

- лоты 6 моль/л;
- Десорбция плутония – 15 мл смеси кислот – 0,05 моль/л $H_2C_2O_4$ в 3 моль/л HNO_3 ;
- Десорбция урана – 10 мл слабого раствора азотной кислоты 0,1 моль/л.

Результаты измерения изотопного состава до и после предварительной очистки приведены в таблицах 1, 2:

Полученные результаты показывают работоспособность предложенной методики получения чистых фракций U и Pu.

Список литературы

1. Horwitz E.P., Dietz M.L., Chiarizia R., Diamond H. // *Anal. Chim. Acta.*, 1992.– Vol.266.– P.25–37.

ВОЗМОЖНОСТЬ МЕТОДА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ СТЕКЛОУГЛЕРОДНОГО ЭЛЕКТРОДА АРИЛДИАЗОНИЕВЫМИ СОЛЯМИ

А.О. Гусар

Научный руководитель – к.х.н., доцент Е.В. Дорожко

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, anngsa@mail.ru

Модификация поверхности стеклоуглеродного электрода (СУЭ) может привести к появлению поверхностей, обладающих новыми и специфическими функциональными возможностями, которые могут быть использованы во многих областях применения. Одним из таких материалов являются ароматические соли диазония (АСД), результате модификации они используются как для создания электрохимических биосенсоров, где АДС выполняют функцию линкера, так и в качестве органо-модифицированных электродов для целей количественного определения БАВ в разных объектах [1].

Целью работы явилась оптимизация процесса спонтанной химической модификации стеклоуглеродного электрода йод-содержащими АСД.

В роли модификаторов для исследования влияния функциональных групп на природу сигнала был выбран ряд йодатных солей арилдиазония, содержащих карбокси-, циано-, нитрогруппы АСД без радикала.

В работе использовались вспомогательный электрод и электрод сравнения (хлоридсеребряные электроды). Оптимизация условий процесса спонтанной модификации СУЭ йодатными АСД заключалась в ва-

рьировании следующих параметров: времени экспозиции СУЭ в растворе модификатора (с) и концентрации модифицирующего агента (мг/л).

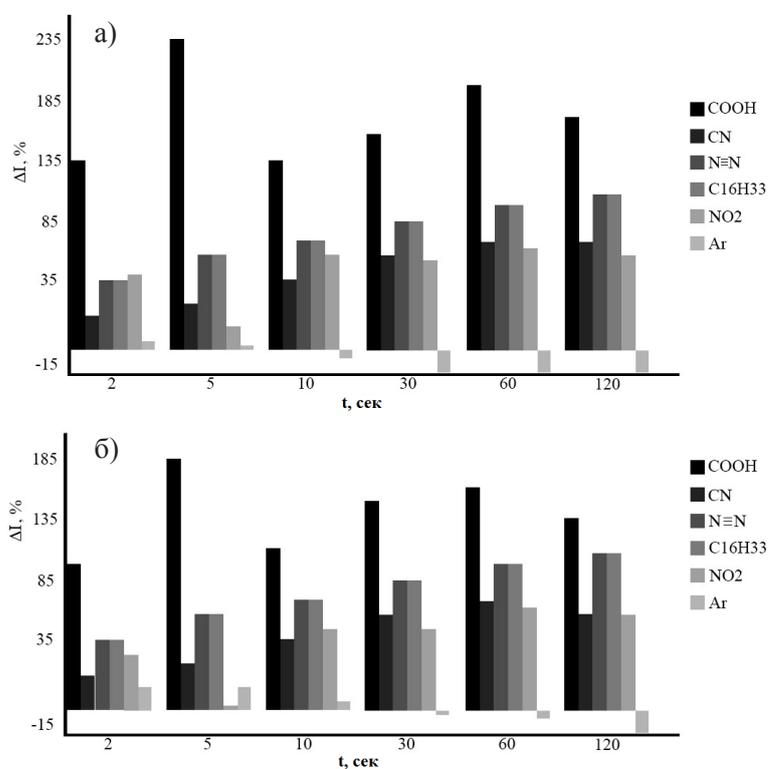


Рис. 1. Зависимость изменения токов $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ (ΔI , %) от времени экспозиции СУЭ в растворе модификаторов йодатных солей арилдиазония: (а) катодные токи, (б) анодные токи. Фоновым электролитом является KCl 0,5 М, скорость сканирования 80 мВ/с, концентрация 10 мг/л

Рабочие концентрации растворов АСД составляли для модификации 10, 30, 60 мг/л, соответственно. Время экспозиции рабочего электрода в растворах модифицирующих агентов варьировалось следующим образом: 2, 5, 10, 30, 60, 120 секунд. Оценку обратимости протекающих на рабочем электроде процессов проводили до химической модификации и после путем регистрации циклических вольтамперограмм гексацианоферратных солей $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-/4-}$ с концентрацией 0,25 М (фон 0,5 М КСl) и был произведен расчёт ΔI (%) рисунок 1 а, б:

$$\Delta I = \frac{I_1 - I_0}{I_0} \cdot 100\%,$$

где I_0 – ток $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-/4-}$ без модификатора; I_1 – ток $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-/4-}$ после выдерживания в растворе модификатора.

Список литературы

1. Harnisch D.B. Gazda J.W. Anderegg M.D. Porter. (2001). *Chemical modification of carbonaceous stationary phases by the reduction of diazonium salts*. *Anal. Chem.* – 73. – 3954–3959.

В ходе исследования, установлено, что получаемые токи $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-/4-}$ максимальны для $[\text{COOH}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2)\text{OI}_3]$ модифицирующего агента при времени экспозиции рабочего электрода в растворе составляющем 4 секунды и $c = 10$ мг/л модификатора ($\Delta I = 185\%$ анодная развертка и $\Delta I = 230\%$ катодная развертка).

Для доказательства наличия органических функциональных групп на поверхности СУЭ получены спектры отражения ИК поверхностей: 1) модификатор $[\text{COOH}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2)\text{OI}_3]$ концентрацией 10 мг/л; 2) исходная поверхность СУЭ; 3) поверхность СУЭ после модификации. Исследования проводились на ИК-спектрометре Cary 660 (производства «Agilent»). В спектрах наблюдались полосы поглощения при 3659, 1685, 1590, 786 cm^{-1} , отвечающие COOH -группе и $-\text{C}_6\text{H}_5-$.

ОЦЕНКА ХАРАКТЕРИСТИК ДПТ РАЗРЯДА ПРИ ВВЕДЕНИИ ГЕРМАНИЙСОДЕРЖАЩИХ ПРОБ

Т.Я. Гусельникова¹

Научный руководитель – к.х.н., с.н.с. А.Р. Цыганкова

¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева 3, guselnikova1988@inbox.ru

Высокоочищенный диоксид германия используется в качестве сырья для производства функциональных материалов. Наиболее жесткие требования предъявляются к содержанию примесей в германии, используемом в производстве детекторов ядерных излучений $\sim 10^{-10}$ % мас. и ниже [1].

Один из способов достичь пределов обнаружения (ПО) аналитов на уровне 10^{-6} – 10^{-10} % мас. – использование предварительных процедур концентрирования примесей. Традиционно при анализе высокоочищенного GeO_2 основу пробы отделяют в виде GeCl_4 после химического превращения [2].

Атомно-эмиссионный спектральный анализ (АЭС) в настоящее время один из наиболее используемых методов в аналитической практике. АЭС с дуговым разрядом (АЭС ДПТ) не утратил свою актуальность при анализе концентратов микропримесей, так как позволяет достичь вы-

соких коэффициентов концентрирования. Получение достоверной информации методом АЭС ДПТ зависит от многих факторов, в том числе от процесса испарения пробы из кратера графитового электрода и регистрации эмиссионного спектра.

Процедура концентрирования примесей позволяет отделить основу пробы GeO_2 на 99%, концентрат примесей представляет собой остаточное количество германия, обогащенное микропримесями. Присутствие германия в исследуемом концентрате приводит к спектральным и неспектральным интерференциям, в том числе к нестабильности плазмы.

Состояние плазмы чаще всего оценивают по двум параметрам – температура разряда и электронная плотность. В настоящей работе проведен расчёт атомной и ионной температуры плазмы дуги постоянного тока (ДПТ) проводили по методу «графика Больцмана» [3]: