

глошающий УФ-излучение катион протонированного бензимидазола. В зоне нахождения непоглощающего иона уменьшалась концентрация бензимидазола. На электрофореграмме наблюдались отрицательные пики, площади которых пропорциональны концентрациям аммиака. С помощью программного обеспечения запись инвертировалась и представлялась в привычном виде.

Таблица – Условия проведения анализа по определению аммиака методом капиллярного электрофореза

Параметр	Условия анализа
Длина волны	254 нм
Ввод пробы	Пневматический (давление 30 мбар, время 5 сек)
Режим анализа	Напряжение +16 кВ, время 6 мин
Температура	20 °С
Буфер	Бензимидазол 20 ммоль/л; винная кислота 4 ммоль/л

Для подготовки пробы молока к анализу проводили осаждение белков 10% раствором уксусной кислоты. К сыворотке прибавляли 18 М раствор NaOH для создания щелочной среды (pH 12) и отгоняли аммиак с паром в раствор борной кислоты. Содержимое приемника переносили в мерную колбу на 50,0 см³. В пробирку Эппендорфа помещали отфильтрованный отгон и проводили анализ. Предварительно градуировали систему путем измерения аналитических сигналов стандартных растворов. Среднеквадратичное отклонение не превышало 5%. Проведена метрологическая оценка предложенной методики. Метод капиллярного электрофореза обеспечивает высокую эффективность разделения и, учитывая его экспрессность, простоту аппаратного оформления и малый расход реактивов, его можно применять на предприятии для проведения входного контроля качества молока по содержанию аммиака.

РАЗРАБОТКА СПОСОБА УЧЕТА ЭФФЕКТА ГЕТЕРОГЕННОСТИ ПРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМ АНАЛИЗЕ АЭРОЗОЛЕЙ, СОБРАННЫХ НА ФИЛЬТР

Хантагаева Е.А., Коржова Е.Н.

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

При рентгенофлуоресцентном анализе (РФА) неорганических загрязнителей воздуха, собранных на фильтр, одним из источников погрешностей их результатов является влияние размера (D) частиц аэрозо-

лей на интенсивность (I_f) флуоресценции - эффект микроабсорбционной неоднородности (МАН). Устранить его дополнительным измельчением не представляется возможным, сплавление проб с флюсом снизит экспрессность и чувствительность анализа, а также может привести к потерям аналитов. В зависимости от источника загрязнения размер частиц аэрозолей изменяется от 0,1 до 100 мкм. Тяжелые металлы накапливаются, в основном, в частицах с $D < 2,5$ мкм, и при рентгенофлуоресцентном определении их содержания излучатели являются ненасыщенными.

Целью настоящей работы является оценка возможности учета фильтры, которые представляют собой органические пленки, содержащие тонкоизмельченный порошок [1]: смесь материала ГСО почв и соединений тяжелых металлов. Для достижения D частиц, характерного для аэрозолей, порошковые смеси доистирали вручную в агатовой ступке с добавлением спирта. Чтобы оценить влияние размера частиц на интенсивность флуоресценции, порошок истирали в течение различного времени t из интервала 5-180 мин. Поверхностная плотность (P_s) излучателей варьировала от 5 до 56 мг/см².

Установлено, что влияние размера частиц излучателя на интенсивность флуоресценции достигает 25%. Зависимость $I_f=f(t)$ имеет нетипичный характер: на первой стадии измельчения I_f с ростом t увеличивается, что согласуется с физической природой эффекта МАН при отсутствии обволакивания крупных частиц мелкими [2]; далее I_f падает и вновь растет. Предположено, что снижение I_f связано с образованием из тонкоизмельченного материала более крупных частиц. Показано, что величина эффекта МАН усиливается с уменьшением толщины излучающего слоя. Аналогичные результаты получены для смеси минералов (пирит FeS₂, сфалерит ZnS и кварц SiO₂).

Изучена зависимость интенсивности CeLa-, TaLa- и SeKa-линий, излученных подложкой, помещенной под пленочный образец, от D частиц порошка, несущего определяемые компоненты. Установлено, что размер частиц излучателя влияет на величину I_n , и ход графиков $I_n=f(t)$ имеет зеркальное отображение по сравнению с $I_f=f(t)$. Выбраны оптимальные формы корректирующих уравнений, содержащие в качестве переменной I_n , что позволяет учитывать эффект МАН при РФА аэрозолей, собранных на фильтр: погрешность результатов анализа снижается в 2-10 раз в зависимости от определяемого элемента и вариации P_s излучателей. Показано, что материал подложки следует выбирать экспериментально в зависимости от физико-химических характеристик анализируемых проб.

1. Коржова Е.Н., Смагунова А.Н., Кузнецова О.В., Козлов В.А. Способ изготовления стандартных образцов атмосферных аэрозолей, нагруженных на фильтр // Пат. №2239170, РФ. Оpubл. 27.10.04.

2. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М: Химия, 1982. 208 с.

ИЗУЧЕНИЯ ВЛИЯНИЯ ПЕРРЕНАТ-ИОНОВ НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНУЮ ФЛУОРЕСЦЕНЦИЮ АКРИДИНОВОГО ОРАНЖЕВОГО В СТЕКЛЮЮЩЕЙСЯ СМЕСИ ВОДА-ГЛИЦЕРИН

Евдокимова О.В.⁽¹⁾, Царева О.В.⁽²⁾, Печищева Н.В.⁽¹⁾, Шуняев К.Ю.⁽¹⁾

⁽¹⁾ Институт металлургии УрО РАН

г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

⁽²⁾ Уральский государственный университет

620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, д. 51

Рений благодаря своим уникальными свойствами является одним из перспективных металлов и находит широкое использование в различных областях промышленности. Большой спрос на данный элемент требует больших объемов производства и добычи рения, а, следовательно, и совершенствование средств его аналитического контроля.

Среди методов определения рения большой интерес вызывают флуориметрические методы анализа, характеризующиеся высокой чувствительностью и избирательностью. Но большинство флуориметрических методик предусматривает проведение процедуры отделения рения от сопутствующих компонентов и его предварительного концентрирования для снижения предела обнаружения. Так, для экстракционно-флуориметрического определения рения хорошо зарекомендовали себя основные красители акридинового ряда – акридиновый оранжевый (АО), акрифлавин, которые образуют с перренат-ионами (ReO_4^-) ионные ассоциат [1]. Однако методики с их использованием предполагают проведение процедуры экстракции токсичным растворителем - дихлорэтаном.

В настоящей работе проведено изучение спектров возбуждения и флуоресценции красителя акридинового оранжевого при температуре кипения жидкого азота (77К) в присутствии перренат-ионов в стеклующейся смеси глицерин-вода. Низкотемпературная флуоресценция растворов красителя исследовалась на спектрофлуориметре «Флюорат-02-Панорама» с использованием крио-приставки, для этого исследуемый раствор помещали во фторопластовую кювету и опускали в термо-