

градуировочных образцов металлокерамических брикетов, обеспечивающие относительное стандартное отклонение (ОСКО) повторяемости при дуговом возбуждении 10 - 15 %, что требует крупности частиц порошков для приготовления шихты менее 40 мкм, при которой должно достигаться достаточно однородное распределение компонентов по объему смеси.

Изучена возможность применения других источников возбуждения спектров. Методом многофакторного планирования для однородных смесей установлено оптимальное сочетание параметров низковольтной искры ($L = 60$ мкГн, $R = 2$ Ом, $C = 5$ мкФ). Показано, что в данном режиме ОСКО повторяемости не превышает 10 %. Режим низковольтной искры рекомендован для экспресс-анализа брикетов металлокерамики на квантометре ДФС-36. Подтвержден вывод о том, что низкая повторяемость результатов является характерной особенностью брикетированных образцов. Поэтому отбор проб из брикетов в виде порошка с последующим дуговым возбуждением спектра методом испарения из кратера графитового электрода обеспечивает ОСКО повторяемости для всех элементов на уровне 5 %.

Так как конечной целью спектрального анализа металлокерамических брикетов является контроль качества перемешивания шихты, то в качестве измеряемого параметра рекомендовано использовать ОСКО повторяемости результатов, которое рассчитывают для не менее 5 параллельных определений.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГУМАТА НАТРИЯ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ И СУХИХ СМЕСЯХ МЕТОДОМ НПВО-ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Карпущина Е.А., Волков Д.С., Проскурнин М.А., Перминова И.В.

Московский государственный университет

119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1

Гуминовые вещества (ГВ) являются основной органической составляющей почв, торфов, углей и природных вод. Они представляют собой сложную смесь макромолекул переменного состава и нерегулярного строения с различной молекулярной массой. ГВ нашли широкое применение во многих отраслях промышленности и в сельском хозяйстве. Их используют как стимуляторы роста растений и животных, в качестве буровых растворов в нефтедобывающей промышленности. Используя свойства ГВ образовывать комплексы с металлами и органическими веществами (пестицидами, ПАУ), их применяют в качестве детоксикантов окружающей среды. Также ГВ служат источниками разно-

образных биологически активных веществ в медицине и косметологии. Однако существует проблема стандартизации препаратов ГВ, поскольку свойства конечного продукта зависят от источника ГВ и особенностей технологического процесса.

Для характеристики функционального состава ГВ широко используют ИК-спектроскопию. Существующие методики (таблетирование с KBr, растворение в вазелиновом масле, использование пленок) имеют ряд недостатков, связанных с трудоемкой пробоподготовкой, искажением и низкой воспроизводимостью спектров. К тому же практически нет работ по количественному определению ГВ как в водных растворах, так и в сухих смесях.

Целью работы было отнесение характеристических полос ГВ разных типов и разработка условий их определения в водных растворах и сухих смесях с минимальной пробоподготовкой.

Исследованы распространенные коммерческие препараты марок ГВ «Aldrich», «Powhumus», «Сила жизни», а также серия образцов ГВ, выделенных из угля, торфа и почв. Анализ проводили на приборе Agilent Cary 630 с приставками DialPath (растворы, на пропускание) и НПВО. Для коммерческих препаратов получены НПВО-ИК-спектры сухих образцов в области 4000–650 см⁻¹. Проведена идентификация характеристических полос гуматов. Исследованные ГВ имеют одинаковый качественный, но различный количественный функционально-групповой состав. Так, у препарата «Aldrich» большее содержание полисахаридов и ароматических радикалов (полосы 1005-1035 и 910 см⁻¹, соответственно). У угольных ГВ наиболее интенсивно проявляются алифатические группы, а линии, соответствующие полисахаридам, менее интенсивны. Ароматические линии наиболее выражены у почвенных ГВ. При работе с твердыми образцами необходимо учитывать то, что на интенсивность линий спектра влияют степень дисперсности образца и контакт между кристаллом НПВО и образцом, поэтому необходимо введение внутреннего стандарта. В качестве последнего выбран K₃[Fe(CN)₆], имеющий лишь одну полосу поглощения при 2115 см⁻¹, не совпадающую с характеристическими полосами ГВ. Приготовлена серия сухих смесей 4–40 масс.% Aldrich с постоянной концентрацией K₃[Fe(CN)₆] 40%, в качестве инертной матрицы-разбавителя использован CaF₂. Зависимости относительной интенсивности полос 3690, 3620, 3330, 2922, 1560, 1380 и 1083 см⁻¹ от содержания ГВ в смеси сохраняют линейность до 35%.

Для водных растворов коммерческих препаратов ГВ 2–200 г/л получены спектры пропускания, построены линейные градуировочные зависимости и рассчитаны пределы обнаружения для всех характери-

стических полос, которые составили 1 г/л для полос 1015, 1040, 1115 и 1388 см^{-1} , 6 г/л для 1570 см^{-1} , 11 г/л для 1388 см^{-1} и 15 г/л для полос 2854, 2924 и 3692 см^{-1} .

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩИЕ СВОЙСТВА N-ПРОПИОНИЛ-N'-(П-ТОЛУОЛСУЛЬФОНИЛ)ГИДРАЗИНА

Кириевская В.О.⁽¹⁾, Ельчищева Ю.Б.⁽¹⁾, Чеканова Л.Г.⁽²⁾

⁽¹⁾ Пермский государственный национальный
исследовательский университет

614990, г. Пермь, ул. Букирева, д. 15

⁽²⁾ Институт технической химии УрО РАН

614013, г. Пермь, ул. Академика Королева, д. 3

С целью расширения области поиска новых эффективных реагентов для процессов концентрирования ионов цветных металлов представляют интерес ацилсульфонилгидразины – хелатообразующие лиганды, содержащие в своем составе гидразидную группу, способную к образованию прочных комплексных соединений с ионами цветных металлов, и сульфонильную, придающую реагентам поверхностно-активные свойства. Сочетание данных групп в структуре соединений может быть эффективным для флотационных процессов концентрирования цветных металлов.

В данной работе представлены результаты исследования физико-химических свойств N-пропионил-N'-(п-толуолсульфонил)гидразина (ПСГ) и равновесий реакции комплексообразования реагента с ионами Cu(II) в аммиачных растворах.

Методами гравиметрии, рефрактометрии и спектрофотометрии установлено, что реагент нерастворим в гексане, плохо растворим в толуоле, хорошо растворяется в хлороформе, этиловом спирте и в 0,1 моль/л растворах щелочей. Константы кислотной диссоциации, определенные спектрофотометрическим методом ($\text{pK}_{a1} = 7,95 \pm 0,10$ и $\text{pK}_{a2} = 9,41 \pm 0,05$), свидетельствуют о том, что реагент является слабой двухосновной кислотой. Можно предположить, что комплексообразование исследуемого реагента с ионами цветных металлов должно существовать в щелочных и аммиачных средах.

Комплексообразование ПСГ с ионами Cu(II) изучали методом осаждения, так как образующиеся осадки нерастворимы в воде и обычных растворителях. Реагент количественно извлекает Cu(II) в интервале $\text{pH} = 7,5 - 9$. Степень осаждения составляет 99,66 %. Изучение молярных