

Введение В работе [1] изложена методика рентгенофлуоресцентного анализа Ti(IV) в водных растворах в области концентраций $4.2 \cdot 10^{-6}$ - $8.3 \cdot 10^{-5}$ моль/л. В этой работе также определена актуальность анализа Ti(IV) в мышечных тканях, биологических жидкостях. В настоящей работе разработана методика рентгенофлуоресцентного анализа Ti(IV) в области низких концентраций соответствующих предельно допустимым концентрациям. Эксперимент Были использованы следующие оборудование и реактивы: автоматические микропипетки объемом 0,50-5,00 мл, 25-250 мкл, 0,5-10 мкл; стаканы с меткой объемом 10,0 мл, 50,0 мл; весы аналитические марки OHAUS Adventurer Pro AV264; рентгенофлуоресцентный спектрометр S2 Picofox; воронка; государственный стандартный образец состава водного раствора ионов титана (IV) (13K-1); дистиллированная вода; рабочий раствор 1000.0 мл ($1.00 \cdot 0,005 / 47.90 / 1000 = 1,05 \cdot 10^{-4}$ моль/л). Методика подготовки образцов для проведения анализа на спектрометре S2 Picofox 1) В колбу объемом 50,0 мл переносится содержимое реактива 1. Далее содержимое колбы разбавляется дистиллированной водой до метки. Получается рабочий раствор 1 Ti(IV) с концентрацией $2,05 \cdot 10^{-3}$ моль/л. Далее с помощью автоматической пипетки отбираем аликвоту 5 мл рабочего раствора 1 и разбавляем его в мерной колбе на 50,0 мл дистиллированной водой до метки. Получается рабочий раствор 2 Ti(IV) с концентрацией $2,05 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Далее повторяем эту инерацию до достижения концентрации раствора Ti(IV) до $2,05 \cdot 10^{-6}$ моль/л. 2) В качестве внутреннего стандарта для определения концентрации ионов Ti (IV) использован раствор Mn(II). Готовится раствор внутреннего стандарта Mn(II) путем растворения 0,0305 г $MnSO_4 \cdot 3H_2O$ в медицинской склянке до метки 200 мл. 250 мкл этого раствора будет в дальнейшем добавляться в мерную колбу 10,0 мл при приготовлении градуировочных растворов. Точная концентрация Mn(II) большого значения не имеет, т. к. при смешивании с раствором Ti(IV) его концентрация будет постоянной. 3) Далее автоматической пипеткой отбираются пробы из рабочего раствора в мерную колбу на 10.0 мл и до метки добавляется дистиллированная вода (см. таблицу 1). Таблица 1 – Приготовление растворов Ti(IV) в мерной колбе на 10.0 мл. Диапазон 1 ($1 - 10.0 \cdot 10^{-7}$ моль/л) Код раствора Аликвота рабочего раствора 1 Ti(IV), мл Концентрация Ti(IV), моль/л Концентрация Ti(IV), г/л Сигнал Ti(IV), имп/с Приведенный сигнал Ti(IV)

1.1	1.00	$2.09 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-5}$	104	107
1.2	1.50	$3.13 \cdot 10^{-7}$	$1.5 \cdot 10^{-5}$	136	108
1.3	2.50	$5.23 \cdot 10^{-7}$	$2.5 \cdot 10^{-5}$	112	119
1.4	4.00	$8.36 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-5}$	199	164
1.5	6.00 (3.00+3.00)	$12,3 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-5}$	219	186
1.6	8.00 (4.00+4.00)	$16,4 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-5}$	223	245
1.7	Дистиллят (кафедра ПНТБМ)	0	0	68	-

С помощью автоматической микропипетки последовательно отбирается 2.0 мкл раствора, начиная с максимальной концентрации, и помещается на диск из кварцевого стекла (диски из акрилового полимера плохо очищаются после проведения анализа). Далее капля высушивается с помощью теплого воздушного потока. Методика высушивания изложена в работе [2]. После этого высушенная капля

анализируется на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Время измерения каждого образца составляет 500 с. Параметры рентгеновской трубки: 50 кВ, 600 мкА. рентгеновская трубка с анодом из молибдена. В таблице 2 представлены сигналы титана и марганца. По этим данным рассчитаны метрологические характеристики градуировочной функции, представленные на рисунке 1. Рис. 1 - Зависимость нормированного сигнала Ti(IV) от концентрации Рис. 2 - Градуировочные характеристики нормированного сигнала Ti(IV) от концентрации. $n = 5$; $t = 2.78$; $p = 0.95$; $r = 75\%$; $a = 61.0$; $b = 13.4$; $S_a = 12\%$; $S_b = 4.8\%$; $S_{\text{раб.}} = (2.2 - 21.0) \cdot 10^{-7}$ моль/л

Пример 1: При сигнале равном 100 импульс/(с*см²) результат анализа: $C_{\text{Ti(VI)}} = (2.9 \pm 1.6 (58\%)) \cdot 10^{-7}$ моль/л.

Пример 2: При сигнале равном 300 импульс/(с*см²) результат анализа: $C_{\text{Ti(VI)}} = (1.8 \pm 0.2 (11\%)) \cdot 10^{-6}$ моль/л.

Таблица 2 - Концентрации стандартных растворов Ti(IV) и сигналы титана и марганца

№	п/п	$C(\text{Ti(IV)})$, моль/л $\cdot 10^{-7}$	Сигнал Ti(IV), имп/сек	Сигнал Mn(II), имп/сек	Приведенный Сигнал Ti(IV), имп/сек
1	2.09	104			
106	69	107	2	3.13	136
108	3	5.23	112	10355	119
119	4	8.36	199	13304	164
164	5	12,3	219	12953	186
186	6	16,4	223	10009	245

Заключение Разработана методика анализа ионов титана(IV) в водных растворах в области концентраций $\text{Ti(IV)} = 2.0 \cdot 10^{-7} - 2.0 \cdot 10^{-6}$ моль/л без предварительного концентрирования и разделения элементов.