

Г.Н.Ю.

ISSN 1563-0331  
Индекс 75879; 25879

ӘЛ-ФАРАБИ атындағы ҚАЗАҚ ҰЛТТЫҚ УНИВЕРСИТЕТІ  
КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени АЛЬ-ФАРАБИ

# ХАБАРШЫ ВЕСТНИК

ХИМИЯ  
СЕРИЯСЫ

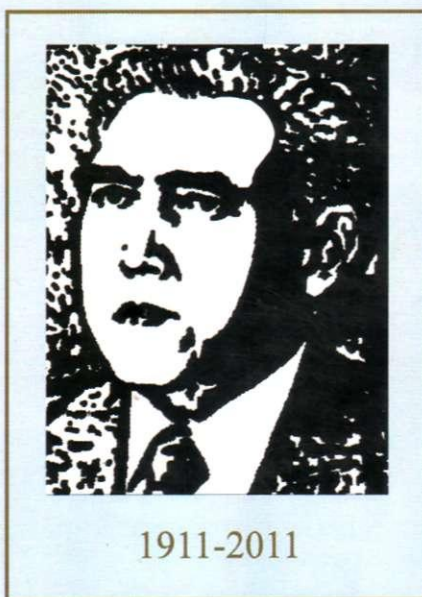
СЕРИЯ  
ХИМИЧЕСКАЯ

АЛМАТЫ

№ 1(65)

2012

Посвященный 100-летию со дня рождения  
Б.А. Беремжанова



VII МЕЖДУНАРОДНЫЙ БЕРЕМЖАНОВСКИЙ СЪЕЗД  
ПО ХИМИИ И ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ

9-10 декабря 2011, Алматы, Казахстан



асфальтбетон қоспасын алуға пайдалану.

**Ж.Р. Торегожина, О.И. Пономаренко, Г.О. Турешева, А.Т. Омаров.** Екіншілік шикізат ретінде сынған 199  
эйнекті утилизация лаудың экология-химиялық мәселелері.

**Т.В. Тузова.** Токтогуль су қоймасы суындағы уран изотоптарының геохимиялық ерекшеліктері. 202

## СОДЕРЖАНИЕ

### СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ХИМИЧЕСКОЙ ЭКОЛОГИИ

#### ХИМИЧЕСКАЯ ФИЗИКА ПРОЦЕССОВ ГОРЕНИЯ, МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, НАНОМАТЕРИАЛЫ

#### СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ХИМИЧЕСКОГО ОБРАЗОВАНИЯ

<b>М.М. Буркитбаев, Е.К. Онгарбаев.</b> Химический факультет КазНУ им. аль-Фараби: вчера, сегодня, завтра.	14
<b>Р.Г. Абдулкаримова.</b> Синтез углеродсодержащих композиционных материалов в режиме горения.	17
<b>Р.Г. Абдулкаримова, А.С. Сулейменова, М.Т. Досжанова, У.С. Капизов.</b> Закономерности алюмотермического горения механоактивированного диоксида кремния различной модификации	21
<b>С.Х. Акназаров, О.Ю. Головченко, О.С. Байракова, Б. Рахимова, А.Б. Рысбекова.</b> Определение технологических параметров активации упорного сырья в растворе щелочи и гипохлорита натрия	24
<b>А. Баешов, А.К. Баешова.</b> Разработка электрохимических способов утилизации газообразных, твердых и жидких выбросов предприятий промышленности.	29
<b>А.С. Балтабеков, Т.А. Кокетайтеги, Л.М. Ким, Б.С. Тагаева.</b> Рекомбинация радиационных дефектов и строение метафосфата калия.	32
<b>А.Ж. Басарова, Оркен, А.С. Кудабаяева, О.Ч. Абдразаков, М.И. Тулепов, А. А. Жумабаева.</b> Влияние механической активации угля кияктинского месторождения на выход жидких продуктов.	35
<b>К. Бекишев.</b> Важнейшие изменения в системе химического образования в РК в постсоветский период.	39
<b>Г.А. Бексултанова, А.К. Шаимова, А.М. Шалдыбаева, Т.Д.Талбаев.</b> Определение станозолола в моче методом жидкостной хроматографии.	44
<b>Н.Ю. Головченко, С.Х. Акназаров.</b> Применение плазмохимического метода для исследования бедных руд, содержащих вольфрам.	47
<b>Н.Ю. Головченко, Г.И. Ксандопуло, О.С. Байракова, С.Х. Акназаров.</b> Разработка технологической схемы проведения процесса выплавки ферровольфрама под давлением.	51
<b>Б.К. Динистанов, С.К. Танирбергенова, З.А. Мансуров.</b> Влияние добавок углеродных наноматериалов на свойства эпоксидных композитов.	55
<b>М.К. Жаманбаева, М.У. Абилова, А.А. Мусабекова, А.М. Шалдыбаева.</b> ИК-спектроскопическое исследование комплексов никеля с 2,2-дипиридилем и лимонной кислотой	58
<b>Э.Б. Жунусова, Н.Ж. Мухамеджанова, А.Д. Наурызбаева, М.Ж. Дюсенгалиева, Г.Н. Мухамбетова.</b> Комплексное использование попутного нефтяного газа для нефтехимического производства.	61
<b>Ю.В. Казаков, Г.О. Турешева, О.Ю. Головченко, Н.С. Бергенева, Р.С. Сейсембаев.</b> Микростеклосферы в составе аммиачно-селитренных взрывчатых веществ.	66
<b>А.Н. Каримов.</b> Роль проектной деятельности в развитии профессиональной компетентности педагога.	69
<b>Б.К. Касенов, Е.С. Мустафин, А.Ж. Бектурганова, Ш.Б. Касенова, Ж.И. Сагинтаева, С.Ж. Давренбеков, А.Ж. Абилядаева.</b> Рентгенографическое исследование двойных хромитов $YbM^{II}Cr_2O_{5,5}$ (M-Mg, Ca, Sr, Ba).	72
<b>А.Р. Керимкулова, М.М. Колдасбекова, Амир Кенжехан, М.Р. Керимкулова, З.А. Мансуров, М.К. Гильманов.</b> Изучение физико-химических свойств наноструктурированного углеродного сорбента для очистки биомолекул.	76
<b>А.Р. Керимкулова, Ж.М. Басыгараев, Е.Т. Абылайханов, М.К. Гильманов, З.А. Мансуров.</b> Определение биологической активности биорегулятора, полученного с помощью наночастиц углеродных сорбентов.	81
<b>Е.Г.Ким, Ж.К. Ескельдинова, С.Б. Рахмадиева.</b> Фитоупаковка на основе биологически активных веществ растений и пленкообразующих полимеров.	84
<b>А. Коканбаев.</b> Необходимость терминологических и толковых словарей для разных отраслей химии.	87
<b>Т.А. Кокетайтеги, Л.М. Ким, А.К. Салькеева, Р. Каренов.</b> Радиолит и фотолит десятиводного сульфата натрия.	90
<b>Л.К. Кудреева, Ж. Н. Кулбаева, А.П. Курбатов, М.К. Наурызбаев, М. Айнамкулова.</b> Электрохимическое восстановление перренат ионов в неводных диметилсульфоксидных растворах на	94



Wang D., Anielski P., Grosse J., Sachs H., Mueller R. K. // Anal. chim. acta. - 2003. - 483, № 1-2. - С. 299-306. -

4. Isolation and quantification by high-performance liquid chromatography-ion-trap mass spectrometry of nitrogen sulfoxide conjugates in human urine : Докл. [10 International Symposium on Advances in Extraction Techniques (Brugge 2008), Brugge, 28-30 Jan., 2008 ] / Strahm Emmanuel, Kohler Isabelle, Rudaz Serge, Martel Sophie, Carrupt Jean-Martin, Veuthey Jean-Luc, Saugy Martial, Saudan Christophe // J. Chromatogr. A. - 2008. - 1196-1197. - С. 153-158. - <http://www.sciencedirect.com>

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТАНОЗОЛОЛА В МОЧЕ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Г.А. Бексултанова, А.К. Шаимова, А.М. Шалдыбаева, Т.Д. Галбаев

Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором изучен метаболит станозолола, выделяющийся из организма человека в результате биотрансформации. Показана возможность количественного определения станозолола методом ВЭЖХ/МС/МС.

### DETERMINATION OF STANOZOLOL IN URINE BY LIQUID CHROMATOGRAPHY

G.A. Beksultanova, A.K. Shaimova, A.M. Shaldibaeva, T.D. Talbaev

Metabolite of stanozolol excreted from human body as a result of biotransformation is studied by method of a high performance liquid chromatography with the mass spectrometric detector. Possibility of quantitative determination of stanozolol by method HPLC/MS/MS is shown.

ISSN 8756-6648/2012/0001-0047-0002

### ПРИМЕНЕНИЕ ПЛАЗМОХИМИЧЕСКОГО МЕТОДА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ БЕДНЫХ РУД, СОДЕРЖАЩИХ ВОЛЬФРАМ

Н.Ю. Головченко, С.Х. Акназаров

КазНУ им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан, [sestager@mail.ru](mailto:sestager@mail.ru)

Экспериментально изучен процесс формирования эрозионной плазмы при воздействии лазерного излучения наносекундной длительности на поверхность вольфрамсодержащих материалов. Предложены рекомендации по использованию плазмохимического метода для количественного определения вольфрама в бедных рудах, содержащих вольфрам, в интервале  $10^{-4} \div 0,1$  %. Точность определения массовых долей вольфрама характеризуется относительным стандартным отклонением 0,04.

#### Выводы

Плазмохимический метод с использованием лазерных импульсов пиковой мощности позволяет обеспечивать высокое временное разрешение, создавать нестационарные квантовые системы, образовывать высоковозбужденные молекулы, воздействовать на поверхность ионизированной энергией, генерировать ультракороткие импульсы света, электронов и рентгеновского излучения  $\gamma$ , что, в свою очередь, позволяет исследовать динамику сверхбыстрых процессов при лазерном превращении.

#### Результаты исследования

В плазмохимическом случае аналитический сигнал  $I_d$  является функцией двух неизвестных:  $C$  – концентрация искомого элемента и  $M$  – масса информационной навески вещества.

Эксперименты были проведены на установке с применением импульсного частотно-модулированного лазера с модуляцией добротности. Энергия импульса излучения лазера  $E = 0,05 \div 2,5$  Дж, длительность  $\tau = 30$  нс, частота следования импульсов  $f = 2$  Гц.

Регистрацию аналитических сигналов осуществляли из различных аналитических зон свечения плазмы. В качестве измерительной аппаратуры в экспериментах использовали приборы серийного производства.



В качестве объектов исследования использовали вольфрамсодержащие бедные руды. Для контроля использовали прессованные смеси порошковых химических соединений близких по содержанию к вольфрамсодержащей руде (эталон). Представительность и однородность образцов и порошковых смесей были предварительно проверены с помощью микрофокусного рентгеноспектрального метода анализа. Основные характеристики плазмы используемой для изучения состава вольфрам содержащих материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1 Характеристики собственной плазмы вольфрам содержащего материала

Свойства образуемой плазмы	Параметры воздействия плазмы
Плотность излучения, Вт/см <sup>2</sup>	10 <sup>9</sup>
Время воздействия плазмы, с	1,5 · 10 <sup>-8</sup>
Масса продуктов плазмы, г	10 <sup>-7</sup>
Температура испарения, К	4 · 10 <sup>4</sup>
Спектральное отношение, сигнал/шум	высокое

При воздействии лазерного излучения на поверхности образца происходят разнообразные физико-химические эффекты: нагрев, плавление, термохимические превращения, испарение, возникновение плазмы и многие другие явления [2,3]. Кроме того, отсутствует энтропийная составляющая в плазме. Этот факт позволяет получить более упорядоченное плазмохимическое образование с хорошей воспроизводимостью динамических и спектральных характеристик.

Анализ результатов воздействия наносекундных импульсов лазерного излучения на образец при атмосферном давлении позволил составить газодинамическую картину разлета плазмы.

Качественно в структуре плазмы можно выделить три зоны. Они отличаются плотностью частиц, их температурой, спектральными и газодинамическими характеристиками:

Зона 1 - плотное горячее ядро плазмы;

Зона 2 - зона ускорения плазмы;

Зона 3 – зона торможения плазмы.

Начальные параметры плазмы в момент ее образования во многом определяют характер развития последующих этапов ее разлета в атмосфере воздуха: квазиодномерный для плоского развития режима испарения или осесимметричный - двумерный, который наиболее часто отмечается в реальных условиях облучения проб.

Время жизни плазмы  $\cong 10^{-6}$  с. Это время гораздо больше времени действия импульса лазерного излучения для режима модуляции добротности (10<sup>-8</sup> с).

Максимальный диаметр плазмы 10 мм при плотности потока лазерного излучения 5 · 10<sup>9</sup> Вт/см<sup>2</sup>. Этот размер гораздо больше не только глубины, но даже - поперечного размера (диаметра) образовавшегося кратера (0,2 мм).

В реальной ситуации количественное описание плазмохимического процесса генерации аналитического сигнала представляет собой очень сложную задачу.

Зона детектирования сигнала отстоит на 2-3 мм от поверхности образца и имеет воспроизводимость результатов  $\approx 0,05$ .

Была использована связь между величиной регистрируемого аналитического сигнала и значением массовой доли элемента  $C_x$  в образце [4,5]:

$$C_x = \frac{I_x}{I_0} \cdot \frac{n_0}{n_x} \cdot C_0,$$

где  $I_x/I_0$  - отношение интегральных интенсивностей аналитической линии элемента в пробе и эталоне,

$n_0/n_x$  - отношение числа импульсов воздействия на образец и эталон,

$C_0$  - концентрация элемента в эталоне.

Градуирование прибора проводили операцией сравнения аналитических сигналов образца и эталона [5]. Интервал определяемых содержаний элементов составлял:  $n \cdot 10^{-4} \div 0,1\%$  (Таблица 2).



Таблица 2 – Определение малых содержаний вольфрама в исследуемом образце плазмохимическим методом

Определяемый элемент	Интервал определяемых массовых долей, %	Длина волны
W	0,0001 - 0,1	267,586

Величина аналитического сигнала и сам плазмохимический процесс подвержены воздействию многих факторов, изменяющих и искажающих регистрируемый выходной сигнал. Условно, факторы можно разделить на внешние  $X_i$ , зависящие от условий проведения анализа, и внутренние  $Y_i$ , связанные с особенностью плазмохимического процесса и химико-физическими свойствами анализируемого материала. Это позволяет рассматривать величину аналитического сигнала  $I_x$ , как зависящую не только от концентрации определяемого элемента  $C_x$ , но и от  $X_i$  и  $Y_i$  факторов:

$$I_x = I(C_x, X_i, Y_i). \quad (4)$$

Результатом является то, что в итоге регистрируется не величина истинной концентрации определяемого компонента, а его оценка  $C_x$ , зависящая от разброса значений регистрируемого сигнала, ширина которого оценивается случайными погрешностями, а смещения систематическими погрешностями. Такие воздействия случайного и систематического характера в конечном итоге определяют точность анализа, которая оценивается величиной полной погрешности, включающей ошибки сходимости, воспроизводимости и правильности.

Результаты статистической обработки результатов представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Среднеквадратичные отклонения и запас точности данных плазмохимического метода

Элемент	Интервал содержаний, %	Относительное среднеквадратичное отклонение, %		Запас точности	Категория анализа
		допустимое	фактическое		
Вольфрам, W	0,0001 - 0,001	30	17,6	1,7	III
	0,001 - 0,005	9	4,76	1,89	III
	0,005 - 0,01	6,5	4,76	1,36	III
	0,01 - 0,1	6,5	2,82	2,30	II

Методика была опробована на бедных и технологических вольфрам содержащих материалах. Правильность результатов определения вольфрама по спектрам плазмохимического метода контролировалась другими химико-физическими методами (Рисунок 1).



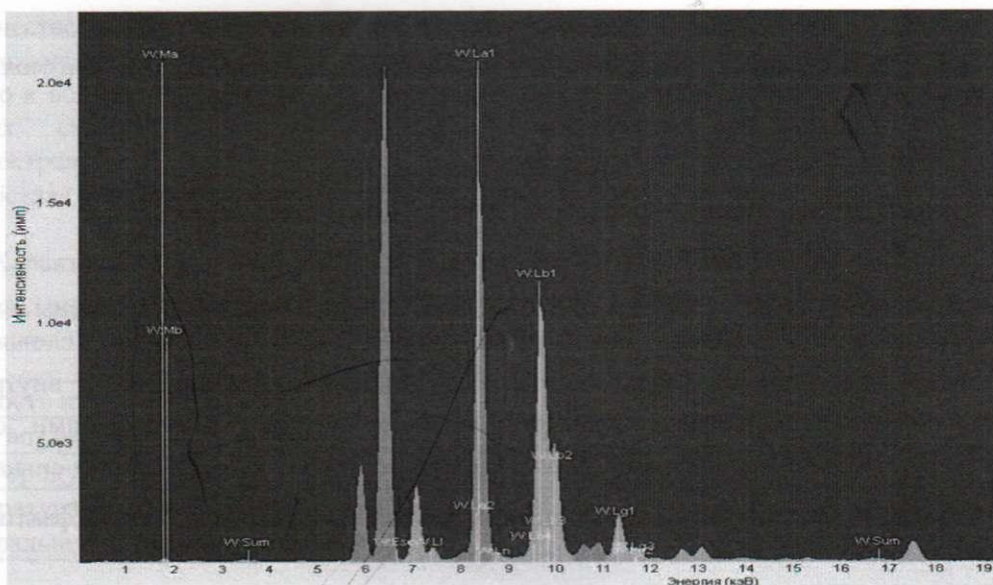


Рис. 1 – Рентгенограмма вольфрам содержащей руды

### Заключение

Определены аналитические возможности, особенности и ограничения плазмохимического метода анализа вольфрамсодержащих проб.

Установлена аналитическая спектральная линия при определении содержания вольфрама, которая свободна от наложения мешающих линий других элементов.

Предложены рекомендации по использованию плазмохимического метода для определения массовых долей вольфрама в минеральном сырье и в продуктах его технологической переработки в интервале  $10^{-4}$  – 0,1 %.

Установлена, что точность определения массовых долей вольфрама в бедных рудах с чувствительностью  $10^{-2} \div 10^{-4}$  % характеризуется относительным стандартным отклонением 0,04.

### Литература

1. Денисов Е.Т., Саркисов О.М., Лихтенштейн Г.И. Химическая кинетика. М.: Химия. 2000. – С. 565
2. Акназаров С.Х.//Эмиссионный спектральный анализ с применением лазеров. Алма-Ата: КазНИИТИ. 1988. С.72.
3. Синицын Ю.В., Пятова В.Н. Аналитические возможности, особенности и проблемы локального лазерного эмиссионно-спектрального анализа. М.: ВИЭМС. 1988. С.63.
4. Акназаров С.Х., Вазилло Е.Н., Голиков В.А. Особенности локального эмиссионного спектрального анализа с применением лазеров.//Современные методы анализа минерального сырья. Алма-Ата: КазИМС. 1987. С.47.
5. Акназаров С.Х., Вазилло Е.Н., Голиков В.А. Способ спектрального анализа твердых образцов: А.с. СССР//Б.И. №1283628. 1987. № 2.

### ҚҰРАМЫНДА ВОЛЬФРАМ БАР КЕДЕЙ РУДАЛАРДЫ ЗЕРТТЕУ ҮШІН ПЛАЗМОХИМИЯЛЫҚ ӘДІСТІ ҚОЛДАНУ

Н.Ю. Головченко, С.Х. Акназаров

Вольфрамды материалдың бетіне лазер сәулелерінің наносекундтық әсерінен эрозиялы плазмалардың түзілу процесі эксперимент жүйінде зерттелді. Құрамында  $10^{-4} \div 0,1\%$  W бар кендерде вольфрам мөлшерді анықтауға плазмохимиялық әдіс қолдану ұсынылады. Вольфрамның массалық үлесін салыстырмалы стандартты дәлдігімен ауытқу 0,04 анықтауға болады.