

промежутки времени производится из одной и той же среды, что исключает ошибки вследствие несоответствия реального и расчетного времени выдержки разных порций клеточной суспензии при заданной температуре. Для обеспечения однородных условий прогревания в течение всего периода исследований и равномерного распределения микроорганизмов по объему среды необходимо постоянное тщательное перемешивание среды прогрева. Данный метод нельзя использовать при температурах прогрева выше 130°, где требуются очень малые периоды экспозиции.

Хорошая воспроизводимость результатов, а также сопоставимость показателей термоустойчивости культур спорообразующих факультативно-анаэробных микроорганизмов из коллекции кафедры ФХМСП, полученных методом с использованием колб, с характеристиками, определенными капиллярным методом, позволили рекомендовать данную методику к опубликованию в Методических указаниях по разработке режимов стерилизации и пастеризации плодоовощных консервов. В настоящее время данные Методические указания проходят стадии согласования в Министерстве здравоохранения РБ и утверждения в Министерстве сельского хозяйства и продовольствия РБ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1 Бабарин, В.П. Справочник по стерилизации консервов. - М.: Наука, 2003.

2 Conesa, R. et all. Prediction of *Bacillus subtilis* spore survival after a combined non-isothermal-isothermal heat treatment. Eur Food Res Technol. 2003, 217, p.319-324.

3 Херсум, А.С., Халланд, Е.Д. Консервированные пищевые продукты (Термическая стерилизация и микробиология). - М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983.

УДК 666.266

В.В. Сакович, Л.А. Боброва, Т.В. Шарыхина  
(НПО «Белинтераналит», г. Минск);

Н.И. Заяц, доц.; Ю.Н. Хрол, ассист. (БГТУ, г. Минск)

#### КОНТРОЛЬ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СТЕКЛА АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ

Современное стекольное производство немислимо без анализа химического состава сырьевых материалов и стекла. Особенно высокие требования предъявляются к химическому составу медицинского стекла, которое включает тару аптечно-медицинскую, ампулы, предметы ухода за больными, дрот товарный, используемый как полуфаб-

рикат для изготовления ампул, флаконов, шприцевых цилиндров, пробирок.

Традиционно для контроля химического состава применяются методы «мокрой» химии. Методики являются длительными, иногда требуют дорогостоящих и дефицитных реактивов и их применение чаще всего связано с проведением достаточно трудоемкой операции перевода стекла в раствор. Учитывая разнообразие вводимых компонентов и длительность их отдельного определения, проведение химического состава стекол является сложной трудоемкой задачей. Так, полный химический анализ стекла включает в себя большое количество аналитических операций (что увеличивает возможность ошибок анализа) и длится обычно три-четыре дня.

Анализ литературы показал, что для определения отдельных компонентов, входящих в состав стекол, могут быть использованы методы: атомно-абсорбционной спектроскопии, инверсионной вольтамперометрии, рентгенофлуоресцентный и др. Перспективным для целей химического контроля состава стекол является метод атомно-эмиссионной спектроскопии, который характеризуется высокой чувствительностью, экспрессностью и точностью, не требует перевода стекла в раствор и позволяет одновременно определять несколько компонентов.

Цель исследований – разработка методики определения четырех компонентов (алюминия, бора, бария и железа) в медицинских стеклах атомно-эмиссионным методом. Для проведения исследований использовались Государственные стандартные образцы состава и свойств стекол (ГСО) различных марок, химический состав (массовые доли оксидов алюминия, бора, бария и железа) которых известен.

Измерения проводили на атомно-эмиссионном спектрометре типа АЭМС (производства НПООО «Белинтераналит», Беларусь), который предназначен для определения элементного состава сырья, силикатных материалов и веществ **неизвестного состава**.

Разработка методики состояла в оптимизации условий одновременного определения алюминия, бора, железа и бария с минимально достижимой погрешностью. Для этого необходимо: установить метод введения пробы в источник возбуждения спектра; подобрать буфер и выбрать элементы сравнения.

Известно несколько способов подачи пробы в источник возбуждения спектра: в виде металлических электродов, порошков, растворов, расплавов, газов. Метод введения пробы выбирается в зависимости от агрегатного состояния анализируемой пробы, требуемой точности и чувствительности анализа [1].

Наиболее простым методом введения в источник возбуждения спектра твердых, непроводящих электрический ток образцов (руды,

минералы, стекла, огнеупоры и т.д.) является анализ порошка. Измельчение, истирание и тщательное перемешивание анализируемого образца позволяет получить хорошее усреднение состава (однородность). При анализе порошков их легко смешивать с различными добавками: буферами, веществом, служащим внутренним стандартом, что существенно расширяет аналитические возможности. На основании вышесказанного, подготовку образцов стекла для проведения измерений осуществляли измельчением и растиранием в порошок в агатовой ступке до тонины помола 200 меш. Подготовленные пробы хранили в стеклянных укупореженных сосудах в эксикаторе.

Для введения полученного порошка в источник возбуждения спектра использовали испарение пробы из кратера графитового электрода. С целью повышения точности анализа при испарении пробы применяли электроды с тонкими стенками. Для проведения измерений использовали промышленно выпускаемые электроды: верхний – марки Э-01; нижний – марки Э-02.

Для равномерного испарения анализируемую пробу предварительно смешивали с графитовым порошком. В этом случае при расплавлении отдельных частиц стекла, мелкие капельки адсорбируются графитовым порошком, что способствует стабильному поступлению пробы в разряд и предотвращению ее выброса из канала электрода.

Известно, что состав и структура пробы влияют на температуру плазмы. При включении в состав буфера солей щелочных металлов, понижающих температуру плазмы и способствующих стабилизации условий испарения пробы, достигается корректная регистрация интенсивностей линий анализируемых элементов.

Правильно подобранный состав буфера и соотношение его с пробой позволяют минимизировать влияние третьих компонентов (матричного эффекта).

Для определения количества оксидов алюминия, бария, бора, железа в стекле были выбраны аналитические линии чувствительные для работы в заданных интервалах концентраций.

С целью исключения погрешностей результатов анализа, обусловленных случайными изменениями условий испарения пробы, вводили элемент сравнения – внутренний стандарт – и проводили измерение относительной интенсивности двух спектральных линий.

Применение внутреннего стандарта наиболее эффективно, когда элементы достаточно гомологичны, а их физико-химические свойства и энергии возбуждения близки. Концентрации исследуемых оксидов в стекле определяли по градуировочному графику зависимости массовой доли оксида элемента от относительной интенсивности спектральной линии. Смеси для градуировки прибора готовили из Государственных стандартных образцов (ГСО): алюминия РБ 1548 БИАС

АЛ; бария РБ 1569 БИАС БР; бора РБ 1561 БИАС БО; железа РБ 786 БИАС ЖЛ.

Подбор состава буферной смеси, состоящей из графитового порошка, элемента сравнения и буферизирующих агентов осуществляли, используя ГСО стекол различных марок с аттестованным значением содержания исследуемых оксидов элементов. Критерием достижения оптимального состава буферизирующей смеси служила полученная погрешность. В качестве элементов сравнения были опробованы: медь и галлий; в качестве буфера – соли цезия, лития и стронция.

Исследования показали, что использование буферной смеси, состоящей из графитового порошка, хлорида цезия и оксида меди, приводит к завышению результатов измерений концентраций всех оксидов на 10–20 %. Введение в состав буферной смеси дополнительно солей стронция и лития также не дало положительных результатов: завышение концентрации по бору составляло до 30 %, по барию – 20 %. Правильные результаты были получены при использовании буферной смеси, состоящей из графитового порошка, хлорида цезия, оксида меди и оксида галлия.

Метрологические характеристики методики рассчитывали в соответствии с требованиями МИ 2336 с использованием ГСО состава и свойств стекол в условиях получения экспериментальных данных в одной лаборатории.

По результатам 30-ти определений каждого из оксидов были рассчитаны такие характеристики, как показатель внутрилабораторной прецизионности и сходимости, показатели правильности и точности результатов измерений. Значения показателя точности методики (границы, в которых находится погрешность измерений, полученных в лаборатории при реализации методики с  $P=0,95$ ),  $\pm \Delta_{\text{п}}$  приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики методики (мас. %)

Оксид	Результат, X	$\pm \Delta_{\text{п}}$
Алюминия	3,54	0,20
Бария	2,28	0,13
Бора	1,24	0,12
Железа	0,49	0,05

Полученные данные были использованы для метрологической аттестации методики.

#### ЛИТЕРАТУРА

1 Буравлев Ю.М. Атомно-эмиссионная спектрометрия металлов и сплавов. – Донецк: ДонНУ, 2000. – 437с.