

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ ОГНЕУПОРАХ МЕТОДОМ АЭС ИСП ПОСЛЕ МИКРОВОЛНОВОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ

Тормышева Е.А., Смирнова Е.В., Ермолаева Т.Н

Липецкий государственный технический университет

398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Магнезиальные огнеупорные материалы (МОМ) используют для футеровки высокотемпературных печей, леток конвертеров, стаканов для разливки и фурм для продувки стали, в качестве набивных масс для вакууматоров стали и индукционных печей.

Применяемые в настоящее время одноэлементные методики определения оксидов в МОМ (фотометрия, титриметрия, атомно-абсорбционная спектроскопия) длительны, трудоемки и требуют значительных затрат расходных материалов. Кроме того, предварительная пробоподготовка предусматривает сплавление навески со щелочным плавнем в платиновом тигле при температуре 1000⁰С в течение 30-60 минут, что приводит к быстрому изнашиванию платины и тем самым увеличению стоимости анализа.

С целью сокращения времени и стоимости анализа, улучшения метрологических характеристик при определении примесных компонентов, а также снижения трудозатрат разработана методика одновременного многоэлементного анализа МОМ методом атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС ИСП) и микроволновой пробоподготовкой.

Для разложения проб использовалась система микроволнового разложения «Milestone High Performance Microwave Labstation ETHOS PLUS» (Италия). Определение выполнялось на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой «Optima 4300 DV» фирмы «Perkin Elmer Instruments» (США).

Оптимизирован состав реакционной смеси для вскрытия проб, продолжительность выдержки в автоклаве и температурный режим при микроволновом разложении. Наилучшие результаты разложения получены при использовании смеси концентрированных кислот (HCl, HNO₃, HF, H₃PO₄, H₂SO₄), взятых в объёмных отношениях 6 : 2 : 1 : 10 : 4. Установлено, что наиболее эффективно вскрытие образцов МОМ протекает в автоклавах под воздействием микроволнового излучения при температуре 235⁰С с выдержкой в течение 30 мин.

Определение оксидов алюминия железа (III) и кальция возможно при следующих длинах волн (нм) 308,215, 259,939 и 315,887 соответственно. Количественный анализ осуществлялся методом трёх эталонов.

Для контроля правильности определения использовали стандартный образец состава МОМ, проведённые через все стадии анализа. Методика апробирована на реальных образцах, результаты анализа сопоставлены с данными, полученными стандартными методами. Статистическая обработка результатов не выявила систематической погрешности. Разработанная методика позволяет за один измерительный цикл определять весь перечень нормируемых примесей, исключает применение платиновой посуды, сокращает перечень и объёмы реакционной смеси (расход кислот сокращён почти в 2 раза), значительно уменьшает продолжительность анализа как за счёт сокращения времени пробоподготовки (в 3 раза), так и из-за одновременного многоэлементного определения методом АЭС ИСП из одной навески, позволяет улучшить условия работы обслуживающего персонала в лаборатории металлургического профиля.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММИАКА В МОЛОКЕ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Трофименко А.Ю., Пиль Л.И.

Кубанский государственный университет
350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, д. 149

Исследование пищевых продуктов – сложная аналитическая задача вследствие многокомпонентности состава. Молоко представляет дисперсную систему, содержащую более ста органических и неорганических веществ. В состав молока входят белки, многочисленные азотистые соединения небелкового характера (мочевина, аминокислоты, креатин, аммиак и др.), жиры, углеводы, минеральные вещества, ферменты, витамины. Для получения качественной молочной продукции необходимо качественное сырьё. Одним из показателей качества молока является содержание аммиака. В настоящее время в РФ определение содержания аммиака в молоке регламентировано ГОСТом 24066-80 «Молоко. Метод определения аммиака». Методика основана на определении цвета молочной сыворотки при ее взаимодействии с реактивом Несслера и дает возможность только качественного определения аммиака. Поэтому необходимо разработать методику количественного определения аммиака в молоке. Для разработки методики был применен современный широко используемый в практике аналитической химии метод капиллярного электрофореза. Он основан на разделении компонентов сложной смеси в кварцевом капилляре под действием электрического поля. Анализ проводили на приборе «Капель 103 Р». Для определения аммиака применили косвенное детектирование. В состав ведущего электролита ввели по-