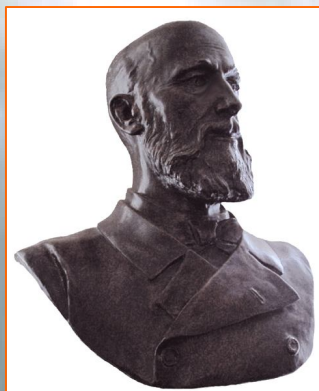
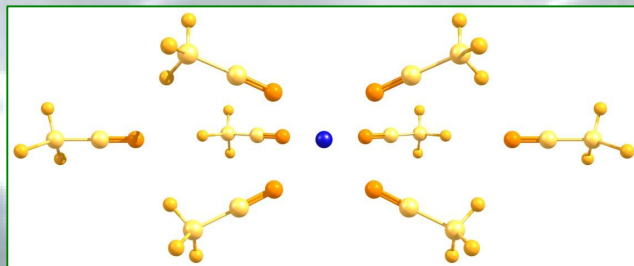


# Бутлеровские сообщения

№5, том 30. 2012



ISSN 2074-0212



ISSN 2074-0948

*International Edition in English:*  
***Butlerov Communications***

# Бутлеровские сообщения

**№4-6, том 30. 2012 г.**



Журнал "Бутлеровские сообщения" является академически ориентированным научным изданием. В журнале публикуются статьи по основным разделам химии и смежным дисциплинам. Журнал является рецензируемым и входит в перечень ведущих периодических изданий ВАК\*, имеет полнотекстовую английскую версию. Прохождение рецензии каждой статьи фиксируется в специализированной базе данных на журнальной интернет-странице рецензента, доступной всем членам редколлегии. Журнал полностью доступен в интернет по адресу: <http://butlerov.com/>

Журнал основан ООО "Инновационно-издательский дом "Бутлеровское наследие" по решению собрания научной общественности г. Казани от 19 апреля 2005 года. По организационной структуре журнал является общественным. Журнал открыт для соучредительства, в основу его функционирования заложен принцип коллегиального принятия решений.

В редколлегию журнала "Бутлеровские сообщения" входит более 150 известных в своей области ученых, которые представляют более 50 учебных и научных организаций России. Состав редакционной коллегии является открытым для новых активных членов редколлегии и привлекаемых рецензентов.

---

**Журнал является официальным печатным органом Научного фонда им. А.М. Бутлерова**

**В 2012 году соучредителями журнала являются:**

1. Бурятский государственный университет,
2. Ивановский государственный университет,
3. Московский государственный текстильный университет им. А.Н. Косыгина,
4. Общественная организация Республиканское химическое общество им. Д.И. Менделеева Татарстана
5. Оренбургский государственный университет,
6. Пермский национальный исследовательский политехнический университет
7. Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева,
8. Самарский государственный технический университет,
9. Самарский государственный университет,
10. Санкт-Петербургская государственная химико-фармацевтическая академия,
11. Саратовский государственный университет,
12. Тамбовский государственный технический университет,
13. Национальный исследовательский Томский государственный университет,
14. Национальный исследовательский Томский политехнический университет
15. Тульский государственный университет,
16. Федеральное казенное предприятие "НИИ химических продуктов" (г. Казань),
17. Челябинский государственный университет.

ISSN 2074-0212 для русской печатной версии журнала  
ISSN 2074-0948 для английской печатной версии журнала

Подписной индекс журнала в федеральном почтовом Объединенном каталоге «ПРЕССА РОССИИ» – 42413. Однако мы рекомендуем по возможности оформлять годовую подписку напрямую с журналом, минуя посредников! Это связано с тем, что деньги за подписку от подобных каталогов поступают к нам только в конце подписного периода и мы не знаем до этого срока кто оформил подписку и сколько вообще подписчиков, поэтому не можем точно планировать необходимый тираж журнала, а также своевременно оплачивать работу сотрудников! Если вы все-таки оформили подписку через подписной каталог, то, пожалуйста, сообщите об этом также нам по электронной почте: [butlerov@mail.ru](mailto:butlerov@mail.ru) или [journal.bc@gmail.com](mailto:journal.bc@gmail.com) !

Номер свидетельства о регистрации средства массовой информации – ПИ № ФС77-37130.

Журнал зарегистрирован как средство массовой информации и включен в систему Российского индекса научного цитирования (РИНЦ), представленного интернет-ресурсом [eLIBRARY.RU](http://eLIBRARY.RU).

---

\* Наш журнал, в соответствии с Решением Президиума Высшей аттестационной комиссии Минобрнауки России от 19 февраля 2010 года №6/6, включен в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий.

## **Применение атомно-абсорбционной спектроскопии при определении неорганических компонентов в порохах и промышленных отходах пороховых производств**

© Альмашев Ринат Олегович,<sup>+</sup> Романько Надежда Андреевна,<sup>\*</sup>  
Лапинская Татьяна Николаевна, Таразова Эльвира Наилевна,  
Сергеев Денис Станиславович, Гатина Роза Фатыховна  
и Михайлов Юрий Михайлович

Государственный научно-исследовательский институт химических продуктов.

Ул. Светлая, 1. г. Казань, 420033. Республика Татарстан. Россия. E-mail: [aneko\\_ic@mail.ru](mailto:aneko_ic@mail.ru)

\*Ведущий направление; <sup>+</sup>Поддерживающий переписку

**Ключевые слова:** атомно-абсорбционная спектроскопия, эмиссионная спектроскопия, аналитический контроль, методы определения, метрологическая обработка.

### **Аннотация**

Разработан комплекс методов аналитического контроля неорганических технологических добавок на основе метода атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС).

Показана эффективность использования ААС не только для испытаний порохов, но и сырья и промышленных отходов пороховых производств. В результате оценки статистических данных установлено, что разработанные методы испытаний обладают высокой точностью и воспроизводимостью.

### **Введение**

В современной аналитической химии используются десятки методов, позволяющих проводить определение того или иного неорганического компонента. Например, широко применяются весовые, объемные, полярографические и фотометрические методы. Их использование обычно связано с предварительным разделением определяемых соединений и требует специальных методик для каждого компонента. К тому же эти методы несовершенны, длительны, малоизбирательны и недостаточно точны.

Методы атомной спектроскопии (эмиссионный спектральный анализ, фотометрия пламени, атомная абсорбция (ААС) и атомная флюоресценция), нейтронно-активационный анализ, рентгенофлюоресцентный спектральный анализ, масс-спектрометрические методы позволяют проводить определение практически всех элементов в пробе. Однако наряду с преимуществами они обладают и рядом недостатков [1, 2].

Поэтому были проведены работы по созданию нового комплекса аналитического контроля (АК) неорганических компонентов порохов, основанного на применении спектральных методов.

Ранее для анализа порохов успешно использовали метод эмиссионной спектроскопии [3]. Он обладает рядом положительных качеств, но одним из его недостатков является невысокая точность определения компонентов.

В других методах анализа неорганических компонентов порохов: используют растворы – методы пламенной фотометрии и ААС. В остальных физических методах, как правило, анализируется твердая проба, поэтому пробоподготовка порохов и анализ усложняются вследствие необходимости перевода их в золу. Прямой анализ порохов может быть опасен.

В случае неоднородных проб для обеспечения представительности результатов приходится прибегать к разложению больших навесок.

Кроме того, физические методы относительно просты, то есть требуют калибровки по соответствующим стандартам. Наиболее просты в приготовлении стандарты для атомно-абсорбционного (ААС) и пламенно-фотометрического анализа. Это растворы с известным содержа-

нием анализируемых компонентов. Значительно труднее приготовить эталоны для эмиссионного, рентгенофлуоресцентного и масс-спектрального анализа. Эти эталоны должны быть гомогенны в отношении определяемых элементов и соответствовать пробам по составу и кристаллической структуре.

- Наименьшую стоимость анализа имеют пламенная фотометрия и ААС. Другие методы анализа значительно дороже.
- Наилучшую воспроизводимость имеют рентгенофлуоресцентные методы (0.1-2.0% (отн.)), пламенная фотометрия и ААС (0.5-5.0% (отн.)); воспроизводимость остальных методов значительно ниже (8.0-30.0% (отн.)).
- ААС является наиболее избирательным и селективным, следовательно, наиболее свободным от систематических погрешностей методом. ААС – наиболее точный метод определения низких концентраций.
- Но в отличие от других методов в ААС элементы определяются последовательно, поэтому для идентификации состава проб он не применяется.

Как видно из вышеизложенного, метод ААС имеет ряд преимуществ перед другими методами, именно этим обуславливается его широкое применение в АК порохов и промвыбросов в окружающую среду.

Как видно из вышеизложенного, метод ААС имеет ряд преимуществ перед другими методами, именно этим обуславливается его широкое применение в АК порохов и промвыбросов в окружающую среду.

### Экспериментальная часть

В нашей работе мы использовали атомно-абсорбционный спектрометр *AAnalyst 200* фирмы *Perkin Elmer*, с источниками селективного излучения на исследуемые металлы (лампы с полым катодом для атомно-абсорбционных спектрометров серии *AAnalyst*).

### Результаты и их обсуждение

При отработке методики испытаний того или иного компонента с помощью метода ААС необходимо отработать оптимальные условия определения компонентов, при этом основными критериями являются минимум влияний и максимальное значение соотношения сигнал/шум. Оптимизации подлежат прежде всего: ток лампы, рабочая высота пламени, соотношение горючее – окислитель, ширина щели, демпфирование и усреднение сигнала.

В зависимости от содержания компонента в порохе приходится подбирать другие аналитические линии, менять скорость поступления раствора в анализатор, использовать дополнительный окислитель, уменьшать диаметр светового пучка и так далее. Единой оптимизации условий достигают экспериментально и иногда она – результат компромиссного решения. Для этой цели успешно применяется статистическое планирование многофакторного эксперимента, хотя на практике влияние отдельных аппаратурных параметров на определение компонентов порохов изучалось последовательно.

Например, при подборе величин тока лампы следует иметь в виду, что при увеличении силы тока возрастает интенсивность излучения, улучшается отношение интенсивностей резонансных и соседних линий, улучшается воспроизводимость эмиссионного сигнала. Учитывая эти обстоятельства, высокие токи лампы чаще всего применяют при определении очень малых концентраций и при повышенных требованиях к воспроизводимости анализа. Однако, высокие токи уменьшают сроки службы ламп.

Большую роль играет также величина ширины щели. Обычно она составляет 0.1-2.0 нм в зависимости от эмиссионного спектра источника света. Как правило, используют максимальную спектральную ширину, при которой в фотометрируемый спектральный интервал не попадают посторонние линии, расположенные вблизи резонансной. При этом достигается лучшее соотношение сигнал/шум и меньший дрейф установленной длины волны.

При наличии в спектре линий, близких к резонансной, или при сильной эмиссии пламени работать необходимо с малой шириной щели, менее 1.0 нм.

В случае отработки новых методов испытаний с помощью метода ААС следует иметь в виду, что из-за малой спектральной ширины и небольшого количества линий поглощения

вероятность совпадения линий ничтожно мала, и эти влияния в атомно-абсорбционной спектроскопии незначительны в сравнении с эмиссионными методами. Все же некоторые совпадения резонансных аналитических линий со слабыми линиями мешающих элементов возможны, например: Hg 253.65 нм – Co 253.65 нм, Cu 324.75 нм – Eu 324.75 нм и др. Спектральных помех можно избежать переходом на другую линию поглощения или химическим отделением мешающих элементов.

Однако, в случае отработки методов испытаний порохов вышеперечисленные эффекты нивелируются вследствие того, что содержание компонентов в составах достаточно высоко и наличие мешающих микропримесей металлов практически не сказывается на результатах анализа компонентов порохов.

В процессе работы были подобраны условия определения более 10 соединений с помощью метода ААС, в табл. 1 приведены данные по ряду компонентов порохов.

Так же как и в молекулярной абсорбционной спектрометрии в ААС действует закон Ламбера-Бугера-Бера. При сравнении с фотометрическим методом установлено, что чувствительность атомно-абсорбционного метода значительно выше.

Кроме того, вследствие специфики возбуждения атомов ААС обеспечивает высокую избирательность метода. Но при этом ширина соответствующей полосы испускания должна быть меньше 0.005 нм. Такой узкополосный спектр обеспечивают только лампы с полым катодом.

Кроме того, немаловажен процесс атомизации пробы, от стабильности и чёткости работы данного процесса зависит и чувствительность определения катионов, и точность их определения, и информативность анализа, и его избирательность.

Атомизатор – это устройство, необходимое для перевода пробы в атомные пары с возможно большей эффективностью. Существуют различные методы атомизации: нагревание, бомбардирование ускоренными частицами, воздействие мощными потоками электромагнитного излучения и другие.

Поэтому при отработке методов испытаний порохов необходимо было выбрать наиболее оптимальный метод атомизации пробы.

Для атомизации в ААС в настоящее время используют пламя и нагревание пробы в графитовой печи. Пламя – это низкотемпературная плазма, в которой протекающая химическая реакция поддерживает температурный баланс. В атомной спектроскопии обычно используют пламя горючих газов в смеси с окислителями. При этом необходимо выполнение следующих условий:

- пламя должно быть высокопрозрачным (высокая пропускательная способность во всем спектральном диапазоне от 193 до 852 нм).
- собственное излучение пламени должно быть слабым, так как модулятор устраняет влияние этого значения лишь до известного предела. Если интенсивность собственного излучения атомизатора в 10 раз превышает интенсивность источника, то атомно-абсорбционный спектрометр регистрирует не только поглощение, но и частично излучение пламени.
- степень ионизации должна быть низкой.

Эти требования часто противоречат друг другу. Следует отметить, что из десятков испытанных газовых смесей практически в ААС используют лишь несколько: пропан-воздух, пропан-бутан, ацетилен-оксид азота(I), ацетилен – воздух. Наиболее широкое применение в ААС имеет пламя ацетилен-воздух. Это пламя наиболее стабильно, его стехиометрию можно регулировать в широких границах и его температура не зависит от рабочей высоты и стехиометрии. Кроме того, оно имеет высокую пропускательную способность во всей области спектра, очень слабую собственную эмиссию и обеспечивает высокую эффективность атомизации более, чем 30-ти элементов, в том числе щелочных и щелочноземельных.

Поэтому в качестве атомизатора нами было использовано пламя ацетилен-воздух с последующим определением степени поглощения с помощью ламп с полым катодом.

Широко используется на практике атомизация пробы в графитовой печи. Чувствительность определения при применении таких атомизаторов выше, но их воспроизводимость

хуже, продолжительность анализа в 2-3 раза больше, они более сложны в эксплуатации и требуют более высокой квалификации оператора.

Кроме того, пробоподготовка в данном случае более сложна, она требует тщательной гомогенизации материала пробы, иногда смешивания с надлежащим буфером, точное взвешивание на микровесах, введение пробы в атомизатор с помощью специального приспособления и так далее. В связи с вышеизложенным ясно, что для испытаний порохов наиболее приемлемым является ААС с пламенной атомизацией образца, полученного в виде раствора.

Ясно, что большое значение имеет способ подготовки пробы пороха, жестких сгорающих корпусов (ЖСК) и взрывчатых веществ (ВВ) к анализу. Способы рациональной и быстрой подготовки исключительно важны, поскольку сами измерения выполняются быстро.

В свете вышеизложенного следует, что большое значение имеет состав пробы, наличие мешающих катионов металлов и так далее.

При отработке пробоподготовки образцов порохов, ЖСК и ВВ к испытаниям необходимо было учитывать следующие требования:

- обеспечение полного извлечения определённого элемента из точной навески исходной пробы при переведении её в конечный раствор определённого объёма. При этом, если все определяемые компоненты переходят в раствор полностью, нет необходимости в полном растворении пробы. Поэтому нитроцеллюлоза (НЦ), дифениламин (ДФА) и другие компоненты могут высадиться на дне колбы;
- рациональный выбор реактивов и схемы подготовки проб с учётом последующего определения;
- универсальность, то есть применимость к пробам различного состава и возможность одновременного определения многих элементов;
- быстрота, производительность и малая трудоёмкость, а также возможность механизации и автоматизации;
- использование минимального числа и количества реактивов, низкий сигнал холостой пробы.

Нами был испробован ряд экстрагентов, в том числе кислот, с целью получения экстрактов порохов, ЖСК и компонентов порохов. Было установлено, что кислоты и их смеси, например, азотная и соляная кислоты, хорошо растворяют практически все соединения, в том числе неорганические компоненты.

В случае применения растворителей, типа ацетонитрил, тетрагидрофуран, диметилформамид и другие происходит растворение органических компонентов, в то время как неорганические составляющие или выпадают в осадок или остаются в нерастворённом состоянии.

В результате проведенных исследований было установлено, что наиболее оптимальным вариантом пробоподготовки является экстракция исследуемых порохов соляной кислотой (37%) в течение 2.5-4.0 часов. Время экстракции обуславливается растворимостью того или иного компонента в соляной кислоте, например, при определении фталевомедной соли свинца (ФМС) и  $Fe_2O_3$  время экстракции составляет 4 часа, а при определении  $PbCO_3$  достаточно 2.5 часов.

Применение воды в качестве растворителя осуществимо только в случае водорастворимых компонентов, например, азотнокислого калия, сернокислого калия, перхлорида калия и гремучей ртути. Как правило, при этом необходимо более длительное время экстрагирования, так как не происходит разложение органики.

В результате проведенных исследований было установлено, что для основных компонентов наиболее оптимальным вариантом пробоподготовки является экстракция соляной кислотой за исключением вышеперечисленных водорастворимых солей.

Также в процессе исследований нами были оптимизированы условия автоматизации, высота пламени и состав пламени.

Иногда используют прием добавления органических растворителей. Однако при анализе порохов и ЖСК метод не использовался вследствие того, что может произойти растворение (нелинейное) основы – нитроцеллюлозы и различных технологических добавок. Кроме того, в данном случае требуется высокая степень чистоты используемых реактивов.

Также не использовались методы химического разделения компонентов, поскольку при этом значительно удлиняется и усложняется ход анализа. Это экстракционная ААС, дистилляционные методы, ионообменная хроматография, осаждение, электрохимические способы, сорбция на активном угле и другие.

Применение этих методов имеет смысл в случае необходимости определения большого числа компонентов. Что касается порохов и ЖСК, то в данном случае содержание неорганических компонентов составляет один или два, максимум три соединения.

В результате проведенных исследований по отработке методов испытаний порохов с помощью ААС использовались в основном приемы разбавления растворов и уравнивания концентраций в рабочих экстрактах и эталонных растворах.

Результаты оптимизации испытаний порохов, ЖСК и полуфабрикатов приведены в табл. 1.

**Табл. 1.** Оптимальные условия определения неорганических компонентов порохов

Компоненты	Анализируемый элемент	Величина щели, нм	Длина волны $\lambda$ , нм	Относительный шум, %	Диапазон измерения, мг/л	Содержание в порохе, %	Растворитель
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2	0.1-0.5	вода
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2	45.0-46.0	вода
KNO <sub>3</sub>	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2	0.1-0.5	вода
CoO	Co	0.2	240.7	1.0	0.12-3.5	0.5-1.0	HCl
TiO <sub>2</sub>	Ti	0.2	276.8	1.0	1.8-100	0.5-2.0	HCl
PbCO <sub>3</sub>	Pb	0.7	283.3	0.43	0.45-20	3.0-4.0	HCl
ФМС	Cu	0.7	324.8	1.0	0.1-4.0	2.0-5.0	HCl
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe	0.2	248.3	1.0	0.11-6.0	0.5-1.0	HCl
ГНКК*	Co	0.2	240.7	1.0	0.12-3.5	1.0-3.0	HCl
КВКК**	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2.0	1.0-3.0	HCl
КВКК**	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2.0	45.0-50.0	HCl
CaCO <sub>3</sub>	Ca	0.7	422.7	1.0	0.1-5.0	1.0-5.0	HCl
MgO	Mg	0.7	285.2	1.0	0.008-0.5	1.0-2.0	HCl
NiO	Ni	0.2	232.0	1.0	0.14-2.0	1.0-2.0	HCl
KClO <sub>3</sub>	K	0.7	766.5	1.0	0.05-2.0	0.001-0.2	вода
Hg(CNO) <sub>2</sub>	Hg	0.7	253.7	1.0	4.2-300.0	0.001-0.1	вода

\*Гексанитрокобальтат калия, \*\* Калий виннокислый кислый.

В качестве аналитических линий для определения элементов использовали стандартные спектральные линии.

Таким образом, также как в случае с определением металлов методом эмиссионной спектроскопии была отработана стандартная схема анализа порохов ЖСК и полуфабрикатов с конечным определением компонентов с помощью метода ААС.

Точное соотношение потоков воздух-ацетилен и высоту горелки устанавливают по максимальному отношению сигнал/шум при распылении любого раствора сравнения в рабочей области концентраций.

Затем измельченный образец помещают в стакан, приливают соляную кислоту и нагревают в течение 1.0-1.5 часа. Экстракт переливают в мерную колбу, а в стакан доливают новую порцию соляной кислоты и снова нагревают в течение 1.0-1.5 часа. Полученный экстракт сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки соляной кислотой. Затем раствор разбавляют водой так, чтобы попасть в рабочий интервал прибора.

Основные условия измерения испытуемых компонентов: аналитическая длина волны, ширина щели, диапазон измерений, анализируемый элемент и так далее приведены в табл. 1.

Что же касается навески пороха, расхождения между параллельными, то они варьируются в зависимости от содержания компонента в порохе или ЖСК.

Отдельно следует рассматривать методики определения бертолетовой соли (KClO<sub>3</sub>) и гремучей ртути в водных растворах после разборки капсульных составов.

Следует отметить, что в данном случае наблюдаются два существенных отличия от стандартной схемы проведения анализа порохов: 1) экстракция проводится водой, а не соляной кислотой и 2) работать приходится в другом концентрационном интервале, так как содер-

жание вышеназванных компонентов в порохах значительно ниже, чем стандартных технологических присадок. Если в порохах и ЖСК технологические добавки вводят от 0.5% до 5.0-7.0%, то в данном случае приходится определять степень загрязнения порохов микропримесями компонентов капсульных составов и определение содержания компонентов в этом случае необходимо проводить на уровне ПДК, то есть 1.0-0.1 мг/л.

Поскольку в этом случае необходимо обеспечить хорошее разрешение аналитической резонансной линии, то была уменьшена величина ширины щели монохроматора до 0.2 нм, (табл. 1).

Возможность определения очень малых содержаний ограничивается не только величиной аналитического сигнала, но и уровнем шумов, на фоне которых этот сигнал измеряется.

Пределом обнаружения  $S_{обн}$  называется минимальная концентрация элемента, которую можно определить с заданной статистической достоверностью. Обычно пользуются критерием «три сигма», то есть пределом обнаружения считают концентрацию элемента, при определении которой аналитический сигнал равен утроенному значению стандартного отклонения флуктуаций фона.

Трёхсигмовый критерий обеспечивает статистическую достоверность обнаружения 0.997. На практике предел обнаружения был установлен многократным измерением абсорбционного сигнала нулевого раствора. В результате проведённых исследований было определено, что предел обнаружения соединений ртути в порохах составляет 0.25 мкг в пробе, а бертолетовой соли 0.002 мкг в пробе, то есть предел обнаружения калия значительно выше, чем у ртути.

Согласно вышеизложенному следует еще раз отметить, что применение метода ААС имеет большие перспективы в силу его простоты, избирательности, а главное высокой точности и чувствительности. В этом его преимущество перед методом эмиссионной спектроскопии.

В качестве примера можно привести данные по метрологической обработке результатов определения методами эмиссионной и атомно-абсорбционной спектроскопии.

Поскольку материал очень обширный, то в качестве примера приведём только сравнительные данные только по обработке статистического материала результатов определения окиси железа в порохах и микропримесей меди в технологических растворах. Выбор был обусловлен тем, что при этом охватываются как малые, так и большие содержания металлосодержащих компонентов в порохах, результаты приведены в табл. 2.

**Табл. 2.** Результаты статистической обработки результатов, определения неорганических компонентов в порохах

Показатели	Эмиссионная спектроскопия		Атомно-абсорбционная спектроскопия	
	Содержание меди в растворах		Содержание меди в растворах после	
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	после размеднения	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	размеднения
Объём выборки	60	90	60	90
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$ , %	0.76	0.0527	0.75	0.0530
Дисперсия между параллельными определениями $S^2_{м.пар.}$ , %	0.004	0.000002	0.002	0.000001
СКО между параллельными определениями $S_{м.пар.}$ , %	0.064	0.0016	0.014	0.0012
Дисперсия между пробами $S^2_{м.проб.}$ , %	0.0010	0.00001	0.001	0.00001
СКО между пробами $S_{м.проб.}$ , %	0.035	0.0035	0.03	0.0033
Дисперсия общая $S^2_{общ.}$ , %	0.005	0.00001	0.001	0.00001
СКО общее $S_{общ.}$ , %	0.073	0.0038	0.030	0.0033
Абсолютная погрешность метода при $P = 0.95 S_{абс.}$ , %	0.080	0.0053	0.037	0.0047
Относительная погрешность метода $S_{отн.}$ , %	10.0	10.0	5.0	7.0
Расхождение между параллельными определениями	0.2	0.0055	0.05	0.004

Из результатов табл. 2 видно, что точность определения при использовании метода ААС выше, чем в случае применения эмиссионной спектроскопии.

Однако применение метода эмиссионной спектроскопии более перспективно в случае необходимости проведения исследования образцов неизвестного состава с последующим количественным определением нескольких компонентов. Причём в случае использования метода эмиссионной спектроскопии возможно определение нескольких компонентов из одной



**Полная исследовательская публикация** \_\_\_\_\_ Альмашев Р.О., Романько Н.А., Лапинская Т.Н., Таразова Э.Н., Сергеев Д.С., Гатина Р.Ф. и Михайлов Ю.М. навески, в то время как в случае ААС необходимо проводить определение каждого компонента по отдельности. В этом случае сильно увеличивается длительность исследования образца и, как мы уже указывали, нет возможности проведения идентификации состава образца.

Но для серийных испытаний, когда в составе пороха или ЖСК присутствует только один или два металлосодержащих компонента метод ААС незаменим и обеспечивает высокую точность и экспрессность определения.

### **Выводы**

Выбраны оптимальные условия экстракции и фотометрирования неорганических компонентов порохов и жестких сгорающих корпусов с помощью метода атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Проведена метрологическая аттестация методик и показано, что применение метода ААС позволяет проводить испытания порохов с высокой точностью и воспроизводимостью.

### **Литература**

- [1] Кюрегян С.К. Эмиссионный спектральный анализ нефтепродуктов. М.: изд-во «Химия». 1969. 296с.
- [2] Вайнфорднер Дж. Спектроскопические методы определения следов элементов. М.: Мир. 1979. 494с.
- [3] Романько Н.А., Альмашев Р.О., Таразова Э.Н., Лапинская Т.Н., Сергеев Д.С., Гатина Р.Ф., Михайлов Ю.М. Применение эмиссионной спектроскопии для определения физико-химических характеристик порохов, сырья и промышленных выбросов. *Бутлеровские сообщения*. 2012. Т.30. №5. С.125-132.