

локнистый сорбент КУ-2 составляет 10 мин., дальнейшее увеличение времени контакта и даже обработка матрицы-носителя СВЧ-облучением при оптимальных условиях ($\tau_{\text{обл}}=10$ сек; $P_{\text{обл}}=450$ Вт) не влияет на продолжительность сорбции.

«Проявку» сорбированного металла осуществляли с помощью этанольных растворов выбранных хромогенных реагентов – 1-(*о*-толил)-(I) и 1-(*р*-толил)-3-этил-5-(бензилбензимидазол-2-ил) формазанов (II), образующих глубокоокрашенные ($\Delta\lambda=140-150$ нм) внутрикомплексные соединения составов LCu и L_2Cu . При этом отмечено, что положение метильной группы в арильном фрагменте формазановой цепи не оказывает влияния на эффективность визуального детектирования количества сорбированных на волокнистую матрицу ионов $Cu(II)$. Так, величина $a_{\text{макс}}$ сорбции ионов меди(II) при «проявке» раствором 1-*о*-толилсодержащего формазана составляет 870 Ммоль/г, а 1-*р*-толилпроизводного формазана – $a_{\text{макс}}=874$ Ммоль/г. При СВЧ-модифицировании сорбента КУ-2 увеличение величины сорбционной емкости по отношению к ионам $Cu(II)$ наблюдается лишь на 2,5%, что, по-видимому, связано с изменением удельной поверхности сорбента за счет испарения воды из пор полиакрилонитрильного волокна.

Однако более важным оказался тот факт, что после СВЧ-облучения интенсивность окраски сорбированных на волокнистых матрицах КУ-2 комплексов значительно повышается и приближается к интенсивности их окраски, полученной при прямом контакте ионов $Cu(II)$ с формазанами в растворах. Следовательно, выбранный способ пробоподготовки матрицы-носителя за счет обработки нетепловым излучением сверхвысокой частоты позволяет эффективно улучшить метрологические характеристики разрабатываемых тест-систем и повысить чувствительность и точность определения с их помощью содержания меди в водных средах.

НИВЕЛИРОВАНИЕ МАТРИЧНОГО ЭФФЕКТА ПРИРОДНЫМ ЦЕОЛИТОМ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПИРЕТРОИДОВ В ЗЕРНОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Саунина И.В., Грибанов Е.Н., Оскотская Э.Р.

Орловский государственный университет

302026, г. Орёл, ул. Комсомольская, д. 95

Разнообразие химических и биологических препаратов, используемых в сельском хозяйстве для борьбы с вредителями и болезнями растений, а также строгие требования, предъявляемые к сельскохозяй-

ственной продукции, создают необходимость в оценке её качества и безопасности для потребителя. Широкое распространение при производстве средств защиты растений получили синтетические пиретроиды. Они оказывают токсичное действие на организм человека, животных и окружающую среду, а также обладают такими опасными свойствами как бластомогенность, мутагенность и тератогенность [1].

Точность и воспроизводимость химического анализа, направленного на идентификацию и определение остаточных количеств пиретроидов в реальных объектах, во многом зависит от степени устранения негативного влияния матрицы.

Целью настоящей работы явилось изучение возможности применения природного цеолита Хотынецкого месторождения для нивелирования матричного эффекта при определении некоторых синтетических пиретроидов в зерновой продукции методом газовой хромато-масс-спектрометрии.

Элементный и химический состав цеолита данного месторождения установлен в работе [2].

Нами систематически изучена сорбция бифентрина, лямбда-цигалотрина, перметрина и циперметрина природным цеолитом из ацетона (концентрация пиретроидов составляла 1 мкг/мл), используемого для экстракционного извлечения аналитов из зерна. Установлено, что природный цеолит практически не сорбирует изучаемые пиретроиды. Степень их извлечения колеблется от 1-2% до 14%, что позволяет использовать данный материал для сорбционной очистки экстрактов и нивелирования матричного эффекта.

О времени необходимо для минимизации влияния матрицы - сорбции основных макрокомпонентов зерна (белков, жиров и крахмала), судили исходя из вида хроматограмм (отсутствия пиков фона), получаемых при определении аналитов методом газовой хромато-масс-спектрометрии после предварительной сорбционной очистки экстрактов анализируемых образцов цеолитом. Найдено, что оптимальное время сорбции компонентов матрицы составляет ~ 50-60 минут.

Полученные данные могут быть использованы для разработки методики подготовки проб при определении остаточных количеств пестицидов группы пиретроидов в зерновой продукции, минимизирующей влияние матрицы, для последующего определения аналитов инструментальными методами, например, газовой хромато-масс-спектрометрией.

1. Федоров Л.А., Яблоков А.В. Пестициды – токсический удар по биосфере и человеку. М. : Наука, 1999. 462 с.

2. Грибанов Е.Н., Оскотская Э.Р. Элементный состав цеолита Хотынецкого месторождения по данным энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии //Учен. зап. Орлов. гос. ун-та. Сер. «Естественные, технические и медицинские науки». 2012. № 6 (50). С. 90–92.

РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ СОДЕРЖАНИЯ БОРА В СЕРДЦЕВИНЕ ЗАГОТОВОК ОПТОВОЛОКНА

Хиллер В.В.

Институт геологии и геохимии УрО РАН
620075, г. Екатеринбург, пер. Почтовый, д. 7

Легирование бором силикатной матрицы широко применяется при производстве оптических заготовок для изготовления специального оптоволоконна, в т.ч. сохраняющего поляризацию, фоточувствительного, активного и др. При послойном формировании структуры световода очень важно проводить исследования распределения легирующих элементов в матрице стекла с разрешением меньшим чем, толщина слоя. Это позволяет понимать взаимное влияние легирующих добавок как внутри слоя, так между слоями. Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) широко применяется для изучения химического состава и распределения содержания элементов на поверхности твердых полированных образцов, минералов, стекол, керамики и др. Для «средних и тяжелых элементов» (Si, Ge, Al, Eg, Yb, Tm) РСМА не представляет больших проблем, однако, при определении «ультра-лёгких» элементов (Be, B, C, N, O) возникают методические сложности, обусловленные длинноволновой природой рентгеновского излучения, низким отношением пик/фон, широкими пиками, наложением линий «тяжелых» элементов и т.д. Также весьма сложен подбор однородных стандартных образцов для определения бора. Из-за этого в основной массе публикаций приводятся анализы бор-содержащих минералов с расчетными значениями бора. В работе рассмотрены методические аспекты рентгеноспектрального микрозондового определения бора в силикатной матрице.

Образец исследования – полированный поперечный срез преформы с сердцевиной (диаметр 2.3 мм), легированной бором.

Определение элементного состава активных оптических заготовок выполнено на электронно-зондовом микроанализаторе Cameca SX 100. Поверхность образца покрыта тонким слоем углерода в вакуумном напылителе. Условия измерения интенсивности: ускоряющее напряжение 10 кВ, ток поглощённых электронов 20 нА, диаметр пучка электронов 2 мкм. Подобраны стандартные образцы, близкие по составу (SiO₂