

Выбранные условия элюирования также позволяют разделить смесь дитерпеновых алкалоидов на фракции с содержанием основного компонента до 80%.

Перекристаллизацией из ацетонитрила выделен один из изомеров тугиаконитина с температурой плавления 199-201⁰ С.

Результаты исследований подтверждены методом ВЭЖХ-МС.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ ВЫБОР ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА ДЛЯ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Стасик А.А., Пупышев А.А.

Уральский государственный технический университет – УПИ
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

В работе [1] экспериментально изучена возможность улучшения точности атомно-эмиссионного определения калия в вольфраме и железа в Y_2O_3S при радиальном способе наблюдения плазмы индуктивно связанного разряда. В условиях варьирования мощности разряда и скорости подачи центрального потока аргона применение линий внутренних стандартов (W I 384.743 нм для K I 769.897 нм и Y II 311.204 нм для Fe II 259.940 нм) позволило улучшить точность определения малых содержаний калия и железа на 20-25 %.

С использованием метода термодинамического моделирования и алгоритма моделирования, изложенного в [2], изучено изменение абсолютной $I(Me)$ и относительной $I(Me)/I(Me\text{-внутренний стандарт})$ интенсивности спектральных линий указанных систем при варьировании температуры плазмы в диапазоне от 6500 до 8000 К и скорости подачи центрального потока аргона от 0.7 до 1.4 л/мин. Основные условия моделирования соответствовали операционным параметрам анализа [1].

Показано, что использование в качестве внутреннего стандарта линии W I 384.743 нм должно снижать погрешность определения K, что соответствует эксперименту, но лучшая точность анализа может быть получена с дополнительно введенным внутренним стандартом – Rb (линия Rb I 780.023 нм).

Термодинамическими расчетами также установлено, что применение в качестве внутреннего стандарта линии Y II 311.204 нм действительно должно снижать погрешность определения Fe, что соответствует эксперименту.

Проведенные расчеты подтвердили возможность быстрого теоретического выбора внутреннего стандарта для метода атомно-

эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой и радиальным способом наблюдения спектра.

1. Li J. Improving analytical precision by utilizing intrinsic internal standards for determining minor constituents by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry // J. of Analyt. Atom. Spectrom. 1996. V. 11. P. 683-687.

2. Пупышев А.А., Данилова Д.А. Термодинамическое моделирование для метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2005. 85 с.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАЛЫХ СОДЕРЖАНИЙ Co В МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРАХ ОТХОДОВ АЭС МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Стасик А.А., Пупышев А.А.

Уральский государственный технический университет – УПИ
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Для определения 0.05-5.00 мг/л кобальта в модельных растворах отходов атомных электростанций (АЭС) с высоким суммарным солевым содержанием (~400 г/л: NaNO_3 , NaCl , Na_2CO_3 , Na_2SO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, ПАВ, ЭДТА и др.) был выбран метод атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией проб с использованием спектрометра AAnalyst 800 (компенсация фонового поглощения с использованием эффекта Зеемана). Изучение литературных данных показало, что для решения подобных аналитических задач обычно используется прием отделения кобальта от матрицы пробы и анализ с градуировкой по чистым водным стандартам или использование способа стандартных добавок и химического модифицирования состава пробы. Данные способы анализа отличаются существенной трудоемкостью.

Для проведения анализа предложено разбавлять исходную пробу в 50 раз, что резко снижает солевое содержание матрицы в анализируемом растворе, может дать возможность получения простой градуировочной функции по безматричным водным стандартам и проведения прямого анализа растворов. При этом уровень концентрации Co остается в диапазоне, достаточном для количественного определения.

С использованием кривых пиролиза и атомизации кобальта была получена оптимальная температурно-временная программа атомизации (регистрация по площади пика) [1]. В найденных условиях анализа был получен по безматричным водным стандартам градуировочный график