

Возможности предварительного концентрирования при анализе матриц на алюминии и ванадии методом нейтронной активации

КИРЖНЕР М. А., КРЫЖЕНКОВА Н. А., КИСТ А. А.

УДК 543.53

Поиски путей разработки высокочувствительных простых схем группового инструментального определения микросоставляющих биологических матриц неизбежно приводят к относительному концентрированию объекта. В настоящее время предварительное концентрирование при использовании активационного анализа практически не используется, имеется только несколько работ, посвященных этому вопросу [1, 2]. Тем не менее, выбор надежных условий предварительного концентрирования, позволяющих проводить многоэлементный инструментальный анализ концентратов на уровне 10^{-4} — $10^{-7}\%$, может сделать этот метод незаменимым при биологических исследованиях.

В качестве простого и надежного метода концентрирования нами была выбрана экстракция. Главные проблемы в активационном анализе с предварительным концентрированием — очистка реактивов и получение поправки на «холостой» опыт на уровне, который значительно ниже по сравнению с содержанием искомого элемента в пробе. Благодаря применению соответствующих методов очистки реактивов [3, 4] был получен такой вклад «холостого» опыта в общую погрешность элементного анализа, при котором отпадает необходимость его учета. В качестве экстракционной системы для группового выделения микроэлементов было выбрано концентрирование их в виде оксихинолятов. Изучение ядерно-физических и экстракционных свойств элементов позволило нам при идентичных условиях экстракции и соответствующем подборе режима облучения провести инструментальное определение концентратов на девять элементов.

Рассмотрим определение ванадия и алюминия. Для этих элементов, имеющих весьма короткие периоды полураспада, нельзя проводить экстракцию с радиоактивными индикаторами. Поэтому мы брали по две одинаковых навески металлического ванадия и алюминия. Одну партию растворяли, выпаривали до определенного объема и растворы высушивали на полиэтиленовых подложках. Вторую партию растворяли, подвергали экстракции, а затем органическую фазу высушивали под мощной лампой на полиэтилене. Процент экстракции определили путем сравнения с эталоном, содержащим равное исходное количество искомого компонента. Коэффициент извлечения для ванадия составлял 88% и для алюминия 85%. Низкие концентрации алюминия и ванадия в биологических материалах при высоких содержаниях в них хлора и натрия делают невозможным их определение с помощью инструментального активационного анализа. Радиохимическое выделение этих элементов хотя и описано в литературе, не может, однако, широко применяться ввиду коротких периодов полураспада ^{28}Al и ^{52}V . Близость значений периодов полураспада и аналитических областей γ -спектров, а также высокие значения степени извлечения ванадия и алюминия при экстракционном концентрировании позволяют предположить возможность определения их в процессе одного облучения и измерения одновременно. Выбранная экстракционная система позволяет более чем на два порядка уменьшить interfering влияние натрия, калия, хлора, фосфора и серы, которые являются макросоставляющими биологической основы. Однако необходимо было выявить влияние

побочных ядерных реакций — одно из существенных ограничений нейтронно-активационного анализа.

Так, при определении алюминия по радиоизотопу ^{28}Al имеется некоторая опасность завышения результатов за счет вклада в общую активность Al наведенной активности фосфора и кремния в реакциях $^{28}\text{Si}(n, p)^{28}\text{Al}$ и $^{31}\text{P}(n, \alpha)^{28}\text{Al}$. Исследования по учету возможного вклада конкурирующих реакций в активной зоне реактора показывают, что при одинаковых весовых количествах Al, Si, P наведенная активность ^{28}Al из алюминия на три порядка выше. При высоком значении коэффициента очистки по P и S вклад от побочных ядерных реакций при определении алюминия пренебрежимо мал.

При определении ванадия по ^{52}V возможными конкурентами являются марганец и хром: $^{52}\text{Cr}(n, p)^{42}\text{V}$, $^{55}\text{Mn}(n, \alpha)^{52}\text{V}$; их коэффициенты извлечения составляют ~90%. Однако при равных содержаниях хрома, марганца и ванадия наведенная активность ^{52}V из ванадия превалирует и вклад конкурирующих реакций при существующих концентрациях ванадия, марганца и хрома в объеме становится несущественным. Наличие остаточных количеств натрия и хлора в концентратах и подложке приводит к необходимости выделения аналитических линий из двухкомпонентных кривых спада активности. В соответствии с выбранным нами методом математической обработки [5] в аналитической области спектра проводились двукратные измерения, разделенные промежутком времени:

$$\Delta t = \ln \left(\frac{1}{k} \cdot \frac{A_{01}}{A_{02}} \right) / (\lambda_1 - \lambda_2),$$

где k — допустимый вклад долгоживущей компоненты в короткоживущую; A_{01} , A_{02} — наведенные активности короткоживущего и долгоживущего компонент в момент первого измерения; λ_1 , λ_2 — константы распада компонента.

Облучение концентратов проводилось в первой тепловой колонне реактора ВВР-СМ ИЯФ АН УзССР в течение 3 мин. Чувствительность определения по алюминию составляла 10^{-8} г, а по ванадию 10^{-9} г. Точность определения из сопоставления данных по восьми навескам внутрилабораторного стандарта 12%. Содержание алюминия и ванадия в цельной крови человека равно соответственно $1,2 \cdot 10^{-5}$ и $4,6 \cdot 10^{-7}\%$ влажного веса.

Простота группового экстракционного предварительного концентрирования микроэлементов в биологических матрицах в сочетании с последующим активационным анализом позволяет надеяться на перспективность метода при элементном анализе вещества.

Поступило в Редакцию 15/III 1974 г.

Список литературы

1. Stewart D., Bentley W. Science, 1954, v. 120, p. 50.
2. Hudgens J., Meyer R. U.S. Atomic Energy Commission Report, BNL-126, 1956.
3. Золотов Ю. А., Кузьмин Н. М. Экстракционное концентрирование. М., «Химия», 1971.
4. Тирс Р. Е. В кн.: Анализ следов элементов. М., Изд-во иностр. лит., 1961, с. 589.
5. Крыженкова Н. А. и др. В кн.: Нейтронный активационный анализ, Ташкент, «Фан», 1971, с. 15.