных селена и кремния.

БИОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕЗВРЕЖИВАНИЕ СОЕДИНЕНИЙ ФОСФОРА

¹Миндубаев А.З., ³Бабынин Э.В., ²Бадеева Е.К., ²Волошина А.Д.,

²Минзанова С.Т., ²Миронова Л.Г., ³Акосах Й.А.

¹*ИЭПТ ФИЦ ФИЦ КазНЦ РАН, Казань, Россия*

²*ИОФХ ФИЦ КазНЦ РАН, Казань, Россия.*

³*ГАОУ ВПО Казанский (Приволжский) федеральный университет,
Казань, Россия.*

mindubaev-az@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_21

Соединения фосфора находят широкое применение в промышленности и сельском хозяйстве. В наших работах [1-6] получены культуры микроорганизмов, растущие в присутствии ряда токсичных соединений фосфора, в том числе белый и красный фосфор. Микробы превращают их в фосфат, безвредный для окружающей среды. Это подтверждено аналитическими физико-химическими методами. Предлагаемый нами метод позволяет производить очистку сточных вод предприятий и загрязненных территорий.

Эта работа была выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 14-08-31091 мол_а, и Фонда содействия инновациям, проект № 39113 (заявка № С1-34299)

Список литературы

[1]. Миндубаев А.З., Алимова Ф.К., Волошина А.Д., Горбачук Е.В., Кулик Н.В., Минзанова С.Т., Тухбатова Р.И., Яхваров Д.Г. Способ детоксикации белого фосфора с применением штамма микроорганизмов *Trichoderma asperellum* ВКПМ F-1087 // Патент на изобретение № 2603259 от 1.11.2016. Бюл. 33. Дата приоритета 28. 07. 2015 г. Регистрационный номер 2015131380 (048333). Решение о выдаче патента от 29. 08. 2016 г.

- [2]. Миндубаев А.З., Волошина А.Д., Бабынин Э.В., Бадеева Е.К., Хаяров Х.Р., Минзанова С.Т., Яхваров Д.Г. Микробиологическая деградация белого фосфора // Экология и промышленность России, 2018
- [3]. Миндубаев А.З., Кузнецова С.В., Евтюгин В.Г., Даминова А.Г., Григорьева Т.В., Романова Ю.Д., Романова В.А., Бабаев В.М., Бузюрова Д.Н., Бабынин Э.В., Бадеева Е.К., Минзанова С.Т., Миронова Л.Г. Влияние белого фосфора на выживаемость, протеом и клеточную морфологию *Aspergillus niger* // Прикладная биохимия и микробиология, 2020
- [4]. Mindubaev A.Z., Kuznetsova S.V., Evtyugin V.G., Daminova A.G., Grigoryeva T.V., Romanova Y.D., Romanova V.A., Babaev V.M., Buzyurova D.N., Babynin E.V., Badeeva E.K., Minzanova S.T., Mironova L.G. Effect of White Phosphorus on the Survival, Cellular Morphology, and Proteome of *Aspergillus niger* // Applied Biochemistry and Microbiology, 2020
- [5]. Миндубаев А.З., Бабынин Э.В., Бадеева Е.К., Пискунов Д.Б., Махиянов А.Н., Минзанова С.Т., Миронова Л.Г., Волошина А.Д. Генотоксичность и цитогенетическое действие белого фосфора // Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология, 2019
- [6]. Mindubaev A.Z., Babynin E.V., Voloshina A.D., Saparmyradov K.A., Akosah Y.A., Badeeva E.K., Minzanova S.T., Mironova L.G. The possibility of neutralizing white phosphorus using microbial cultures // Известия Национальной академии наук Республики Казахстан. Серия химии и технологии, 2019

ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЙ ПОРОШКА НА ОСНОВЕ ПОЛИАМИДА-12 В ПРОЦЕССЕ 3D-ПЕЧАТИ

Мокшина Н.Я., Хрипушин В.В., Ефимов А.С., Морозов Н.Д.

ВУНЦ ВВС "Военно-воздушная академия

им проф. Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина, Воронеж, Россия

moksnad@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_22

В настоящее время активно развиваются методы цифровой цветометрии и морфологического анализа цифровых изображений. Этими методами контролируют цвет, морфологию объектов анализа, устанавливая количественное соотношение между цветовыми, морфологическими характеристиками и качеством продукции. Цифровые технологии позволяют количественно измерять параметры цвета объектов, их количество и форму, что обуславливает актуальность исследования возможностей компьютерной цветометрии в качественном и количественном анализе материалов, применяемых для 3D-печати.

Цель исследования состояла в разработке методик, основанных на компьютерной обработке изображений, применимых для оценки старения полиамидного порошка, используемого в цикле 3D-печати методом селективного лазерного спекания [1]. Изучались порошки для 3D-принтеров

на основе полиамида-12 (ПА-12) марки PA2200. ПА-12 представляет собой алифатический гетероцепной линейный полимер белого цвета, получаемый полимеризацией лактама аминододекановой кислоты в присутствии воды и кислотных катализаторов. Изделия из ПА-12 работоспособны при температуре от -60 до 60 °С, кратковременно – при 120 °С, их водопоглощение не превышает $2,0\%$ [2].

Для моделирования процессов старения порошка в нерабочую зону камеры 3D-принтера устанавливались стеклянные боксы с неплотно закрытой крышкой, наполненные вторичным порошком ПА-12. После образцы проходили весь процесс печати: заполнение рабочей камеры азотом, нагревание до 175 °С в течение 24 часов, охлаждение.

Цифровые изображения получали с использованием цифровых фотокамер, планшетных сканеров, web-камер, IP-камер. Представляется интересным использование камер, встроенных в цифровые гаджеты (смартфоны, планшеты) и облачных сервисов для хранения цифровых изображений. Разрешение сканирования – 200 dpi, глубина цвета – TrueColor (32 bit), формат – jpg. Сканирование и первичная обработка цифровых изображений проводились с использованием прилагаемого к сканеру программного обеспечения, постобработка – в программе, написанной в среде пакета Mathcad [2]. После ввода в программу графического файла выделялась интересующая область и рассчитывались интегральные параметры цвета моделей RGB. Цветное изображение дифференцировали на три монохромные составляющие: красного R, $\lambda=700$ нм; зеленого G, $\lambda=546$ нм; синего B, $\lambda=436$ нм.

Установлено изменение цвета вторичного порошка ПА-12 в зависимости от продолжительности термического воздействия и газовой среды. Можно выделить три определяющих фактора, вызывающих деградацию свойств смешанного порошка: изменение фазового равновесия в полимере; уменьшение однородности структуры; увеличение молекулярно-массового распределения порошка вследствие термоокислительной деструкции.

Список литературы

- [1]. Lipson H., Kuman M. Fabricated: The New World of 3D Printing. Wiley, 2013
- [2]. Хрипушин В.В., Мокшина Н.Я., Пахомова О.А. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2018

ОЦЕНКА НЕОРЕДЕЛЕННОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА

¹Образовский Е.Г., ^{1,2}Сен Н.И.

¹НГУ, Новосибирск, Россия

²ООО «Центр технологий Лантан», Бердск, Россия

e_obrazovskii@ngs.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_23

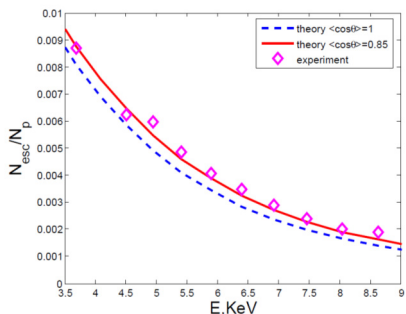
Энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный метод анализа находит широкое применение благодаря высокой экспрессности, многоэлементности и неdestructивности процесса анализа. Аналитическим сигналом служит характеристическое рентгеновское излучение, регистрируемое полупроводниковыми **Si(Li)**- или **Ge**-детекторами. В настоящей работе рассмотрены специфические для данного метода факторы, влияющие на неопределенность результатов анализа.

При регистрации рентгеновского излучения возникают специфические аппаратурные эффекты появления дополнительных пиков (пиков вылета), связанных с вылетом из чувствительной области детектора характеристического рентгеновского излучения материала детектора. Пики вылета налагаются на аналитические линии определяемых элементов, что может внести заметный вклад в погрешность анализа. Для конечного расстояния от источника излучения до детектора относительные величины пика вылета характеристического излучения из детектора с высокой точностью аппроксимируется выражением (1), где M – отношение коэффициентов поглощения материалом детектора рентгеновского излучения материала детектора и регистрируемого излучения, а $\langle \cos(\Phi) \rangle$ – среднее значение косинуса угла падения регистрируемого излучения на поверхность детектора.

$$N_{esc}/N_p = A(1 - \langle \cos(\Phi) \rangle \log(1 + M/\langle \cos(\Phi) \rangle) / M) \quad (1)$$

На рисунке приведено сопоставления теоретических и экспериментальных значений пиков вылета для **Si(Li)** полупроводникового детектора, полученных на спектрометре QUANTX (Thermo Electron Corporation).

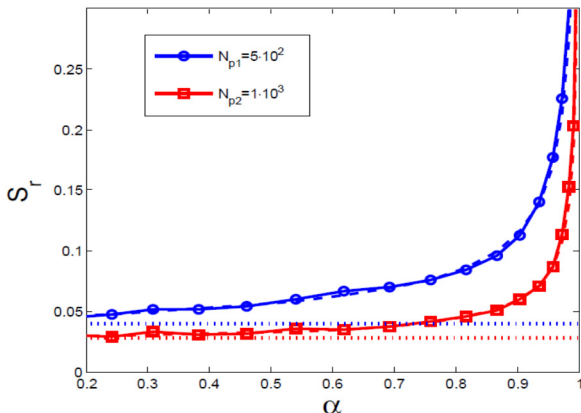
Конечное значение энергетического разрешения (R) спектрометра приводит к перекрытию пиков определяемых и мешающих элементов, что может внести заметный вклад в общую погрешность анализа. Рассмотрены ограничения на точность определения площадей перекрывающихся пиков, обусловленные статистическим характером регистрируемого аналитического сигнала. Относительное стандартное отклонение (S_r) погрешности определения площади одного пика (N_1), перекрывающегося



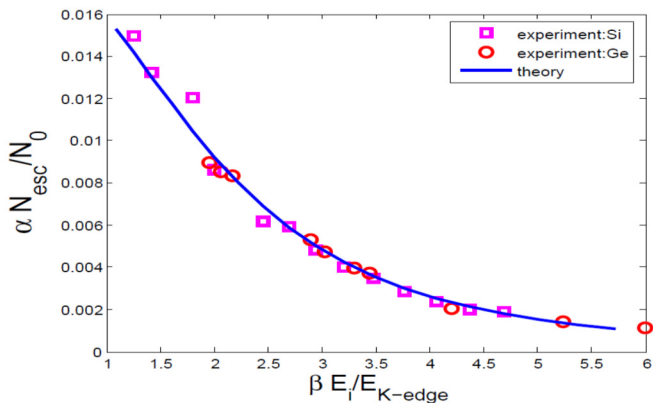
с другим пиком площади (N_2), определяется соотношением (2), где величина a ($0 < a < 1$) – степень перекрытия пиков (доля площади одного пика, попадающая область определения площади другого пика).

$$S_r = [(1+a-a^2) + N_2/N_1]^{(1/2)} / (1+a) [(1-a)N_1]^{(1/2)} \quad (2)$$

На рисунке приведено сопоставления теоретического значения с данными моделирования. Для моделирования использовались аппаратные спектры полупроводникового германиевого детектора, модифицированные путем добавления пуассоновского шума. Приведенные данные иллюстрируют существенное увеличение погрешности определения площадей пиков при увеличении степени их перекрытия.



Сравнение характеристик детекторов из разных материалов (не только **Si(Li)** и **Ge**-детекторов, но и перспективных детекторов – **CdTe**, **HgI₂**), может быть проведено на основе анализа зависимости коэффициентов фотоэлектрического поглощения от энергии рентгеновского излучения. Эти данные могут быть представлены универсальной зависимостью после соответствующего преобразования масштаба. В качестве примера на рисунке приведен единый теоретический график для сравнения пиков вылета для **Si**- и **Ge**-детекторов и экспериментальные результаты. Исходные данные отличаются более чем на порядок, однако после масштабного преобразования (коэффициенты a , b на осях) хорошо согласуются друг с другом и с универсальной теоретической зависимостью.



Таким образом, проведенный учет специфических источников погрешностей позволяет оценить неопределенность энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного метода анализа.

ЭКСПРЕСС-ТЕСТЫ С ТЕТРАДЕНТАТНЫМ ХЕЛАТИРУЮЩИМ АГЕНТОМ ДЛЯ ИЗБИРАТЕЛЬНОЙ ИНДИКАЦИИ СОЕДИНЕНИЙ

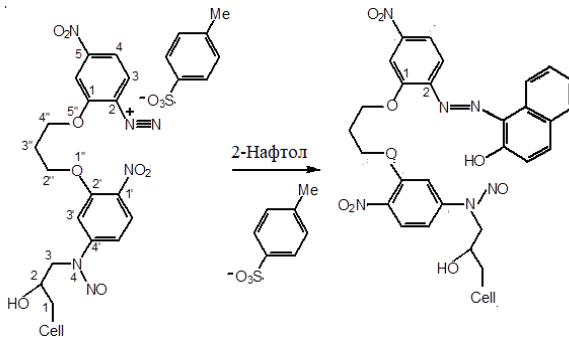
Островская В.М.

*ФАУ «25 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии Министерства обороны РФ», Москва, Россия
ostrigic@mail.ru*

DOI: 10.26902/UDL2020_24

Реагентные индикаторные бумаги с тетраденатным хелатирующим агентом получены взаимодействием эпоксицированной целлюлозной бумаги с 1,5-бис(2-амино-5-нитрофенил)-1,5-диоксапентаном, с последующим диазотированием [1]. Изготовлены реагентные индикаторные полосы (РИП) на основе 1-[2-(целлюлозо-2-гидроксипропиламино)-5-нитрофенил]-5-(2-диазо-5-нитрофенил)-1,5-диоксапентана (Диазореагент), РИП имели светло-желтую окраску и вступали в реакцию азосочетания с арилсоединениями, содержащими amino- и гидроксигруппы, с образованием тетраденатных азосоединений, как это показано на примере 2-нафтола на схеме:





Ранее реакции азосочетания диазосоединений с арилсоединениями применялись в спектрофотометрии, но считались групповыми (практически не селективными), так как максимумы поглощения азосоединений находятся в основном в коротковолновой области электронного спектра [2, 3], как и в настоящей работе, в которой для достижения избирательности определения ряда amino- и гидрокси-арилсоединений предложено использовать аналитическую реакцию темплейтного азосочетания с промежуточным образованием хелатообразующего тетрадентатного реагента типа $[NO_3]$ или $[N_2O_2]$ в присутствии ионов металлов с конечным образованием внутрикомплексных соединений (хелатов) с разнообразным хромоформным эффектом. При этом была достигнута избирательность для определения родственных соединений методом спектроскопии диффузного отражения (рис. 1, 2).

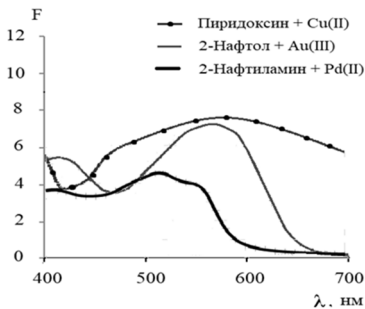


Рис. 1. Спектры диффузного отражения в функции F (Кубелки, Мунка) продуктов азосочетания диазореагента с amino- и гидрокси-соединениями.

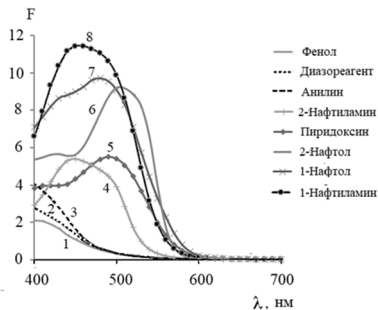


Рис. 2. Спектры диффузного отражения тех продуктов азосочетания, которые в присутствии определенных ионов металлов дали избирательные bathochromic сдвиги

Соединения, указанные на рис. 2, могут быть определены в форме хелатов в присутствии других соединений, указанных на рис. 1, в том числе анилина и фенола, являющихся сопутствующими примесями функциональных веществ и мешающих анализу. При этом сохраняется возможностью проводить эффективное концентрирование следовых количеств

аналитов и достичь нижней границы определяемых концентраций $c_{\text{мин}}$ 0.5 ppm в жидких средах, благодаря ковалентному закреплению индикаторов.

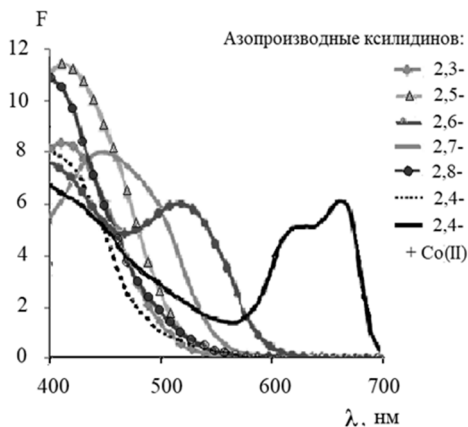


Рис.3. Спектры диффузного отражения продуктов азосочетания диазореагента с 6 изомерами ксилидина (диметиланилина).

На рис. 3 показано, что спектры азопроизводных 6 изомеров ксилидина мало различимы, но в присутствии ионов кобальта спектр 2,4-ксилидина смещен батохромно на 250 нм, что позволило провести его определение в смеси его изомеров. Хромогенные темплетные реакции азосочетания в присутствии ионов металлов позволили определять топлива, лекарства и объекты окружающей среды.

Таким образом прием перехода от определения суммы изомеров и родственных соединений к более селективному способу их определения предложен реакций азосочетания с помощью бидентатного диазореагента в присутствии ионов металлов.

Список литературы

- [1]. Островская В.М., Шпигун Л.К., Шушеначев Я.В. Индикаторная полоса РИБ-Диазо-Тест для индикаторного средства по определению подлинности лекарственного вещества. Пат. № 2680391 РФ // Б.и., 2019, № 5.
- [2]. Hansen S.H., Pedersen-Bjergaard S., Rasmussen K.E. Introduction to pharmaceutical chemical analysis. Publ. Online: 2011.
- [3]. Глущенко Н.Н., Плетнева Т.В., Попков В.А. Фармацевтическая химия, М.: Академия, 2004

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА МОЧЕВЫХ КАМНЕЙ ПАЦИЕНТОВ ТОМСКОЙ ОБЛАСТИ

Пичугина А.А., Цыро Л.В.

СурГУ, Сургут, Россия

alina.com9@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_25

В настоящее время исследованию биоминералов уделяется огромное внимание, т.к. их образование оказывает негативное влияние на функционирование организма. Состав биоминералов сложен и многообразен, т.к. организм человека содержит в себе как органические, так и неорганические соединения [1, 2]. Так мочевые камни представляют собой сложный многофазный материал, включающий в себя неорганические кристаллы и органическую матрицу [3]. Поэтому исследование состава таких биоминералов затруднено вследствие того, что происходит образование множества фаз, имеющих одни и те же химические формулы или комбинации различных компонентов. В связи с этим исследование состава мочевых камней может помочь в понимании механизмов их формирования, а также для разработки профилактических мероприятий для лечения подобных заболеваний.

В данной работе методом рентгенофазового анализа (РФА) проведено исследование состава порядка 40 мочевых камней, удаленных хирургическим путем у пациентов Томской области.

Согласно данным РФА, состав исследуемых мочевых камней сложен и многообразен, т.к. включает в себя различные неорганические и органические соединения, которые в совокупности и образуют мочевой камень. Так по данным РФА было установлено, что в мочевых камнях удаленных у пациентов Томской области встречаются такие соединения как фосфаты и гидрофосфаты магния и кальция ($Mg_3(PO_4)_2(H_2O)_4$, $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$, $Ca_{10}(PO_4)_6(CO_3)_{0,5}(OH)$, $(Fe, Mg)Al_2(PO_4)_2(OH)_2$); оксалаты кальция в виде weddellite ($CaC_2O_4 \cdot 2H_2O$) и whewellite ($CaC_2O_4 \cdot H_2O$); мочевая кислота и ее соли ($C_5H_4N_4O_3$, $C_5H_2N_4O_3Na_2$, $C_2H_4N_4O_2$), а также минералы содержащие в себе соли аммония и фосфатов магния и кальция, которые носят общее название струвиты ($(NH_4)MgPO_4 \cdot 6H_2O$, $MgNH_4PO_4 \cdot H_2O$, $(NH_4)_2Ca_3(P_2O_7)_2 \cdot 6H_2O$, $NH_4Ca_2H_3(P_2O_7)_2 \cdot H_2O$, $Ca(NH_4)_2H_2(P_2O_7)_2$). Обнаруженные в мочевых камнях соединения являются типичными компонентами, образующими мочевой камень. Образование тех или иных компонентов в организме человека связано с различными факторами, такими как, возраст, пол, различные инфекции, питание, потребляемая вода и т.д.

Таким образом, исследование мочевых камней методом рентгенофазового анализа показало, что у пациентов Томской области встречаются различные типы мочевых камней, а именно фосфатные, оксалатные, уратные и струвитные.

Список литературы

- [1]. Унгер Ф.Г., Цыро Л.В., Пичугина А.А., Афанасьев Д.А., Киселев С.А. Электронный спиновый резонанс и рентгенофазовый анализ биоминералов // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Естественные науки, 2016.
- [2]. Wilson E.V., Junaid Bushiri M., Vaidyan V.K. Characterization and FTIR spectral studies of human urinary stones from Southern India // Spectrochim. Acta, Part A, 2010.
- [3]. Ali A.M., Raj N.A.N., Kalainathan S., Palanichamy P. Microhardness and acoustic behavior of calcium oxalate monohydrate urinary stone // Mater. Let., 2008.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ИСП-АЭС, ИСП-МС И КЭ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА ПАРО-ГАЗОВОГО ПОТОКА, ФОРМИРУЮЩЕГОСЯ НАД ТЕХНОГЕННЫМИ ОТХОДАМИ

^{2,3}Подолинная В.А., ^{2,3}Волынкин С.С., ^{1,3}Бушмелева Е.А.

¹НГУ, Новосибирск, Россия

²ИНГГ СО РАН, Новосибирск, Россия

³ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

v.podolinnaia@g.nsu.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_26

Существует множество источников атмосферного загрязнения, как естественного, так и антропогенного происхождения. Техногенные системы, такие как сульфидные хвостохранилища золотоперерабатывающей промышленности – одни из самых опасных. Деятельность микроорганизмов приводит к выбросу летучих производных серы и селена, а также сам материал хвостохранилищ является источником аэрозолей и газов, содержащих металлы (Hg, Pb) и металлоиды (As, Se). Данные газы, ультрамелкие частицы и наночастицы формируют низкотемпературный паро-газовый поток [1], который способен преодолевать огромные расстояния, вовлекаться в глобальный перенос элементов. Стоит отметить, что механизмы образования низкотемпературного паро-газового потока на данный момент изучены недостаточно.

Целью данной работы является изучение состава конденсата, образующегося при охлаждении паро-газового потока, формирующегося над материалами сульфидных хвостохранилищ в условиях лабораторного модельного эксперимента с применением методов атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС), масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), Single particle ICP-MS и капиллярного электрофореза (КЭ). Дополнительно охарактеризовать состав низкотемпературного паро-газового потока позволяет качественная регистрация наночастиц элементов с применением метода Single particle ICP-MS. В данной работе, для качественной регистрации наночастиц и определения общих содержаний элементов применяли масс-

спектрометр Agilent 8800 (США), а для контроля правильности проведения анализа и определения макроэлементов в составе конденсатов – атомно-эмиссионный спектрометр Thermo Scientific iCAP 6500 Duo (США). Основной ионный состав конденсатов определяли с применением системы капиллярного электрофореза «Капель-105М» (Люмекс, Россия).

В результате проведенных исследований предложена методология отбора проб конденсатов паро-газового потока в лабораторных условиях при помощи лабораторной установки. Определены содержания основных элементов и микроэлементов хвостохранилищ в составе конденсатов паро-газового потока методами ИСП-АЭС и ИСП-МС. Наибольшие значения соответствуют Si, Ca, Na, K, Mg (50-3000 мкг/л). Так же, в конденсатах присутствуют основные элементы хвостохранилищ Pb, Zn, Fe, Cu, Mn на уровне 5-70 мкг/л и As, Se, Hg, Au на уровне <10 мкг/л. Согласно результатам анализа методом КЭ, конденсаты в основном содержат сульфат-анион, хлорид-анион, нитрат-анион и гидрокарбонат-анион. С применением метода SP-ICP-MS зарегистрировано присутствие элементов в конденсатах в виде наночастиц, которое определяется режимом сбора конденсатов и условиями хранения проб. Ряд элементов может присутствовать в конденсатах как в виде растворимых форм, так и в виде наночастиц – золото, олово, свинец, селен, мышьяк, ртуть, барий.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-05-00126.

Список литературы

[1]. Bortnikova S. et al. Mechanisms of low-temperature vapor-gas streams formation from sulfide mine waste //Science of the Total Environment, 2019.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СПЕКТРАЛЬНЫХ БУФЕРОВ В АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ

¹Полякова Е.В., ²Васильева М.А.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

e_polyak@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_27

Среди различных вариантов атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС) все большее распространение получают источники с возбуждением спектров в микроволновой плазме (МП). Имеющиеся на рынке аналитического оборудования модели спектрометров в качестве плазмообразующего газа используют азот, который генерируют из воздуха, что значительно дешевле использования высокочистого аргона. Области применения АЭС МП неуклонно расширяются [1]. Значительный интерес представляет анализ «простых» природных объектов, например, вод, в которых МП могла бы конкурировать с индуктивно-связанной плазмой.

Значительная часть природных объектов имеет высокую минерализацию и содержит в качестве основных катионов щелочные или щелочноземельные металлы. Температура азотной МП не превышает 6000К, матричные влияния, присущие АЭС, в ней проявляются сильнее. Для учета возникающих матричных влияний в литературе предлагается использовать различные методы, такие как метод добавок (требует значительных временных затрат на каждую пробу и линейных градуировочных функций), добавление основного элемента в градуировочные растворы (для природных вод с варьирующим содержанием основного элемента не подходит), малоизученный метод мультиэнергетической градуировки и т.д. На наш взгляд наиболее перспективным вариантом представляется буферирование плазмы добавлением элементов с невысокими потенциалами ионизации, которые определяют параметры плазмы, а влияние присутствующих в пробе матричных элементов становится незначимым.

Цель настоящей работы - изучение возможности использования элементов с потенциалами ионизации ($E_{\text{ион}}$) менее 6 эВ (Al, Eu, Sm, Rb, Ba, Li, In, Ga, La) в качестве спектрального буфера в АЭС МП для определения основных щелочных и щелочноземельных элементов (Ca, Mg, Ba, K, Na, Li) в природных минерализованных водах.

В ходе работы выбран диапазон концентрации азотной кислоты, в котором аналитические сигналы элементов не изменяются – 1-2.5%. Определены концентрации буферных элементов, при которых аналитические сигналы аналитов постоянны (не изменяются при небольшом варьировании концентрации буферного элемента), они составляют 75-150 мг/л. Показано, что литий и алюминий не подходят для использования в качестве буферных, т.к. даже небольшое изменение их концентрации приводит к изменению условий в плазме, что подтверждается изменением отношения $Mg(II)/Mg(I)$. В присутствии буферных элементов определены содержания аналитов в поровых водах озера Баган (НСО), результаты подтверждены методом «введено-найденно». Найденные концентрации аналитов совпадают при различных разбавлениях пробы (содержании основных матричных элементов). Наилучшие результаты получены при использовании рубидия и индия в качестве спектрального буфера.

Список литературы

[1]. Williams C.B., Amais R.S., Fontoura B.M., Jones B.T., Nobrega J.A., Donati G.L. Recent developments in microwave-induced plasma optical emission spectrometry and applications of a commercial Hammer-cavity instrument // Tr. Anal. Chem, 2019.

ИССЛЕДОВАНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ МЕДИЦИНСКИХ ПОРИСТЫХ СТЕКОЛ

¹Рахимова О.В., ^{2,3}Цыганова Т.А.

¹ЛЭТИ им. В.И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия

²ИХС РАН, Санкт-Петербург, Россия

³Санкт-Петербургский Научный центр РАН, Санкт-Петербург, Россия
olga-18061963@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_28

Модифицированные пористые стекла (ПС) применяются в различных областях медицины: векторная доставка лекарственных препаратов [1], биосовместимые композиции для ортопедии и травматологии [2], сенсорные элементы для микрофлюидных чипов для детектирования протекания иммунных реакций [3].

Традиционное представление о биологической стабильности высококремнеземного ПС связано с тем, что этот материал близок по составу к кварцевому стеклу и состоит на 93-98% из кремнезема [4].

Целью настоящей работы было исследование биологической активности двух ПС составов (мас. %): ПС 8Б (0.2Na₂O·4.2B₂O₃·95.5SiO₂·0.1Al₂O₃), ПС НФФ (0.17Na₂O·5.96B₂O₃·93.75SiO₂·0.07P₂O₅·0.05F), полученных в результате кислотной проработки двухфазных щелочноборосиликатных стекол (ЩБС) 8Б (7.6Na₂O·20.4B₂O₃·71.9SiO₂·0.1Al₂O₃), НФФ (6.8Na₂O·22.1B₂O₃·70.4SiO₂·0.19P₂O₅·0.52F). Концентрация ПС в маточном растворе составляла 1.0 г/л. Исследование биологической активности ПС проводилось методом биотестирования водных вытяжек мелкодисперсных порошков ПС (размер зерен ≤ 0,063 мм) с разбавлениями 1:1, 1:10 и 1:100 на приборе «Биотестер - 2М». В качестве тест-объекта использовали *Paramecium caudatum* (инфузория туфелька).

В результате было установлено, что превышение уровня умеренной токсичности наблюдается только для свежеприготовленного образца стекла ПС НФФ, что может быть связано с наличием в этом образце оксида фтора [5]. При разбавлении анализируемых проб в соотношении 1 : 100, а в случае свежеприготовленного образца ПС НФФ даже при соотношении 1 : 10 наблюдается инверсия индекса токсичности в сторону отрицательных значений. Это явление может быть связано с тем, что концентрации соединений эссенциальных элементов в водных вытяжках становятся оптимальными для жизнедеятельности тест-объекта (инфузорий).

Полученные результаты свидетельствуют о том, что существует необходимость более детального изучения биологической активности ПС, используемых в медицине.

Работа выполнена в рамках государственного задания по Программе фундаментальных научных исследований государственных академий наук (на 2019/2021 № АААА-А19-119022290087-1).

Список литературы

- [1]. Kai Cheng and Christopher C. Landry Diffusion // J. Am. Chem. Soc., 2007.
- [2]. Свентская Н.В., Голикова П.В., Лукина Ю.С., и др. // Успехи в химии и химической технологии, 2012.
- [3]. Evstrapov A., Esikova N., Rudnitskaja G., Antropova T. // Optica Applicata, 2010.
- [4]. Двухфазные стекла структура, свойства, применение. Под ред. Б.Г. Варшала. Л.: Наука, 1991.
- [5]. Christie Jamieson K., Ainsworth Richard I., de Leeuw Nora H. // Biomaterials, 2014.

СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СОРБЦИОННО-АКТИВНЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЭКСПРЕССНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ЛЕГКО- И СРЕДНЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ВЛАЖНОГО ГАЗА

^{1,2}Родинков О.В., ^{1,2}Постнов В.Н., ^{1,2}Александрова Н.А.,

^{1,2}Петрунина А.Р., ^{1,2}Бугайченко А.С.

СПбГУ, Санкт-Петербург, Россия

Институт химии СПбГУ, Санкт-Петербург, Россия

rodinkov@rambler.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_29

С концентрированием органических соединений из влажного газа приходится иметь дело при анализе атмосферного и выдыхаемого воздуха, а также при парофазном анализе водных растворов, который включает газоадсорбционное концентрирование аналитов из потока газа-экстрагента и их последующее хроматографическое определение. Традиционные объемно-пористые углеродные сорбенты, например, активные угли, не обеспечивают достаточно высокой скорости массообмена, что является причиной большой длительности сорбционного концентрирования. Значительного повышения эффективности адсорбционного концентрирования можно достигнуть за счет поверхностно-слоистых сорбентов, в которых мелкодисперсный сорбционно-активный материал (САМ) находится в порах крупнодисперсного носителя. Особенно эффективны сорбенты на основе углеродных САМ, содержание которых может достигать до 40 % от массы носителя из пористого политетрафторэтилена [1].

Цель работы – сравнение аналитических возможностей различных углеродных САМ и схем сорбционного концентрирования органических соединений с различной летучестью. Критериями сравнения служили удельная поверхность (УП), удельные объемы удерживания $V_{R(уд)}$ тестовых веществ с температурой кипения в диапазоне от 50 до 200 °С и возможность термической десорбции (ВТД) сорбированных аналитов. Основные результаты выполненных исследований приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики исследованных углеродных сорбентов.

Углеродный сорбент	УП, м ² /г	Дихлорметан		Пентанол-1		Фенол	
		$V_{R(уд)}$, л/г	ВТД	$V_{R(уд)}$, л/г	ВТД	$V_{R(уд)}$, л/г	ВТД
Карбопак С	12	<1	Да	1,4±0,1	Да	6,4±0,4	Да
Порохром*	18	<1	Да	2,3±0,2	Да	10,2±0,7	Да
Карбопак В	110	18±1	Да	59±6	Да	360±30	Нет
Нанотрубки Вауг	250	46±2	Да	93±8	Да	430±30	Нет
Карбоксен 1000	880	240±20	Да	580±40	Нет	2500±200	Нет
Актив. уголь СКТ	1200	210±23	Да	1470±80	Нет	3400±300	Нет
Актив. уголь ФАД	1400	270±25	Да	1830±120	Нет	4200±300	Нет

Примечание. * – носитель, модифицированный 10 % мас. пироуглерода.

Как следует из представленных результатов, при сорбционном концентрировании легколетучих органических соединений (с температурой кипения до 100 °С) наиболее эффективными углеродными САМ являются активные угли. Однако для этих сорбентов невозможна термодесорбция среднелетучих аналитов, десорбцию которых, однако, можно осуществлять с помощью подходящего для последующего ВЭЖХ определения органического растворителя, например, ацетонитрила. Среднелетучие аналиты, например, фенолы могут быть сконцентрированы на углеродных сорбентах с относительно небольшой удельной поверхностью (карбопак С, порохром, модифицированный пироуглеродом) с последующей термодесорбцией и газохроматографическим определением. Авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку настоящей работы (грант № 20-03-00285).

Список литературы

- [1]. Rodinkov O.V., Bugaichenko A.S., Vlasov A.Yu. // *Talanta* 2014. V. 119. P. 407.
- [2]. Родинков О.В., Вагнер Е.А., Бугайченко А.С. и др. // *Журн. аналит. химии*. 2019. Т. 74. № 9. С. 673.

ГАЗОЭКСТРАКЦИОННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА УРОВНЕ ПДК

Родинков О.В., Петрунина А.Р., Грега М.Е., Бугайченко А.С.

СПбГУ, Санкт-Петербург, Россия

Институт химии СПбГУ, Санкт-Петербург, Россия

rodinkov@rambler.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_30

Обеспечение экологической безопасности предусматривает контроль уровня загрязненности атмосферного воздуха населенных мест и воздуха жилых и административных зданий. В настоящее время практически отсутствуют готовые методические решения и средства получения стандартных газовых смесей (СГС) высокотоксичных органических соединений в указанных объектах с концентрациями на уровне предельно допустимых (ПДК). Известные способы получения СГС подобных соединений (фенол, изомерные крезолы, пентанол-1 и др.) либо слишком длительны и трудоемки, либо позволяют получать СГС с концентрациями целевых компонентов, многократно превосходящими их ПДК. Наиболее простым методом получения СГС с заранее заданными концентрациями целевых компонентов, в частности, на уровне ПДК, является динамическая газовая экстракция, основанная на равновесном распределении этих компонентов между жидкой фазой и потоком газа-экстрагента [1].

Цель настоящей работы – оценка возможностей динамической газовой экстракции летучих органических соединений из жидких растворов применительно к генерированию СГС с заданными концентрациями этих соединений.

В результате проведенных исследований установлено, что, варьируя концентрацию целевых компонентов в водной фазе C_L в диапазоне от 1 мг/л до 1 г/л, можно задавать концентрации аналитов в потоке генерируемой СГС (C_G), исходя из условия межфазного равновесия:

$$C_G = C_L/K,$$

где K – коэффициент межфазного распределения целевого компонента, равный отношению его концентраций в жидкой и газовой фазе при равновесии и который в указанном концентрационном диапазоне приобретает характер константы и не зависит от концентрации компонента. По мере пропускания потока газа-экстрагента через раствор целевого компонента его концентрация в генерируемой СГС уменьшается по уравнению:

$$C_G = C_G^0 \exp\left(-\frac{W_G t}{V_L K}\right) \quad (1),$$

где C_G^0 – концентрация целевого компонента в начальный момент времени $t = 0$; W_G – объемная скорость потока газа-экстрагента; V_L – объем раствора целевого компонента. При прочих равных условиях, чем больше K , тем в меньшей степени изменяется C_G . Согласно уравнению (1), при использовании 1 л водных растворов целевых компонентов объемы генерируемых СГС, в которых концентрация отвечает условию $C_G/C_G^0 > 0,98$, составляют для фенола ($K = 52000$) – 1030 л, для *m*-крезола ($K = 56000$) – 1100 л, для бутанола ($K = 4700$) – 93 л и для пентанола-1 ($K = 4100$) – 81 л. Значения K даны для 20°C. Дополнительная возможность для увеличения объема генерируемой СГС с практически постоянной концентрацией целевых компонентов возникает за счет её разбавления газом-разбавителем (очищенным воздухом). При разбавлении объемы СГС возрастают прямо пропорционально степени разбавления. Разбавление (до 100 раз) в работе осуществляли с помощью автономного формирователя газовых потоков ФГП («Хроматэк-Кристалл»).

Авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку настоящей работы (грант № 20-03-00285).

Список литературы

[1]. Платонов И.А., Родинков О.В., Горбачева А.Р. и др. Методы и средства приготовления стандартных газовых смесей // Журнал аналитической химии. 2018. Т. 73. № 2. С. 83.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНОГО АЗОТА В ГИДРООЧИЩЕННОМ ВАКУУМНОМ ГАЗОЙЛЕ

Сайко А.В., Надеина К.А., Климов О.В.

*Институт катализа СО РАН, Новосибирск, Россия
saiko@catalysis.ru*

DOI: 10.26902/UDL2020_31

Нефть и нефтепродукты представляют собой очень сложную смесь углеводородов и гетероатомных соединений. Сера и азот являются наиболее распространенными гетероатомами, на их долю приходится до 6 % мас., в нефтепереработке им уделяют особое внимание.

Как правило, N-соединения в нефтепродуктах можно разделить на две группы в соответствии с их химическими характеристиками: нейтральные и основные. Нейтральные азотные соединения обычно включают пиррол, индол, карбазол и их алкилированные и бензоаналоги. Основные виды азота обычно включают пиридин, хинолин, бензохинолин и их алкилированные аналоги [1]. Ввиду сложного матричного состава нефтепродуктов,

идентификация N-содержащих соединений, присутствующих в низких концентрациях представляет собой сложную аналитическую задачу [2].

В работе предложена титриметрическая методика для анализа основного азота в вакуумном газойле (ВГО), полученного в процессе гидроочистки сырья для каталитического крекинга. Разработанный подход основан на методиках UOP 269 ISO 9702 и ГОСТ 57571 для анализа отвердителей эпоксидных смол. В основе анализа лежит реакция основного азота с хлорной кислотой в среде безводной уксусной кислоты, детектирование точки эквивалентности проводили на автоматическом титраторе Аквилон АТП-02 с рН-электродом ЭСЛК-01.7. Методики были существенно адаптированы для анализа сложного состава ВГО.

Методика апробирована для анализа вакуумного газойля, полученного в процессе гидроочистки сырья для каталитического крекинга в присутствии разных пакетов катализаторов в следующих условиях: P = 5,0 МПа, T = 340-370°C, объемная скорость подачи сырья = 0,65 ч⁻¹, H₂/сырье = 625 нл/л. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Параметр	Сырье	Пакет катализаторов Co-Mo/Ni-Mo				Катализатор Co-Ni-Mo			
		340	350	360	370	340	350	360	370
T, °C	-	340	350	360	370	340	350	360	370
S, ppm	7500	704	437	256	144	819	527	312	155
N _{общ.} , ppm	1100	775	660	556	480	749	603	491	372
N _{осн.} , ppm	336	179	148	108	76	173	126	83	42
N _{осн.} / N _{общ.} , %	30	23	22	19	16	23	21	17	11

Определение общего содержание серы и азота проводили по методикам ASTM D5443 и ASTM D 4629 на приборе Xplorer-NS Instruments.

Было показано, что пакеты катализаторов обладают различной гидродеазотирующей способностью, как в отношении общего азота, так и в отношении основного азота. С помощью предложенной методики было установлено, что основной азот обладает большей реакционной способностью в процессе гидроочистки ВГО. Глубина деазотирования в присутствии триметаллического катализатора достигает 66 %, при этом доля основного азота составляет лишь 11 %.

Работа выполнена в рамках государственного задания Института катализа СО РАН.

Список литературы

- [1]. Glaucia H. C., Prado, Yuan R., Klerk A. Energy Fuels. 2017. V. 31. P. 14.
 [2]. Na L., Xiaoliang M., Qingfang Z., Chunshan S. Energy Fuels. 2010. V. 24. № 10. P. 5539.

ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ СЕЛЕКТИВНОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ СЕРАОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СЫРЫХ НЕФТЕЙ

Савонина Е.Ю., Катасонова О.Н., Марюткина Т.А.

ГЕОХИ РАН, Москва, Россия

savoninae@mail.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_32

Актуальность поиска эффективных экстракционных систем для выделения различных соединений серы из нефти обусловлена возможностью получить больше информации о генезисе нефти, а также упростить процесс нефтепереработки, связанный с необходимостью удаления серы.

В большинстве публикаций, посвященных изучению селективного или группового выделения соединений серы из нефти и нефтепродуктов приведены результаты, полученные на модельных растворах, в качестве матрицы использованы легкие фракции нефти или органические растворители (октан и т.д.). Число публикаций, посвященных извлечению соединений серы из нефтей, весьма незначительно. Очевидно, это связано с тем, что экстракционные системы на основе легких нефтяных фракций и столь сложного многокомпонентного объекта как нефть показывают различную эффективность.

Выполнены экспериментальные исследования по изучению селективности органических и неорганических экстрагентов при извлечении соединений серы из модельных растворов на основе гептана, октана, бензина и полиметилсилоксана (ПМС), а также двух сырых нефтей: образец №1 (повышенной вязкости, $\mu = 13,82$ сПз, $\rho = 0,8584$ г/см³, общее содержание серы 1,14 % мас.), образец №2 (сверхвязкая, $\mu = 49,28$ сПз, $\rho = 0,9194$ г/см³, общее содержание серы 2,46 % мас.). Во все образцы были сделаны добавки различных сераорганических соединений (СОС): тиофенов (тиофен, дибензотиофен), меркаптанов (тиофенол, додекантиол) и сульфидов (диметилсульфид) для оценки селективности экстрагентов к представителям определенных групп сераорганических соединений. Выбор экстракционных систем был проведен на основе литературных данных. Изучена эффективность следующих экстрагентов для извлечения серы из модельных растворов: диметилформамид (ДМФА), метанол, ацетонитрил, метилпирролидон, дметилацетамид (ДМА), моноэтаноламин (МЭА), полиэтиленгликоль (ПЭГ200), диэтиленгликоль (ДЭГ), водные и водно-спиртовые растворы NaOH различной концентрации. Полученные результаты показали, что эффективность извлечения серы очень сильно зависит от используемой матрицы модельного раствора. Наименьшую селективность экстрагенты показали при использовании ПМС в качестве основы модельного раствора, наибольшую – в случае октана. Отмечено, что несмотря на отсутствие селективности к конкретным представителям групп, сераорганических соединений, метилпирролидон, ДМА и ДМФА являются наиболее эффективными экстрагентами для извлечения СОС

из модельных растворов. При извлечении СОС из нефти выбор экстрагента оказался крайне простым. Учитывая сложный состав сырых нефтей, экстрагент должен практически не смешиваться с образцом, обладать помимо селективности высокой экстракционной ёмкостью. В качестве экстрагентов были использованы метанол, МЭА, ацетонитрил, ДЭГ, водные и водно-спиртовые растворы NaOH различной концентрации). Среди исследуемых экстрагентов, лишь растворы NaOH показали возможность применения для селективного извлечения меркаптанов из сырых нефтей. Работы по изучению возможности селективного извлечения СОС из нефтей будут продолжены.

Авторы выражают благодарность РФФИ (грант 18-03-00904) за финансовую поддержку.

НЕПОДВИЖНЫЕ ФАЗЫ НА ОСНОВЕ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ ДЛЯ КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Шашков М. В., Сидельников В.Н.
ИК СО РАН, Новосибирск, Россия
shashkov@catalysis.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_33

Традиционный способ повышения термостабильности неполярных неподвижных жидких фаз для капиллярной хроматографии основан на уменьшении подвижности гибкого полисилоканового скелета полимера путем вставки в него жестких фрагментов, уменьшающих гибкость, таких как силариленовые фрагменты или карборановые группы. Другим подходом к решению данной задачи является поперечная сшивка силоксанового полимера, которая препятствует образованию полисилоксановых циклов. Что касается полярных фаз на основе полиэтиленгликоля, а также высокополярных фаз с цианопропильными или трифторпропильными группами, то повышение их термостабильности не может быть реализовано данными методами.

В настоящее время можно говорить о появлении нового поколения неподвижных фаз, которые единственные среди всех известных фаз не являются полимерами – **ионные жидкости** (ИЖ). ИЖ обладают уникальным сочетанием свойств, среди которых: высокая вязкость, низкая летучесть и хорошая термостабильность при высокой полярности. Другим важным преимуществом ИЖ является разнообразие их возможных структур и относительная простота их создания, что обеспечивает разнообразие их свойств, в первую очередь, селективности.

В настоящее время наиболее изучены и коммерчески доступны колонки с ИЖ на основе алкил-замещенных имидазольных и фосфониевых катионов. Анионная часть представлена ионом бис-(трифторметилсульфо-

нил)-имида (NTf₂), который отвечает за свойства гидрофобности и термостабильности. Существует также и ряд хиральных ИЖ, показывающих энантиоселективность в ГХ-разделении легких молекул.

В то же время мы показали, что ряд других классов ИЖ также показывают привлекательные свойства с точки зрения применения их в ГХ, при этом обладают совершенно отличающейся селективностью по сравнению с известными фазами на основе ИЖ. Среди таких классов: пиридиниевые, хинолиниевые, акридиниевые. Кроме того, показаны преимущества цианопропилзамещенных ИЖ, в первую очередь их еще большая полярность. Показано, что в качестве анионов может использоваться не только NTf₂, но и некоторые другие гидрофобные, такие как трифлат, тозилат, PF₆.

Изученные нас сегодняшний день ИЖ показывают полярности по Мак-Рейнольдсу от 59 до 111, а также разнообразие селективностей. Показаны преимущества применения ИЖ для задач, связанных с метаболомикой, природными экстрактами и эфирными маслами, нефтепродуктами, пластификаторами, диоксинами и другими кислородсодержащими и ароматическими соединениями. ИЖ нашли применение также и для анализа сложных смесей методами хромато-масс-спектрометрии и двумерной хроматографии, где их одновременно высокая полярность и термостабильность позволяют достигать преимуществ для проблем, которые ранее не могли быть решены двумерной хроматографией.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ МЕТОДОМ АЭС-ИСП ПОСЛЕ ЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

¹Старыгина А.Ю., ²Бухбиндер Г.Л., ¹Ефремова С.Ю.

¹АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation, Красноярск
starygina_ay@zsjc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_34

Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) при определении золота обладает значительно более высокой чувствительностью (в 10-25 раз) по сравнению с атомно-абсорбционной спектрометрией (ААС) с пламенной атомизацией и сравнимой чувствительностью, но значительно более высокой производительностью (в 5-10 раз) по сравнению с ААС с электротермической атомизацией (ЭТА). Применение АЭС-ИСП вместо ААС-ЭТА позволяет значительно ускорить выполнение измерений при определении золота в горных породах, рудах, концентратах, хвостах переработки руд и существенно упростить подготовку проб к анализу.

При выполнении анализа навеску образца массой 10 г обжигали в муфельной печи при температуре 600 °С. Для растворения обожженной пробы использовали два различных способа. В первом способе навеску

переносили в стакан вместимостью 250 мл, добавляли 50 мл смеси HCl и HNO₃ (3:1), упаривали до влажных солей, соли растворяли в 30 мл HCl (1:20), раствор переносили в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляли 5 мл 2,5%-ного раствора диоктилсульфида (ДОС) в ксилоле и проводили экстракцию в течение 10 минут. Отделившуюся органическую фазу поднимали в горлышко колбы, используя воду. Во втором способе навеску переносили в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляли 50 мл смеси HCl и HNO₃ (3:1), упаривали до влажных солей, соли растворяли в 30 мл HCl (1:20), добавляли 5 мл 2,5%-ного раствора ДОС в ксилоле, проводили экстракцию в течение 10 минут, полученную смесь переносили в мерную колбу вместимостью 50 мл, отделившуюся органическую фазу поднимали в горлышко колбы, используя воду.

Измерения проводили на спектрометрах iCAP 6300 Duo и iCAP 7400 Duo производства Thermo Fisher (США) используя следующие параметры источника возбуждения: мощность, подводимая к плазме – 1150 Вт, потоки аргона: охлаждающий – 12 л/мин; вспомогательный – 0,5 л/мин; распылительный – 0,4 л/мин; скорость подачи раствора – 1 мл/мин. Во избежание отложений углерода на горелке во вспомогательный поток добавляли кислород – 0,07 л/мин. При замене ксилола на толуол распылительную камеру охлаждали до -10°C с использованием устройства Isomist производства Glass Expansion (Австралия).

С использованием большого массива аналитических результатов по испытанию золотосодержащих проб с различной матрицей и различным содержанием определяемого вещества в АО «ЗСИЦентр» была разработана методика определения золота в минеральном сырье. Область распространения данной методики включает горные породы, в том числе содержащие углеродное вещество, полиметаллические и золотосодержащие руды, продукты их обогащения и переработки, а также отходы минерального происхождения. Диапазон измерений массовой доли золота составляет от 0,01 до 50 г/т (от 0,000001 % до 0,005 %). Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36078.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ КИСЛОТНОГО РАСТВОРЕНИЯ КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩИХ ОБРАЗЦОВ ПРИ УЛЬТРАЗВУКОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Троеглазова А.В.

СГУГТ, Новосибирск, Россия

A.V.Troeglazova@sgugit.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_35

Анализ полупродуктов металлургического производства предполагает проведение предварительного кислотного растворения при термическом

воздействию. Однако этот способ малоэффективен при высоком содержании кремния в образце. Поэтому для повышения полноты вскрытия образцов, снижения длительности стадии пробоподготовки и обеспечения высокой воспроизводимости результатов процесс проводят в закрытых системах с ультразвуковым воздействием.

Цель исследования заключается в установлении оптимальных условий извлечения кремния из твердой фазы в раствор при кислотном растворении с ультразвуковыми колебаниями.

Для проведения исследований использовали образцы с различным матричным и примесным составом - металлургический кремний, медный концентрат, металлургический шлак свинцово-цинкового производства. Разложение исследуемых образцов осуществляли путем растворения навески в смеси концентрированных азотной и плавиковой кислот (хч) под действием ультразвуковых колебаний. Разложение осуществляли с использованием ультразвукового технологического аппарата «АЛЕНА» УЗТА-0,15/22-О (Россия) при варьировании мощности ультразвуковых колебаний в диапазоне от 10 до 90 % в диапазоне температур от 20 до 70 °С в течение 10-90 мин. Моделирование процесса разложения осуществляли методом шестифакторного планирования эксперимента. В качестве параметров отклика рассматривали степени извлечения аналита (%) из твердой фазы в раствор.

По результатам исследований были выведены математические модели, учитывающие влияние шести изученных факторов (мощность ультразвукового воздействия, температура растворения, продолжительность растворения, масса навески, размер частиц, доля HF в смеси) на степень извлечения аналитов из твердой фазы в раствор. Полученные модели позволяют оптимизировать процесс разложения при изменении одного или нескольких варьируемых факторов при ультразвуковом кислотном растворении кремнийсодержащих образцов с различным матричным и примесным составом. Так, варьируя мощность ультразвуковых колебаний (температура растворения 50 °С, масса навески 0,5 г; размер частиц 1,5 мм; доля HF в смеси 10 %), можно изменить продолжительность процесса растворения. Например, при мощности ультразвуковых колебаний 40 %, продолжительность кислотного растворения составляет 18 мин. Увеличение мощности ультразвука до 60 % приводит к снижению времени контакта фаз на 6 мин.

На основании полученных результатов были выбраны оптимальные условия кислотного разложения, позволяющие проводить количественное извлечение аналита: мощность ультразвукового воздействия на смесь 40 %, температура растворения 40 °С, продолжительность растворения 30 мин, масса навески 0,1 г, размер частиц 0,50 мм, доля HF в смеси 3,3 %.

АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ БНЗТ РАКА

^{1,2}Цыганкова А.Р., ^{1,2}Гусельникова Т.Я., ²Каныгин В.В.

¹ИИХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

alphiya@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_36

Бор-нейтронозахватная терапия (БНЗТ) является бинарной формой лучевой терапии, основанная на селективном уничтожении клеток злокачественных опухолей, таких как анапластическая астроцитома и глиобластома. В ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН был предложен и сконструирован источник эпитепловых нейтронов ускорительного типа, на котором был проведен ряд доклинических экспериментов по БНЗТ на клеточных культурах и лабораторных животных. Исследование выполнено на иммунодефицитных 8-10 недельных самцах мышей линии SCID SPF-статуса. За 18-21 день до начала эксперимента проводили подготовку клеток глиобластомы человека линии U87, доводя до концентрации 100 тыс. клеток в 1 мкл и вводили интракраниально для получения внутримозгового объемного образования. Все эксперименты на животных были одобрены межинститутской комиссией по биоэтике и соответствуют принципам Руководства по уходу и использованию лабораторных животных, изданного US NIH (№ 85-23, пересмотрено в 1985 г.). В качестве препарата адресной доставки моноизотопа бора B^{10} использовали традиционные и зарекомендовавшие себя медицинские препараты – L-р-борфенилаланин ВРА, боркапнат BSH, а также альтернативные соединения на основе карборанов, содержащие достаточное количество атомов бора.

Для оценки эффективности накопления препаратов в опухоли и построения кинетических кривых выведения была разработана АЭС ИСП методика определения В. Методика включает предварительное кислотное разложение органов в микроволновой системе MARS-5 (HNO_3 , H_2O_2 и/или их смеси). Содержание бора определяли на спектрометре АЭС ИСП iCAP-6500 (Thermo), регистрацию эмиссионных спектров проводили в условиях, рекомендованных производителем. Для обеспечения правильности полученных результатов изучили влияние основы на аналитический сигнал наиболее ярких спектральных линий. Изучена целесообразность применения внутреннего стандарта. Градуировочные зависимости строили с использованием одноэлементного раствора ионов бора ГСО 7345-96. Правильность полученных результатов подтверждали методом введено-найдено. Пробы анализировали методом последовательных разбавлений [1].

В результате исследования были выявлены органы и ткани, в которых накопление препаратов максимально; установлено соотношение накопленного бора в опухоли и близлежащих тканях (мозг, мышцы); выявлены

времена, при которых соотношение накопленного бора в опухоли и близлежащих тканях максимально, т.е. оптимальное время проведения облучения.

Исследована возможность альтернативной доставки препаратов в опухоль, а именно, введение в виде липосом. Экспериментально установлено, что такой способ введения позволяет увеличить соотношение накопленного бора в опухоли и близлежащих тканях, что повышает эффективность процедуры БНЗТ.

Исследование выполнено на базе Центра генетических ресурсов лабораторных животных, SPF-вивария ИЦиГ СО РАН. Финансовая поддержка РФФИ в рамках научного проекта № 18-29-01007.

Список литературы

[1]. Tsygankova, A.R., Kanygin, V.V., Kasatova, A.I. et al. Russian Chemical Bulletin, 2020, 69(3), стр. 601-607.

ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРНОВ МЕСТОРОЖДЕНИЙ ТОМСКОЙ ОБЛАСТИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

¹Цыро Л.В., ¹Пичугина А.А., ²Унгер Ф.Г.

¹СурГУ, Сургут, Россия

²ТГУ, Томск, Россия

larisa.tsyro@yandex.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_37

Методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) установлено, что породы коллектора (керновый материал) содержит большое количество молекул с неспаренными электронами.

В качестве объектов исследования были взяты образцы кернов месторождений Томской области. Образцы отличаются по глубине залегания керна и по породам.

Предварительная подготовка заключалась в измельчении образца керна в шаровых мельницах. Полученный таким образом порошок помещался в ампулу из кварцевого стекла, ампула – в резонатор ЭПР– спектрометра. В работе использовался спектрометр марки SE/X, работающий в X-диапазоне.

Концентрация спиновых центров для синглета свободных радикалов (оценка по линии в области g-фактора ~2) во всем интервале глубин составляет величину порядка 10^{18} спин/г. В глубинной области наблюдается возрастание спиновых центров для синглета свободных радикалов для некоторых образцов – угольных переслаивающихся пород. Для этих образцов значение может достигать 10^{20} спин/г. Последнее является следствием того, что вклад в синглет будет давать и углерод. Примеры образцов с рассматриваемой характеристикой приведены в таблице 1.

Таблица 1. Данные концентрации спиновых центров для синглета свободных радикалов

Месторождение	Порода	Глубина залегания, м	$C_{\text{сц}}^S \cdot 10^{-18}$, спин/г
Калиновое	Аргиллит	2549,0–2557,0	2,0
Калиновое	Алевролит	2818,0–2822,0	4,1
Калиновое	Уголь	2930,0–2936,0	226,0
Калиновое	Уголь	2936,0–2941,0	626,7
Северно-Калиновое	Аргиллит	2579,0–2605,0	2,8
Северно-Калиновое	Аргиллит	2592,0–2597,0	4,0
Северно-Калиновое	Аргиллит	2608,0–2612,0	2,1
Северно-Калиновое	Аргиллит	2636,0–2646,0	2,7
Северно-Калиновое	Аргиллит	2690,0–2697,0	1,5
Северно-Калиновое	Переслаивающиеся: глина, алевролит	2697,0–2705,0	2,5

Выводы

1. Спиновые свойства присущи всем осадочным породам независимо от их типа (аргиллит, алевролит, песчаник, переслаивающаяся порода).
2. Установлено, что концентрация спиновых центров разных типов пород соответствует величине порядка 10^{21} спин/г. Изменение концентрации спиновых центров в зависимости от глубины залегания имеет динамический характер, но наблюдается тенденция в уменьшении с увеличением глубины, что связано с уплотнением породы, приводящим к установлению дополнительных химических связей через перекрывание и заселение электронными парами ставших замкнутыми спин-орбиталей.
3. Показано наличие в породах органического вещества с концентрацией во всем интервале глубин порядка 10^{18} спин/г.

ПРИМЕНЕНИЕ КОМБИНИРОВАННЫХ И ГИБРИДНЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПОЛИЯДЕРНЫХ ГИДРОКСОКОМПЛЕКСОВ РОДИЯ(III)

¹Волчек В.В., ¹Бердюгин С.Н., ^{1,2}Шуваева О.В.

¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

volchek@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_38

Одной из актуальных проблем современной аналитической химии является разработка новых подходов для идентификации компонентов в смесях сложного состава, особенно в отсутствии образцов сравнения. Одним из примеров задач подобного уровня является изучение состава полиядерных гидроксокомплексов родия (III) – комплексных соединений, которые находят широкое применение в качестве эффективных гомогенных и гетерогенных катализаторов. Наиболее серьезной проблемой при исследовании гидроксокомплексов родия (III) является их склонность к поликонденсации и, как следствие, многообразие сосуществующих форм с различной степенью полимеризации.

Для разделения и идентификации комплексов родия (III) и изучения многообразия комплексных форм в исследуемых растворах наиболее перспективным представляется применение методов анализа, в основе которых лежит разделение компонентов смеси с последующим элемент- или масс-селективным детектированием. Для решения этой задачи оптимальным вариантом исследования является применение капиллярного электрофореза и высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией (ИСП-МС и ЭСИ-МС) и атомно-эмиссионной спектроскопией (ИСП-АЭС), что и было реализовано в настоящей работе.

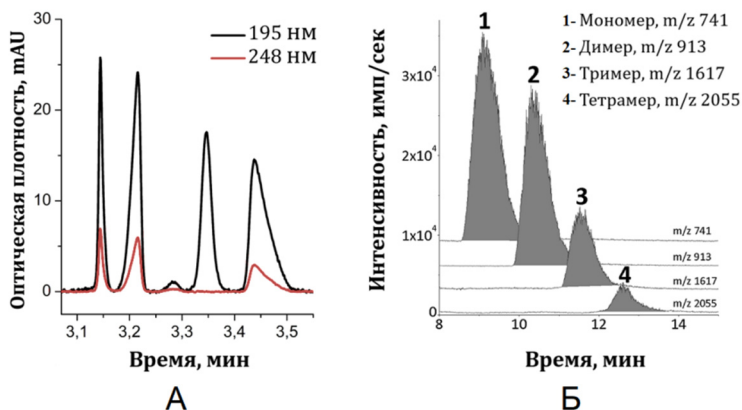


Рис. 1. А – КЗЭ электрофореграмма. Б – ВЭЖХ-ЭСИ-МС хроматограмма смеси полиядерных комплексов родия $[Rh_y(OH)_m(H_2O)_z]_{3y-m}$

На рис. 1 представлены: УФ-электрофореграмма и ВЭЖХ-ЭСИ-МС-хроматограмма смеси полиядерных комплексов родия. По результатам исследования был установлен состав всех полиядерных комплексов родия (III): $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, $[\text{Rh}_2(\mu\text{-OH})_2(\text{H}_2\text{O})_8]^{4+}$, $[\text{Rh}_3(\mu\text{-OH})_4(\text{H}_2\text{O})_{10}]^{5+}$, $[\text{Rh}_4(\mu\text{-OH})_6(\text{H}_2\text{O})_{12}]^{6+}$, присутствующих в смеси. Таким образом, показано, что применяемые подходы являются информативным инструментом при изучении состава сложных смесей в растворе.

Авторы благодарят к.ф.-м.н. Шевеня Д.Г. (ЭСИ-МС).

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТАЛЛ-ОРГАНИЧЕСКОГО
КООРДИНАЦИОННОГО ПОЛИМЕРА ZR-TTDC
ДЛЯ ОНЛАЙН-МИКРОКОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
И ВЭЖХ-ХП-ИСП-АЭС ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ФОРМ РТУТИ В ВОДАХ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ**

Волынкин С.С.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

volynkin@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_39

Металл-органические координационные полимеры (МОКП) – новый перспективный класс химических соединений. Благодаря своим ключевым свойствам: наличию пор, развитой поверхности, однородных упорядоченных полостей, а также широким возможностям направленного структурного дизайна, МОКП привлекают внимание исследователей при решении задач в области аналитической химии. Сорбционные свойства МОКП в комбинации с различными вариантами твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ) демонстрируют ряд перспективных возможностей их использования. Процедура ТФМЭ подразумевает, что аналиты, сорбированные МОКП, могут быть далее десорбированы для их последующего определения. При этом, лимитирующими параметрами, характеризующими их сорбционные свойства, являются: размер и форма пор, влияние металла/кластера, водородные связи или π-π взаимодействие аналитов с органическими линкерами, а также наличие активных сорбционных центров в структуре органического линкера.

Цель настоящей работы – изучение возможности применения МОКП Zr-ttdc для твердофазной онлайн-микроэкстракции химических форм ртути с их последующим детектированием методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой в сочетании с генерацией холодного пара (ХП-ИСП-АЭС) в природных и загрязненных водах. Применяемый в исследовании серосодержащий пористый координационный полимер Zr-ttdc ($[\text{Zr}_6\text{O}_4(\text{OH})_4(3.2b\text{-ttdc})_6]$) построен на основе циркония и (тиено[3,2-*b*]тиофен-2,5-дикарбоновой кислоты ($\text{H}_2[3,2\text{-}b]\text{ttdc}$) в качестве дикарбоксилатного мостикового лиганда [1]. Благодаря наличию активного сорбционного центра и возможности реализации хемосорбции,

МОКП Zr-ttdc может использоваться для селективного концентрирования и разделения химических форм ртути, например, ионов ртути (Hg^{2+}) и метилртути (MeHg^+).

Для достижения поставленной цели использовалась система ВЭЖХ-ХП-ИСП-АЭС на базе хроматографа Prominence LC-20 HPLC System (Shimadzu) и ИСП-АЭС спектрометра ICAP 6000 series (Thermo Scientific). В ходе работы были подготовлены колонки размером 3×9 мм, заполненные суспензией Zr-ttdc и проведены эксперименты по оптимизации параметров экстракции и последовательной реэкстракции целевых форм ртути для их последующего детектирования. В качестве растворов для концентрирования и реэкстракции за счет конкурирующего комплексобразования были выбраны следующие: на этапе концентрирования – вода (рН 6.0); для реэкстракции Hg^{2+} – 0.05% водный раствор KI (рН 6.0), а для реэкстракции MeHg^+ – 0.05% раствор KI в ацетонитриле. С применением предложенного подхода было проведено определение химических форм ртути в модельных растворах и реальных загрязненных водах.

Таким образом, в рамках данной работы была показана принципиальная возможность применения МОКП Zr-ttdc для твердофазного онлайн-микро-концентрирования форм ртути и их последующего определения на уровне 0.01 мкг/л.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФ, проект 18-13-00203.

Список литературы

[1]. Samsonova A.M., Functionalization of the MOF with thientioephene-containing building blocks.// Book of abstracts «Advances in synthesis and complexing». Moscow, 2019.

АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАДМИЯ И СВИНЦА В МИДИЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ АТОМИЗАЦИИ

¹Волженин А.В., ¹Петрова Н.И., ^{1,2}Сапрыкин А.И.

¹ИНХ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

volzhenin@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_40

Из года в год большие количества шлака, сточных вод и промышленных отходов попадают в окружающую среду и угрожают морским животным и людям. В наиболее загрязненных местах концентрации токсичных элементов в рыбной продукции превышают допустимые, таким образом, мониторинг их концентраций становится важной аналитической задачей.

Моллюски являются хорошими биологическими детекторами для тяжелых металлов в отложениях и загрязнения металлами в воде из-за их способности накапливать химические элементы и соединения в тканях.

Содержание тяжелых металлов в биологических объектах обычно определяют такими методами, как ИСП-МС, ЭТААС, ИВА. Методы экстракции и микроволнового разложения широко используются для отделения аналитов от органической матрицы. Однако есть еще один способ избежать матричных помех. Недавно мы применили метод двухстадийной зондовой атомизации (ДЗА) в совокупности с ЭТААС для определения Cd и Pb в крови быков [1]. Суть ДЗА заключается в следующем: электротермическую атомизацию проводят в две стадии: на первой стадии (улавливание) над дозировочным отверстием графитового атомизатора помещают вольфрамовый зонд, к которому внутренний поток аргона направляет пары пробы. Аналиты или их труднолетучие соединения конденсируются на холодном зонде, а пары большинства матричных компонентов (или их летучие соединения) выносятся потоком аргона. На следующей стадии зонд возвращают в исходное положение, а кювету нагревают сильнее для удаления остатков матричных компонентов. После этого зонд вводят уже внутрь графитового атомизатора и проводят пиролиз соединений, осевших на зонде. Затем кювета и зонд одновременно нагреваются, происходит испарение и атомизация конденсата с поверхности зонда и регистрация аналитического сигнала (АС). В настоящей работе было исследовано накопление токсичных металлов в разных частях мидий, возможности анализа подобных биологических объектов и разработана методика для определения уровня концентрации токсичных металлов в тканях мидий. Концентрирование на вольфрамовом зонде позволило снизить матричные помехи и обойтись кратковременной (10 мин) обработкой образца смесью перекиси водорода и азотной кислоты (1:1) вместо автоклавного разложения.

Разработанная методика является прямой, экспрессной и сочетает в себе дешевизну и простоту, характерную для ААС.

Список литературы

[1]. Volzhenin A.V., Petrova N.I., Skiba T.V., Saprykin A.I. Two-stage probe atomization GFAAS for direct determination of trace Cd and Pb in whole bovine blood // *Microchemical Journal*, 2018, V. 141, P. 210-214.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В ИССЛЕДОВАНИИ ВЛИЯНИЯ ПРОЦЕССОВ ДОБЫЧИ И ПЕРЕРАБОТКИ УГЛЕЙ КУЗНЕЦКОГО УГОЛЬНОГО БАССЕЙНА НА ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

^{1,2}Журавлева Н.В., ³Исмагилов З.Р.

¹АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

²ФГБОУ ВО «Сибирский государственный
индустриальный университет», Новокузнецк, Россия

³ФИЦ УУХ СО РАН, Новокузнецк, Россия
zhuravleva_nv@zsic.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_41

Наибольшую нагрузку на окружающую среду Кемеровской области оказывают угледобывающие и углеперерабатывающие предприятия региона, при этом сценарий долгосрочного социально-экономического развития Кузбасса показывает дальнейшее увеличение техногенной нагрузки на все компоненты природной среды. В то же время создание современных природоохранных технологий в первую очередь требует наличия надежных, научно-обоснованных аналитических методов для информационного и методического обеспечения объективной оценки влияния добычи и переработки углей Кузнецкого угольного бассейна на экологическое состояние природной среды. В данной работе представлен практический опыт использования широкой группы аналитических методов для исследований углей, продуктов их переработки и в целом объектов окружающей среды региона.

Методы элементного анализа (атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционная спектроскопия и др.) использованы в исследовании токсичности вскрышных и вмещающих пород, золошлаковых отходов с определением валовых, подвижных и водорастворимых форм токсичных элементов. Установлено, что загрязнение водных объектов тяжелыми металлами (Mo, Cu, V, Zn, Mn, As, Cr, Ni, Pb) может происходить за счет вымывания при фильтрации природных водных потоков через массы промышленных отходов.

Непрерывный анализ концентраций диоксида углерода, метана и других углеводородов в атмосфере методами газовой хроматографии успешно использован для формирования отчетности по выбросам парниковых газов. Измеренные диапазоны содержания метана в атмосферном воздухе составляют от 0,31 до 143,61 мг/м³ (на границах санитарно-защитных зон передвижных дегазационных установок), от 1,08 до 3,89 мг/м³ (на границе полигона твердых бытовых отходов), от 0,94 до 2,28 мг/м³ (на территории населенных пунктов).

Метод лазерной дифрактометрии в комбинации с другими методами дает важную информацию о гранулометрическом составе тонкодисперсных частиц в диапазоне от 5 нм до 100 мкм в промышленных выбросах

в атмосферу, сточных водах и отходах. Показано, что в выбросах обогащенных фабрик доля частиц с размерами до 10 мкм составляет более 50 %.

Комплекс хроматографических методов разработан для определения индивидуальных компонентов полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в углях Кузбасса различных марок, в почвах на территориях промышленных полигонов, площадках предприятий, вблизи транспортных магистралей и в снеговых водах. Показано, что фенантрен является приоритетным ПАУ для углей различных марок, и данный углеводород служит удобным маркером для изучения загрязненности объектов окружающей среды соединениями ПАУ.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Департамента образования и науки Кемеровской области в рамках научного проекта № 20-45-420020/20.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В УГЛЯХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

^{1,2}Журавлева Н.В., ¹Хабибулина Е.Р.,

³Журавлева Е.В., ³Михайлова Е.С., ³Исмагилов З.Р.

¹АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

²ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет», Новокузнецк, Россия

³ФИЦ УУХ СО РАН, Новокузнецк, Россия

zhuravleva_nv@zsic.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_42

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) являются одними из наиболее опасных токсикантов, которые могут накапливаться в объектах окружающей среды. ПАУ входят в состав органической массы углей, которая частично состоит из фрагментов молекул данных веществ. Концентрация и распределение индивидуальных ПАУ в углях зависит от типа исходного органического вещества, а также температуры и давления в процессе углефикации. Процессы обогащения, сжигания, высокотемпературной обработки углей, а также их добыча и транспортировка являются источниками поступления ПАУ в окружающую среду, в том числе канцерогенного бенз(а)пирена.

Для исследования были выбраны пробы разных марок угля Кузнецкого угольного бассейна с различной степенью метаморфизма. Для извлечения ПАУ из проб угля использовалась экстракция дихлорметаном в ультразвуковом поле с заменой растворителя на ацетонитрил. Определение качественного и количественного состава ПАУ в угле проводили методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на приборе LC-20AD Prominence («Shimadzu», Япония). По результатам исследования выявлена закономерность изменения суммарного содержания ПАУ при увеличении

зрелости углей, имеющая вид близкий к параболической зависимости. Максимальное суммарное значение ПАУ найдено для углей марок К, КС, где суммарное содержание ПАУ находится в диапазоне 363,4-432,0 мкг/кг. В пробах угля обнаружено канцерогенное вещество – бенз(а)пирен, содержание которого в углях находится в диапазоне 3,6-47,6 мкг/кг. Максимальные концентрации обнаружены для фенантрена, его содержание на порядок выше, по сравнению с другими соединениями ряда. Доля фенантрена составляет до 50 % от суммы общего количества обнаруженных ПАУ. Таким образом, фенантрен является приоритетным ПАУ для углей различных марок угля и может быть использован для оценки влияния процессов добычи и переработки углей на окружающую среду.

Проведена оценка распределения ПАУ в пробах почв Кемеровской области. Систематизированы результаты исследования более чем 300 образцов почв, анализ которых проводился в 1998-2006 гг. При изучении распределения ПАУ в почвах на границах санитарно-защитных зон предприятий по добыче угля открытым и закрытым способом показано, что содержание фенантрена находится в диапазоне от 0,0012 до 0,0031 мг/кг, при этом бенз(а)пирен в почвах не обнаруживается (ниже предела обнаружения по методу). Другое распределение ПАУ в почвах наблюдается в зоне влияния предприятий по обогащению угля: содержание фенантрена находится в диапазоне от 0,0015 до 0,0432 мг/кг, концентрация бенз(а)пирена – от <0,001 до 0,0390 мг/кг (2 ПДК). Таким образом, предприятия по обогащению угля являются источниками поступления ПАУ в окружающую среду, в том числе канцерогенного бенз(а)пирена. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Департамента образования и науки Кемеровской области в рамках научного проекта № 20-45-420020/20.

ВКЛАД АНАЛИТИКИ СИБИРИ В РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

^{1,2,3}Грузнов В.М., ¹Балдин М.Н., ¹Макасы А.Л., ¹Науменко И.И.

¹ИНГГ СО РАН, Новосибирск, Россия

²НГУ, Новосибирск, Россия

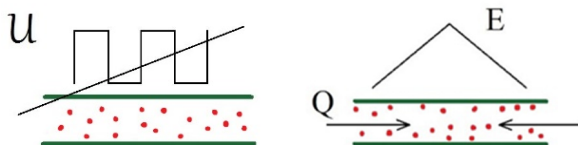
³НГТУ, Новосибирск, Россия

gruznovvm@ipgg.sbras.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_43

Развитие химической аналитики в Сибири, начиная с середины 1970-х годов, внесло существенный вклад в создание портативных газоаналитических средств определения следовых количеств органических веществ: взрывчатых (ВВ), углеводородов и ряда специальных. Основные изобретения: экспрессные поликапиллярные колонки (ПКК) с 1000-ю капилляров для разделения смеси веществ за 10-30 с [1-3], экспрессное концентрирование паров ВВ на концентраторах с высоким проскоком [4], вихревой

дистанционный отбор проб [5]; способ спектрометрии приращения ионной подвижности (СПИП) [6-7], ионизационного детектирования с перестраиваемой селективностью (ИДПС) [8]; технология портативной



хромато-масс-спектрометрии с электронной ионизацией и двойной фокусировкой [9]. По приготовлению ПКК - изобретение коррелированной загрузки неподвижной жидкой фазы в капилляры. Способ СПИП основан на разделении ионов по подвижности в двух электрических полях, приложенных поперёк движения газа-носителя с пробой ВВ: знакопеременного поля и медленно меняющегося.

В способе ИДПС используется атмосферный воздух в качестве газа-носителя. Устранение ионов кислорода воздуха и селекция ионов по подвижности осуществляются оптимизацией напряжённости электрического поля E вдоль камеры разделения и величины потока, встречного прямому потоку воздуха Q .

В результате создана серия портативных, с порогом определения на мировом уровне 10^{-14} г/см³ и меньше, быстродействующих (до 30 сек) обнаружителей ВВ ЭХО и их гражданских модификаций; мобильный хромато-масс-спектрометр (МХМС).



ЭХО-М

ЭХО-В

ЭХО-СПИП

ЭХО-ФИД

МХМС

Шпинат-М1

Список литературы

- [1]. Солдатов В.П., Овечкин А.И., Сидельников В.Н., Малахов В.В., Кузнецов В.В., Гаврилина Л.Я., Уткин В.А., Емельянова О.А. Хроматографическая колонка. Авт. св. СССР № 986181, БИ № 30, 1991. Приоритет от 21.05.1980.
- [2]. Науменко И.И., Ефименко А.П. Поликапиллярная хроматографическая колонка. Патент РФ № 2114427; приоритет 27.09.96; Опубл. 27.06.98, Бюл. № 18.
- [3]. Сидельников В. Н., Патрушев Ю. В. Поликапиллярная хроматография// Российский химический журнал, 2003. – Т. XLVH. № 1. С. 23-34.

- [4]. Грузнов В.М., Филоненко В.Г. Скоростное концентрирование и вихревой отбор проб воздуха при обнаружении следовых количеств органических веществ/Новосибирск: ИНГГ СО РАН, 2011. – 174 с.
- [5]. Солдатов В.П., Кузнецов В.В., Морозов А.А. и др. А.с. № 969089, СССР //Б.И. 1981.
- [6]. Горшков М.П. Способ анализа примесей в газах. Бюллетень изобретений № 38. 1982.
- [7]. Vuryakov I.A.// Int. J. For Ion Mobil. Spect., 2001, V.4, No.2, pp.112-116.
- [8]. Балдин М.Н., Грузнов В.М. Портативный газовый хроматограф с воздухом в качестве газа-носителя для определения следов взрывчатых веществ//Журнал аналитической химии, 2013, **68**, № 11, С. 1117-1122.
- [9]. Makas A.L., Troshkov M.L.// J. Chrom. B. 2004.V. 800, P. 55.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А

Агакин А.Д. | 35
 Акосах Й.А. | 53
 Александрова А.Д. | 19, 29
 Александрова Н.А. | 66
 Алиева Ф.С. | 20
 Аронбаев Д.М. | 21, 23
 Аронбаев С.Д. | 21, 23

Б

Бабынин Э.В. | 53
 Бадеева Е.К. | 53
 Балдин М.Н. | 85
 Беланова Н.А. | 35
 Бердюгин С.Н. | 79
 Бугайченко А.С. | 66, 68
 Бухбиндер Г.Л. | 33, 34, 73
 Бушмелева Е.А. | 25, 62

В

Васильева М.А. | 63
 Васина С.М. | 23
 Волженин А.В. | 40, 81
 Волошина А.Д. | 53
 Волчек В.В. | 79
 Волынкин С.С. | 25, 62, 80

Г

Грега М.Е. | 68
 Грузнов В.М. | 85
 Губанов А.И. | 19, 29
 Гусельникова Т.Я. | 28, 76
 Густайтис М.А. | 31

Е

Ефимов А.С. | 54
 Ефремова С.Ю. | 73

Ж, И

Журавлева Н.В. | 83, 84
 Журавлева Е.В. | 84
 Исмагилов З.Р. | 83, 84

К

Каньгин В.В. | 76
 Каримова Т.А. | 33, 34
 Карпов С.И. | 35

Катасонова О.Н. | 71
 Качин С.В. | 33, 34
 Климов О.В. | 69
 Колмыков Р.П. | 37
 Корольков И.В. | 29
 Кравченко А.А. | 38
 Купцов А.В. | 40

Л

Лабусов В.А. | 40
 Лазарева Е.В. | 31
 Левченко Л.М. | 44
 Лундовская О.В. | 19, 48, 50

М

Макась А.Л. | 85
 Малахов В.В. | 6
 Малов В.И. | 31
 Марютина Т.А. | 71
 Медведев Н.С. | 28, 48, 51, 52
 Миндубаев А.З. | 53
 Минзанова С.Т. | 53
 Миронова Л.Г. | 53
 Михайлова Е.С. | 84
 Мокшина Н.Я. | 54
 Морозов Н.Д. | 54
 Мягкая И.Н. | 31

Н

Надеина К.А. | 69
 Науменко И.И. | 85
 Николаева И.В. | 38

О

Образовский Е.Г. | 56
 Островская В.М. | 58
 Отопкова П.А. | 52

П

Палесский С.В. | 38
 Петрова Н.И. | 81
 Петрунина А.Р. | 66, 68
 Пичугина А.А. | 61, 77
 Подолинная В.А. | 25, 62
 Полякова Е.В. | 63

Постнов В.Н.	66
Потапов А.М.	52
Р	
Раимкулова Ч.А.	21, 23
Рахимова О.В.	65
Рёсснер Ф.	35
Родинков О.В.	66, 68
Романов С.Н.	33
С	
Савонина Е.Ю.	71
Сагидуллин А.К.	44
Сайко А.В.	69
Сапрыкин А.И.	10, 26, 40, 44, 50, 51, 52, 81
Селеменев В.Ф.	35
Сен Н.И.	56
Сидельников В.Н.	72
Синяева Л.А.	35
Старыгина А.Ю.	73

Т, У, Ф	
Троєглазова А.В.	74
Унгер Ф.Г.	77
Филатов Е.Ю.	29
Фирсов М.О.	26
Х	
Хабибулина Е.Р.	84
Хлуднева А.С.	35
Хрипушин В.В.	54
Ц	
Цыганкова А.Р.	19, 26, 28, 29, 48, 76, 65
Цыро Л.В.	61, 77
Ш	
Шашков М. В.	72
Шелпакова И.Р.	14
Шуваева О.В.	12, 31, 79

Научное издание

К 100-летию юбилею И.Г. Юделевича

Сборник работ химиков-аналитиков

Ответственные за выпуск
к.х.н. А.Р. Цыганкова, д.т.н. А.И. Сапрыкин

Техническое редактирование и верстка
Миронова Г.Н.

Подписано к печати и в свет 22.12.2020.

Формат 60x84/16.

Гарнитура «Times New Roman». Печ. л. 5,9. Уч.-изд. л. 5,6.

Тираж 110 экз. Заказ № 173.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения РАН
Просп. Акад. Лаврентьева, 3. Новосибирск, 630090.

Изотопные масс-спектрометры Delta V

Delta V – серия масс-спектрометров для анализа изотопии стабильных элементов CHNSO.

Модельный ряд включает модификации Plus и Advantage, отличающиеся чувствительностью и диапазоном масс.

Спектрометры предоставляют пользователю уникальный набор технических решений, возможностей и характеристик:

- Диапазон измеряемых масс (а.е.м.):
1-80 для Delta V Advantage
1-96 для Delta V Plus
- Несущий элемент источника ионов и масс-анализатора выполнен из единого блока нержавеющей стали без сварных соединений, что исключает возможность их взаимного сдвига и необходимость юстировки при сборке и обслуживании
- Канал подачи газа-образца находится под нулевым потенциалом относительно земли и не нуждается в изоляции
- Удобное для обслуживания расположение источника ионов на передней панели прибора
- Постоянство ускоряющего потенциала для всех анализируемых газов
- Использование одного катода для всех анализируемых газов

Спектрометры могут работать как в классическом варианте с прямым напуском анализируемого газа и газа сравнения (двойной напуск), так и при постоянном потоке газа-носителя с рядом периферийных устройств: CHNSO-анализатором, ВЭЖХ, ГХ, приставкой анализа карбонатов и растворенного CO₂, устройствами концентрирования газов. Уникальный интерфейс ConFlo позволяет полностью автоматизировать анализ и одновременно использовать несколько приставок.



• Поставка оборудования • Методическая поддержка • Сервисное обслуживание

ТЕЛЕФОН ГОРЯЧЕЙ ЛИНИИ
(звонок бесплатный по РФ)

8-800-200-42-25



www.intertech-corp.ru

РОССИЯ

Москва Тел.: +7 (495) 232-4225; info@intertech-corp.ru
Екатеринбург Тел.: +7 (343) 288-3536; ural@intertech-corp.ru
Новосибирск Тел.: +7 (383) 335-9635; nsk@intertech-corp.ru
Красноярск Тел.: +7 (391) 258-0923; 258-0924;
sibir@intertech-corp.ru

УКРАИНА

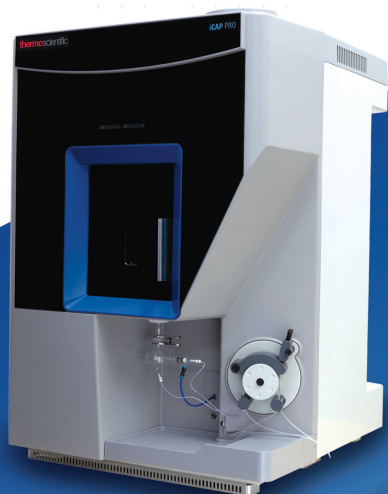
Киев Тел.: +38 (044) 230-2373; info@intertech-corp.com.ua

ЦЕНТРАЛЬНАЯ АЗИЯ И ЗАКАВКАЗЬ

Нур-Султан Тел.: +7 (717) 295-5111, 295-5581; sales@intertech.kz
Алматы Тел.: +7 (727) 386-9129, 386-9136; sales@intertech.kz
Баку Тел.: +994 (502) 502-800; baku@intertech-corp.ru
Ташкент Тел.: +998 (71) 200-3222; info@intertech.uz

Новые атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно связанной плазмой **iCAP PRO Thermo Scientific**

**Просто
Производительно
Профессионально**



Превосходные аналитические характеристики
Одновременное определение 70 элементов с пределами
обнаружения не более 1 мкг/л.

Пределы обнаружения элементов

H																	He				
Li	Be															B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg															Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr				
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe				
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn				
Fr	Ra	Ac																			

■ от 1 до 10 ppt
■ от 10 до 100 ppt
■ от 100 до 1000 ppt

Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

Исключительная точность определения матричных элементов - на уровне 0,1% от.

Методы анализа воды, продуктов питания, почв, геологических проб, руд, металлов и сплавов, огнеупоров, керамики, стекла, атмосферного воздуха, воздуха рабочей зоны, химической продукции, фармацевтических препаратов, нефти, нефтепродуктов, обработанных смазочных масел стандартизованы и доступны в виде новых лабораторных журналов внутри программного обеспечения Qtegra (на русском и английском языке). Наши методики стандартизованы на государственном уровне: ГОСТ Р 53372-2009; ГОСТ 27981.1-2015; ГОСТ 34247-2017; ГОСТ 34248-2017, СТ РК 2688-2015

Основные технические характеристики

- Оптический диапазон – от 167 до 852 нм.
- Двойной (аксиальный и радиальный) обзор плазмы.
- CID детектор со светочувствительной площадью 2048 x 2048 пикселей.
- ВЧ генератор с мощностью, подводимой к плазме, от 750 Вт до 1400 Вт.

Самый компактный спектрометр:

Габариты - 615 x 690 x 933 мм; Вес – около 80 кг.

Дополнительные устройства

- Гидридная приставка
- Автосамплеры
- Приставка лазерного пробоотбора.

**КОМАНДА НАШИХ СПЕЦИАЛИСТОВ ОКАЖЕТ ВАМ ПРОФЕССИОНАЛЬНУЮ ПОДДЕРЖКУ
НА ВСЕХ СТАДИЯХ ЭКСПЛУАТАЦИИ СПЕКТРОМЕТРОВ iCAP PRO**

ТЕЛЕФОН ГОРЯЧЕЙ ЛИНИИ
(звонок бесплатный по РФ)

8-800-200-42-25



www.intertech-corp.ru

РОССИЯ

Москва Тел.: +7 (495) 232-4225; info@intertech-corp.ru
Екатеринбург Тел.: +7 (343) 288-3536; ural@intertech-corp.ru
Новосибирск Тел.: +7 (383) 335-9635; nsk@intertech-corp.ru
Красноярск Тел.: +7 (391) 258-0923; 258-0924;
sibir@intertech-corp.ru

УКРАИНА

Киев Тел.: +38 (044) 230-2373; info@intertech-corp.com.ua

ЦЕНТРАЛЬНАЯ АЗИЯ И ЗАКАВКАЗЬЕ

Нур-Султан Тел.: +7 (717) 295-5111, 295-5581; sales@intertech.kz
Алматы Тел.: +7 (727) 386-9129, 386-9136; sales@intertech.kz
Баку Тел.: +994 (502) 502-800; baku@intertech-corp.ru
Ташкент Тел.: +998 (71) 200-3222; info@intertech.uz

ШИРОКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО И ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА ОТ МАКРОЭЛЕМЕНТОВ ДО УЛЬТРАСЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ

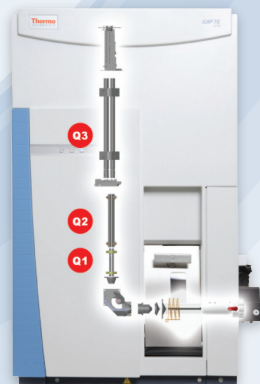


КВАДРУПОЛЬНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ iCAP RQ

- Превосходные метрологические характеристики.
- Удобство эксплуатации.
- Легкая и быстрая модификация под существенно различающиеся задачи: от анализа особо чистых материалов в полупроводниковой промышленности до анализа концентрированных растворов в геологии и металлургии.
- Программное обеспечение с профессиональным переводом на русский язык.

ТАНДЕМНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ iCAP TQ С ТРОЙНЫМ КВАДРУПОЛЕМ (ИСП-МС/МС)

- Достижение ультранизких пределов обнаружения, в том числе по проблемным элементам.
- Рекордная чувствительность анализа в режиме работы с тяжелыми газами (аммиак, кислород).
- Подавление всех спектральных наложений благодаря широкому перечню используемых газов.
- Встроенный в программное обеспечение помощник по подбору аналитов газов и режимов измерения существенно облегчает работу с прибором.
- Программное обеспечение с профессиональным переводом на русский язык.



МЕТОДИЧЕСКАЯ ПОДДЕРЖКА:

- Обучение пользователей.
- Разработка новых и постановка существующих методик анализа в различных областях производства, науки и техники.

СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ:

- Техническое обслуживание установленных приборов.
- Обеспечение расходными материалами.
- Диагностика и ремонт.

ТЕЛЕФОН ГОРЯЧЕЙ ЛИНИИ
(звонок бесплатный по РФ)

8-800-200-42-25



www.intertech-corp.ru

РОССИЯ

Москва Тел.: +7 (495) 232-4225; info@intertech-corp.ru
Екатеринбург Тел.: +7 (343) 288-3536; ural@intertech-corp.ru
Новосибирск Тел.: +7 (383) 335-9635; nsk@intertech-corp.ru
Красноярск Тел.: +7 (391) 258-0923; 258-0924;
sibir@intertech-corp.ru

УКРАИНА

Киев Тел.: +38 (044) 230-2373; info@intertech-corp.com.ua

ЦЕНТРАЛЬНАЯ АЗИЯ И ЗАКАВКАЗЬ

Нур-Султан Тел.: +7 (717) 295-5111, 295-5581; sales@intertech.kz
Алматы Тел.: +7 (727) 386-9129, 386-9136; sales@intertech.kz
Баку Тел.: +994 (502) 502-800; baku@intertech-corp.ru
Ташкент Тел.: +998 (71) 200-3222; info@intertech.kz

Масс-спектрометры высокого разрешения

**Element 2/XR**

Магнито-секторные масс-спектрометры с двойной фокусировкой с рекордно высокой чувствительностью и возможностью устранения практически всех спектральных наложений

**Neptune Plus/XT**

Магнито-секторные масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой для точного определения изотопных отношений

**Triton Plus / XT**

Термоионизационные масс-спектрометры для сверхточного определения изотопных отношений

**Element GD**

Масс-спектрометр с ионизацией в тлеющем разряде для прямого анализа твердых электропроводящих материалов и некоторых диэлектриков

• ПОСТАВКА ОБОРУДОВАНИЯ • МЕТОДИЧЕСКАЯ ПОДДЕРЖКА • СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

ТЕЛЕФОН ГОРЯЧЕЙ ЛИНИИ
(звонок бесплатный по РФ)

8-800-200-42-25**www.intertech-corp.ru****РОССИЯ**

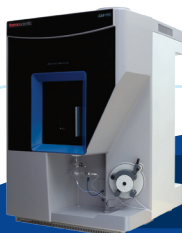
Москва Тел.: +7 (495) 232-4225; info@intertech-corp.ru
Екатеринбург Тел.: +7 (343) 288-3536; ural@intertech-corp.ru
Новосибирск Тел.: +7 (383) 335-9635; nsk@intertech-corp.ru
Красноярск Тел.: +7 (391) 258-0923; 258-0924;
sibir@intertech-corp.ru

УКРАИНА**ЦЕНТРАЛЬНАЯ
АЗИЯ
И ЗАКАВКАЗЬЕ**

Киев Тел.: +38 (044) 230-2373; info@intertech-corp.com.ua

Нур-Султан Тел.: +7 (717) 295-5111, 295-5581; sales@intertech.kz
Алматы Тел.: +7 (727) 386-9129, 386-9136; sales@intertech.kz
Баку Тел.: +994 (502) 502-800; baku@intertech-corp.ru
Ташкент Тел.: +998 (71) 200-3222; info@intertech.uz

Научное и аналитическое оборудование для лабораторий



Элементный и изотопный анализ

- Атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно связанной плазмой
- Масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой
- Изотопные масс-спектрометры
- Мультиколлекторные ИСП-масс спектрометры
- Термоионизационные масс-спектрометры
- Атомно-абсорбционные спектрометры



Термический анализ и реология

- Дифференциальные сканирующие калориметры
- Термогравиметрические анализаторы
- Термомеханические и динамические анализаторы
- Микрокалориметры
- Анализаторы теплофизических параметров
- Реометры

Молекулярный анализ



- ИК-Фурье спектрометры и ИК микроскопы
- КР спектрометры и микроскопы
- Фурье-БИК анализаторы
- УФ./ Вид спектрофотометры
- Настольные ЯМР спектрометры
- БИК анализаторы



Исследование поверхности и наноструктур

- Рентгеновские фотоэлектронные спектрометры
- Атомно-силовые микроскопы
- Оптические и стилусные профилометры
- Наноинденторы

• ПОСТАВКА ОБОРУДОВАНИЯ • МЕТОДИЧЕСКАЯ ПОДДЕРЖКА • СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

ТЕЛЕФОН ГОРЯЧЕЙ ЛИНИИ
(звонок бесплатный по РФ)

8-800-200-42-25



www.intertech-corp.ru

РОССИЯ

Москва Тел.: +7 (495) 232-4225; info@intertech-corp.ru
 Екатеринбург Тел.: +7 (343) 288-3536; ural@intertech-corp.ru
 Новосибирск Тел.: +7 (383) 335-9635; nsk@intertech-corp.ru
 Красноярск Тел.: +7 (391) 258-0923; 258-0924;
 sibir@intertech-corp.ru

УКРАИНА

ЦЕНТРАЛЬНАЯ
АЗИЯ
И ЗАКАВКАЗЬ

Киев

Тел.: +38 (044) 230-2373; info@intertech-corp.com.ua

Нур-Султан
Алматы
Баку
Ташкент

Тел.: +7 (717) 295-5111, 295-5581; sales@intertech.kz
 Тел.: +7 (727) 386-9129, 386-9136; sales@intertech.kz
 Тел.: +994 (502) 502-800; baku@intertech-corp.ru
 Тел.: +998 (71) 200-3222; info@intertech.uz