

Таблица 1. Результаты оценки содержания водорастворимого и обменного аммония в почвах

Метод	№ пробы	Содержание иона аммония, мг/кг	Относительная ошибка, %*
Индофенольный	1	121	2,52
	2	178	0,99
	3	82	0
	4	80	2,15
	5	136	1,29
Пьезокварцевого микровзвешивания	1	121	3,55
	2	138	5,23
	3	51	17,2
	4	45	16,0
	5	112	6,26

Разработан экспресс-способ анализа содержания обменного и водорастворимого аммония в почвах на установке пьезокварцевого микровзвешивания [2], не требующий фильтрации солевых вытяжек, приготовления растворов многочисленных реактивов (и проверки их качества), проведения фотометрических реакций. Экономия времени по сравнению с фотометрическими методами составила примерно 24 часа.

1. Добровольский Г. В. Охрана почв / Г. В. Добровольский, Л. А. Гришина. – М.: Изд-во МГУ, 1985. – 264 с.

2. Кучменко Т. А. Применение метода пьезокварцевого микровзвешивания в аналитической химии / Т. А. Кучменко. – Воронеж: ВГТА, 2001. – 280 с.

3. Кучменко Т.А. Инновационные решения в аналитическом контроле / Т.А. Кучменко. – Воронеж: ВГТА, 2009. – 252 с.

4. ГОСТ 26489-85 Почвы. Определение обменного аммония по методу ЦИНАО.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ Zn (II), Cd (II) И Pb (II) С ПОМОЩЬЮ НАНОЧАСТИЦ ВИСМУТА

Пьянкова Л.А.

Уральский государственный экономический университет
г. Екатеринбург, 620219, ул. 8 Марта, д. 62

В электроанализе в последнее время в качестве модификаторов сенсоров используют наночастицы металлов. Для определения следовых

количеств Zn (II), Cd (II) и Pb (II) используют наночастицы висмута, однако существующие способы синтеза достаточно сложны.

Целью настоящей работы является разработка технологически простого способа синтеза наночастиц висмута и дальнейшее их использование в качестве модификатора толстопленочного углеродсодержащего электрода (ТУЭ).

Наночастицы висмута получали восстановлением нитрата висмута боргидридом натрия. Из полученных частиц готовили модифицирующую суспензию. Имобилизацию наночастиц на поверхность электрода осуществляли нанесением капли суспензии на рабочую зону электрода. Исследовали различные углеродсодержащие подложки: стеклоуглеродные и на основе различных углеродсодержащих чернил. Размер наночастиц висмута и их распределение в золе определяли с помощью электронной микроскопии.

Установлено, что наночастицы висмута на поверхности электрода находятся в окисленном состоянии, на это указывает отсутствие пика окисления в области потенциалов (-0.4) - (+0.6) В без выдержки электрода при потенциале (-1,2) В. Данную особенность необходимо учитывать при подготовке электрода к электрохимическому анализу.

Изучено влияние количества модификатора на поверхности электрода на величину, воспроизводимость и правильность аналитического сигнала. Установлено, что увеличение количества модификатора приводит к ухудшению сенсорных свойств. Возможно, это происходит из-за агрегации частиц на поверхности, в результате чего они перестают проявлять свойства отдельных наночастиц. Уменьшение количества модификатора также приводит к ухудшению сенсорных свойств, так как его не достаточно для осуществления электрохимического процесса.

Вольтамперограммы снимали в 0,1 М ацетатно-хлоридный раствор. В диапазоне концентраций 1-50 мкг/л калибровочный график имеет коэффициент корреляции 0,991, 0,994 и 0,997 для цинка, кадмия и свинца соответственно. Пределы обнаружения методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) составляют (мкг/л) 5,3 для цинка, 0,9 для кадмия и 0,6 для свинца при продолжительности концентрирования 300 с. Относительное стандартное отклонение полученных результатов не превышает 8%.

Показана возможность использования наночастиц висмута, полученных химическим восстановлением, в качестве модификатора толстопленочного углеродсодержащего электрода для определения цинка, кадмия и свинца. Установлено, что электрод, модифицированный полученными наночастицами висмута по чувствительности и метрологическим характеристикам определения Zn (II), Cd (II) и Pb (II) превосходит

существующие, коммерчески доступные сенсоры на основе наночастиц висмута.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ СЕРЕБРА СОРБЦИОННЫМ МАТЕРИАЛОМ НА ОСНОВЕ 2-МЕТИЛ-1,3,5-ОКСАТИАЗЕПИН-4-ТИОНА

Рахматуллина К.Т.

Иркутский государственный университет
664003, г. Иркутск, ул. Карла Маркса, д. 1

Особое место в концентрировании элементов занимают сорбционные материалы, полученные иммобилизацией комплексообразующего вещества на подходящем носителе. Актуальна разработка новых, простых и эффективных способов получения сорбционных материалов, которые можно использовать как в статическом, так и в динамическом режимах сорбции.

Представлены результаты исследования в динамических условиях сорбционных свойств материала на основе комплексообразующего вещества 2-метил-1,3,5-оксатиазепин-4-тиона (Тиона), иммобилизованного на марле. Для приготовления материала навеску Тиона растворяли в диметилформамиде (ДМФА) и полученным раствором пропитывали точно взвешенные отрезки марли. Высушенный материал упаковывали в колонку (шприц), высота сорбционного слоя составляла 1 см.

Раствор, содержащий ионы Ag^+ , пропускали через колонку, элюировали, а затем определяли концентрацию ионов Ag^+ методом атомно-абсорбционной спектроскопии. Максимальная степень извлечения достигается при массе Тиона в сорбционном материале не менее 50 мг. В качестве элюента использованы ДМФА и 10%-ный раствор тиомочевины в 1 М HNO_3 . Использование ДМФА в качестве элюента позволяет извлечь ионы Ag^+ на 95%.

Установлено, что изменение скорости пропускания раствора через колонку (от 1,1 до 2,5 мл/мин) и высоты слоя сорбционного материала в колонке (от 1 до 2 см) практически не влияют на степень извлечения серебра. Оптимальная кислотность азотнокислых растворов для сорбции серебра составляет 0,1-1 М, при увеличении или уменьшении концентрации кислоты наблюдается значительное снижение величины степени извлечения.

Исследуемый сорбционный материал может быть использован повторно, однако степень извлечения значительно снижается уже во втором цикле.