

Секция 3. Теоретические и прикладные аспекты физической и аналитической химии

ния использовали колонку ProntoSil-120-5-C18 AQ (размером 2,0×75 мм, 5,0 мкм).

Экспериментальным путем были подобраны рабочие условия определения низина методом ОФ ВЭЖХ-УФ: определена длина волны детектирования, состав подвижной фазы и способ элюирования. В качестве подвижной фазы использовали 0,1% раствор уксусной кислоты и ацетонитрил. Хроматографирование проводили в изократическом режиме: по программе

20 % об. ацетонитрила в течение 15 минут, расход элюента 100 мкл/мин, температура термостата колонки 35 °С. Аналитическая длина волны УФ-детектора 250 нм.

На рисунке 1 приведена хроматограмма стандартного раствора низина 0,05 мг/мл в подобранных рабочих условиях. Данные условия можно рекомендовать для определения низина в продуктах питания с низким содержанием определяемого компонента.

Список литературы

1. Демина Т.Ю. Проблемы использования низина в качестве пищевой добавки // *Вопросы питания*, 2016. – Т.85. – №52. – С.188.
2. Reunanen J. Lantibiotic nisin and its detection methods, 2007.
3. Гигиенические требования по применению пищевых добавок: СанПиН 2.3.2.1293-03 от 18.04.2003 г.

МЕТАСТАБИЛЬНЫЕ ИОНЫ ТЕТРАКИСТРИФТОРФОСФИН ГИДРИДА ИРИДИЯ В МАСС-СПЕКТРАХ

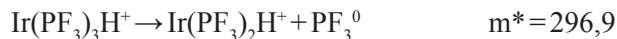
Д.И. Кушнарев, Д.Г. Арефьев, С.А. Васин, Д.В. Тимофеев

АО «ПО Электрохимический завод»
Россия, E-mail: psi@esp.ru

Масс-спектрометрия метастабильных ионов достаточно хорошо изучена и используется в химии для установления и контроля реакций фрагментации. Пики метастабильных ионов существенно шире пиков реальных ионов и, как правило, несимметричны. Они ухудшают разрешение в спектре и являются основной причиной фонового ионного тока в широком диапазоне массовых чисел.

Тетракистрифторфосфин гидрид иридия $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}$ обладает хорошо развитым спектром ионных групп, что предполагает наличие метастабильных переходов с образованием метастабильных ионов. Исследования проводились на статическом магнитном масс-спектрометре секторного типа МИ-1201. Относительные интенсивности ионных групп в $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}$ представлены в таблице 1.

Схема распада с образованием «кажущихся» масс (m^*) была выбрана с отрывом одного радикала трифторфосфина PF_3^0 .



Переходов по типу: $\text{Ir}(\text{PF}_3)\text{H}^+ \rightarrow \text{Ir}(\text{PF}_2)\text{H}^+ + \text{F}^0$, сопровождающихся отрывом одного фтора внутри радикала PF_3^+ не зафиксировано. Таким образом, при ионизации электронным ударом в соединении $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}$ фрагментация ионов идет по основной схеме – с отрывом радикала PF_3 . Ионы типа $\text{Ir}(\text{PF}_2)\text{H}^+$, $\text{Ir}(\text{PF})\text{H}^+$, IrPH^+ , IrF^+ и IrH^+ составляют незначительную часть от основной доли ионов. Развитый спектр метастабильных ионов в соединении $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}$ говорит о значительном времени жизни «дочерних» ионов. Помимо основной причины, связанной с перераспределением внутренней энергии при ионизации молекулярного иона в источнике ионов, свое влияние на степень фрагментации оказывает высокая молекулярная масса иона $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}^+$, и связанное с ней значительное время дрейфа ионов в камере масс-спектрометра. По-

Таблица 1. Относительные интенсивности ионных групп масс-спектра $\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}$

Ионная группа	$\text{Ir}(\text{PF}_3)_4\text{H}^+$	$\text{Ir}(\text{PF}_3)_3\text{H}^+$	$\text{Ir}(\text{PF}_3)_2\text{H}^+$	$\text{Ir}(\text{PF}_3)\text{H}^+$	Ir^+
Относительная интенсивность у.е.	200	900	900	1000	200

лученные в результате значения «кажущихся» масс метастабильных ионов позволяют правильно интерпретировать фоновые значения аналитических пиков в масс-спектрах газов и повышать точность расчетов как изотопного, так и примесного составов.

Наряду с определением величины метастабильных ионов и вероятностью протекания той или иной схемы распада (фрагментации), проведена оценка времени жизни данных ионов, которое составило $2,90 \cdot 10^{-5}$ с.

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ОРГАНИЧЕСКОГО МОДИФИКАТОРА НА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ СЕЛЕНА

Х.Т.А. Ле

Научный руководитель – к.х.н., ассистент К.Н. Фам

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

Соединения селена входят в число незаменимых микроэлементов, бесконтрольное поступление которых в организм человека из воды и пищевых продуктов может послужить причиной возникновения тяжелых заболеваний. Среди многочисленных методов определения Se широко распространены электрохимические (в том числе вольтамперометрия). В аналитической практике для вольтамперометрического определения селенит-ионов в последнее время широко применяются модифицированные электроды. Нами ранее показано, что наиболее перспективными органическими агентами для поверхностной модификации электродов являются арендиазоний тозилаты $ArN_2^+OTs^-$, которые стабильны, хорошо растворимы в воде и во многих органических растворителях. Для повышения чувствительности при определении селена необходимо изучения состава заместителей арендиазоний тозилатов. Поэтому, целью данной работы является исследование влияния состава заместителей органического модификатора на вольтамперометрическое поведение селена.

Нами изучено вольтамперометрическое поведение селенит-ионов на фоне HCl 0,6M на графитовых электродах, модифицированные солями арендиазония. В качестве модификаторов были использованы арендиазоний тозилаты $ArN_2^+OTs^-$ с различными заместителями (где $Ar = p-CNC_6H_4$; $p-HOOC_6H_4$; $p-NO_2C_6H_4$ и т.д.).

Как видно из рисунка 1, наиболее чувствительный аналитический сигнал селенит-ионов

наблюдается на модифицированном электроде с заместителем $-COOH$ радикалом. С другими заместителями чувствительность относительно ГЭ значительно меньше. На рис. 2 представлена вольтамперограмма селенит-ионов на МГЭ

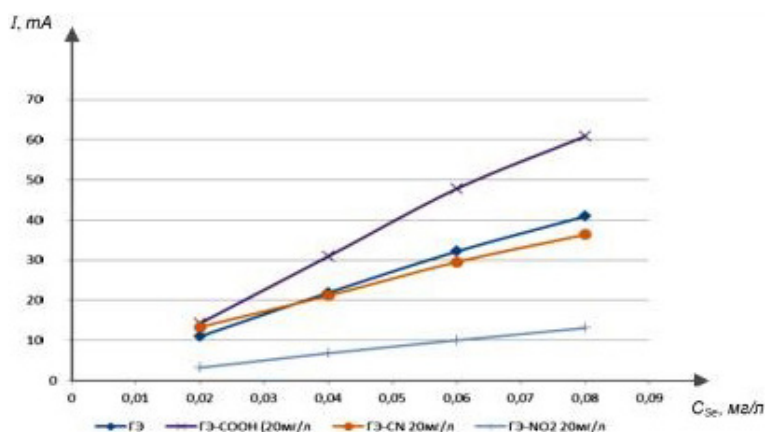


Рис. 1. Градуировочная зависимость селенит-ионов на электродах, модифицированных различными солями арендиазония

Условия: Фон – HCl 0,6M + Cu^{2+} 100 мг/л + Hg^{2+} 100мг/л + газ N_2

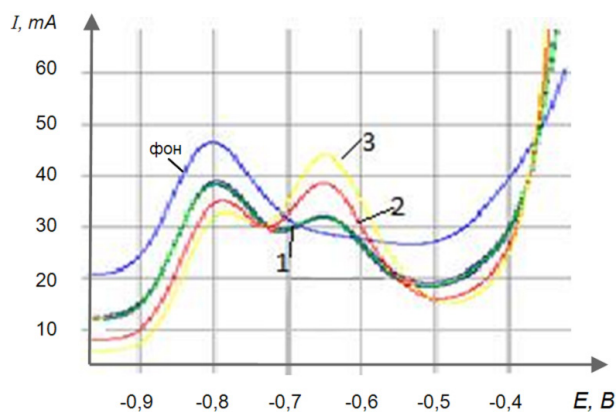


Рис. 2. Вольтамперограмма селенит-ионов

Условия: Фон HCl 0,6M + Cu^{2+} 100мг/л + Hg^{2+} 100мг/л; 1 – ГЭ, 2 – МГЭ-COOH без газа N_2 , 3 – МГЭ-COOH + газ N_2