

**Российская академия наук
Отделение химии и наук о материалах**

**Научный совет
по аналитической химии**

www.rusanalytchem.org

Отчет за 2019 год

Москва 2020

Электронный отчет НСАХ РАН

<http://www.wssanalytchem.org/nsakh/SitePages/reports.aspx>

Бюро совета благодарит членов комиссий, отделений совета и организации, представившие материалы в отчет за 2019 г., а также председателей комиссий, принявших участие в обработке поступившего материала

НСАХ РАН благодарит ООО «Оптоэлектроника» за финансовую поддержку членства совета в Европейской ассоциации химических и молекулярных наук (EuChemS)

Научный совет
поздравляет председателя совета
академика Ю.А.Золотова
с награждением его
орденом Александра Невского
«за большой вклад в развитие науки и многолетнюю
добросовестную работу»

Поздравляем лауреатов премии совета за 2019 г.

**Премия за 2019 год в номинации
«За существенный вклад в развитие аналитической химии»
не присуждалась**

Молодежные премии 2019 года

присуждены

к.х.н. МАЗУРУ Алексею Викторовичу

(МГУ им. М.В. Ломоносова)

за развитие научного направления, связанного с разработкой математических подходов к увеличению достоверности результатов качественного анализа, полученных при использовании метода ГХ/МС с электронной ионизацией

к.х.н. МАРКИНУ Андрею Сергеевичу

(Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского)

за работу по применению наноструктурированных материалов в аналитической химии и, в частности, за разработку аналитических систем экспресс-анализа биологических жидкостей (кровь, моча) на основе спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния света

к.х.н. ПЕТРОВОЙ Юлии Сергеевне

(Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина)

за изучение аналитических и физико-химических свойств новых функционализированных сорбентов на основе сульфоэтилированных аминополимеров (хитозана, полиэтиленимина, полиаллиламина, полиаминостирола и др.) для избирательного концентрирования отдельных ионов металлов из сложных по составу матриц

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | |
|---|-----|
| НАУЧНЫЕ ДОСТИЖЕНИЯ В 2019 Г. | 7 |
| МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ | 7 |
| МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ | 7 |
| Спектроскопические методы | 7 |
| <i>Рентгеновские методы</i> | 7 |
| <i>Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП</i> | 10 |
| <i>Атомно-абсорбционные методы</i> | 18 |
| <i>Спектрофотометрические методы</i> | 22 |
| <i>Методы колебательной спектроскопии</i> | 32 |
| <i>Другие спектроскопические методы</i> | 37 |
| Масс-спектрометрические и родственные им методы анализа | 42 |
| Хроматографические и родственные им методы | 45 |
| <i>Газовая хроматография</i> | 45 |
| <i>Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография</i> | 48 |
| <i>Хромато-масс-спектрометрия</i> | 53 |
| <i>Тонкослойная хроматография</i> | 64 |
| <i>Капиллярный электрофорез</i> | 67 |
| <i>Другие хроматографические методы</i> | 72 |
| <i>Общие вопросы хроматографии. Приборы</i> | 74 |
| Электрохимические методы. Электрохимические сенсоры | 75 |
| Биохимические методы | 89 |
| Элементный анализ органических соединений | 103 |
| Другие методы определения | 104 |
| МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ (БЕЗ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ). ОБЩИЕ ВОПРОСЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ | 108 |
| Сорбционные методы | 108 |
| Жидкостная экстракция | 121 |
| Другие методы разделения и концентрирования | 126 |
| Общие вопросы пробоподготовки | 127 |
| МЕТОДЫ ОБНАРУЖЕНИЯ И ИДЕНТИФИКАЦИИ | 129 |
| СПОСОБЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ. ОБЩИЕ ПОДХОДЫ К АНАЛИЗУ | 130 |

| | |
|--|------------|
| Тест-методы и тест-средства анализа | 131 |
| Химические сенсоры (без электрохимических)..... | 134 |
| Наноаналитика..... | 136 |
| Микрочипы. Микрофлюидика..... | 146 |
| Локальный анализ..... | 147 |
| Хемометрика, математизация химического анализа..... | 149 |
| Метрология и стандартизация химического анализа..... | 153 |
| ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ..... | 166 |
| История и методология аналитической химии. Терминология..... | 166 |
| НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ..... | 168 |
| КНИГИ..... | 216 |

Код поля изменен

Методы определения

Спектроскопические методы

Рентгеновские методы

Разработан способ определения состава золошлаковых отходов методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Вблизи тепловых угольных электростанций накапливаются твердые отходы. Они состоят из летучей и донной золы, а также частиц шлака и несгоревшего угля и создают риск для окружающей среды, постоянно загрязняя воздух, почву и воду, что требует их утилизации. В этой связи определение состава этих отходов является важной проблемой как с экологической, так и с экономической точек зрения.

Предложен способ определения Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Ti, Mn и Fe в таких отходах методом РФА с использованием двух процедур пробоподготовки. Различия между результатами РФА для образцов, приготовленных прессованием и сплавлением, составляют от 2 до 33%. Измельчение образцов до размера частиц менее 0.050 мм снижает погрешности анализа. Метод прессования приемлем для классификации отходов перед переработкой, в то время как способ сплавления предпочтителен для определения элементов с высокой точностью.

Chuparina E.V., Chubarov V.M., Paradina L.Ph. A comparative determination of major components in coal power plant wastes by wavelength dispersive X-ray fluorescence using pellet and fused bead specimens // Appl. Radiat. and Isot. 2019. V. 152. P. 162-167. (IF 1.343, Q3)0

Авторы: Финкельштейн А.Л., finkel@igc.irk.ru; Чупарина Е.В., ichup@igc.irk.ru; Чубаров В.М. chubarov@igc.irk.ru; Белозерова О.Ю., obel@igc.irk.ru

Организация: Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, лаборатория рентгеновских методов анализа

Город: Иркутск

Методы: Рентгеновские методы

Объекты: Минеральное сырье

Разработан способ определения валентного состояния серы и железа в угольных концентратах и золах методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Отходы угольной промышленности создают опасную ситуацию в окружающей среде и часто делают территории непригодными для сельскохозяйственного использования из-за изменений в составе почвы и природных вод. Помимо валового элементного состава, важным параметром для исследования процессов горения угля является валентное состояние элементов. Для оценки валентного состояния серы использован спутник SK β' . Соотношение содержаний двухвалентного и общего железа оценивали по отношению интенсивностей линии FeK β_5 и спутника FeK β' к интенсивности линии FeK $\beta_{1,3}$. Калибровочные участки были построены с использованием стандартных образцов угольных концентратов и зол. Содержание FeO было впервые определено в стандартных образцах СО-1 (Россия) и СТА-FFA (Польша), в стандартных образцах ЗУК-2 и КММ-1 была оценена форма вхождения серы. Результаты метода РФА соответствуют аттестованному минеральному составу и результатам анализа аттестованными методиками гравиметрического и титриметрического анализа.

Chubarov V.M., Amosova A.A., Finkelshtein A.L. Determination of iron and sulfur valence state in coal ashes by wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometric technique // Spectrochim. Acta Part B: Atomic Spectroscopy. 2020. V. 163. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2019.105745> (IF 3.101, Q1)

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Чубаров В.М. chubarov@igc.irk.ru |
| Организация: | Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, лаборатория рентгеновских методов анализа |
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Рентгеновские методы |
| Объекты: | Минеральное сырье |

Разработана неразрушающая экспресс-методика рентгенофлуоресцентного определения молибдена в интеркаляционных соединениях на основе дисульфида молибдена в области содержания Мо 28-50%. В отличие от используемой в лаборатории методики анализа, основанной на применении способа внешнего стандарта с разбавлением, предлагаемая методика позволяет примерно в 5 раз сократить время анализа (со 100 до 20 минут), при этом материал образца сохраняется и может быть использован для дальнейших исследований.

| | |
|---------|--|
| Авторы: | Буяновская А.Г. analyst@ineos.ac.ru |
|---------|--|

Организация: Институт элементарноорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, лаборатория микроанализа
Город: Москва
Методы: Рентгенофлуоресцентный анализ
Объекты: Неорганические соединения

Предложен алгоритм для рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением образцов, содержащих значительные количества элементов с $Z < 11$, регистрация характеристического рентгеновского излучения которых затруднена, основанный на использовании коэффициентов интенсивности флуоресценции рентгеновского излучения. Отношение интенсивности излучения, рассеянного когерентно к некогерентно рассеянному, зависит от общего содержания элементов с малыми Z , которое, таким образом, может быть оценено. На такие относительные сигналы гораздо меньше влияет фактическая форма образца и его масса, что обеспечивает более точные результаты анализа. Показано, что теоретическое калибровочное уравнение, описывающее зависимость интенсивности рэлеевского рассеяния от массы образца, может быть применено к определению массы образца. Разработан алгоритм анализа с использованием способа фундаментальных параметров, который сводит к минимуму потребность во внешних или внутренних стандартах. Его обоснованность подтверждается анализом образцов сильно минерализованной воды.

Авторы: Осолок К. В., k_oskolok@mail.ru ; Моногарова О.В., Гармаш А.В.
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии; лаборатория спектроскопических методов анализа
Город: Москва
Методы: Рентгеновские методы
Объекты: Минеральная вода

Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением (РФА ПВО) применен для оценки аналитических возможностей метода при анализе листьев чая и чайных настоев. Оценены три способа подготовки проб для чайных листьев: кислотное разложение в открытой системе, приготовление суспензии и заваривание листьев чая. Разложение проводили следующим

образом: к 10 мг измельченных и высушенных чайных листьев в пробирке добавляли 1 мл концентрированной азотной кислоты и 50 мкл пероксида водорода и нагревали на печи до полного испарения; после охлаждения добавляли 200 мкл 10% азотной кислоты, внутренний стандарт Ga, перемешивали и наносили на кварцевую подложку. Для приготовления суспензии брали навески по 20 мг измельчённых листьев чая, добавляли 2.0 мл бидистиллированной воды, внутренний стандарт, тщательно перемешивали и наносили на кварцевую подложку. При анализе настоев чая пробоподготовка проводилась согласно потребительской процедуре заваривания чая с использованием ультрачистой воды. Измерения проводились на рентгеновском спектрометре S2 Picofox (Bruker). Время измерений составляло 500 с. В результате предложена методика количественного определения в листьях чая Mg, P, S, K, Ca, Fe, Ni, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Ba и Pb. Наилучшие результаты достигнуты при использовании способа кислотного разложения пробы. Анализ суспензии проводился для определения летучих элементов Cl и Br. Общая неопределенность измерений, включая все стадии анализа, для большинства элементов составила в среднем не более 16 %. В качестве метода анализа для сравнения полученных данных применен рентгенофлуоресцентный метод с дисперсией по длинам волн (ВД РФА).

Мальцев А.С., Шарыкина Д.С., Чупарина Е.В., Пашкова Г.В., Ревенко А.Г. Многоэлементный анализ чая методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии с полным внешним отражением // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23(2). С. 247-257. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.2.009. (IF 0.540, Q4)

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Мальцев А.С., Шарыкина Д.С., Чупарина Е.В., Пашкова Г.В., Ревенко А.Г., xray@crust.irk.ru ; |
| Организация: | Институт земной коры СО РАН, ЦКП |
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Рентгеновские методы |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП

Обнаружен эффект усиления сигнала в атомной эмиссии при добавлении малых количеств гидрозоля наноразмерного ионита (НИО) в анализируемую пробу, подаваемую в атомизатор в методе ИСП АЭС. Эффект апробирован на примере атомной эмиссии 45 катионообразующих

элементов при использовании сильнокислотного нанокатионита (НИК). Усиление сигнала с помощью НИК связано со степенью локального концентрирования аналитов, происходящего в плазменной камере. Объем анализируемого раствора и содержание (концентрация) в нем определяемых элементов при этом не изменяются. Для осуществления предлагаемого метода в пробу, подаваемую на анализ, дозируют гидрозоль очищенного наноразмерного катионообменника в водородной форме так, чтобы распыляемой пробе оказалось до 0.1 мМ функциональных групп нанокатионита. Эффект хорошо проявляется при определении следовых количеств элементов на уровне 0.05 - 0.1 ppb, возможны случаи, когда без добавки НИК невозможно провести определение аналита. Во всех случаях наблюдается 4-8 -кратное усиление сигнала атомной эмиссии в слабокислотных средах. Возможно использование эффекта для определения ионных форм компонентов в растворе при анализе методом ИСП АЭС. В настоящее время проводится изучение физико-химических механизмов эффекта. Метод модификации анализируемых проб гидрозолем может быть легко внедрен в аналитическую практику научных и производственных лабораторий.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Хамизов Р.Х., Долгоносков А.М. khamiz@geokhi.ru |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория радиохимии; лаборатория сорбционных методов; лаборатория инструментальных методов и органических реагентов; лаборатория концентрирования; лаборатория радиоаналитических и электрохимических методов |
| Город: | Москва |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП . Наноаналитика |
| Объекты: | |

Совершенствование методик анализа кадмия и его оксида.

Высокочистый кадмий и его оксид являются прекурсорами для синтеза оксидных монокристаллов $CdWO_4$ (CWO) и полупроводников типа АШВV и АШВVI. Для увеличения числа определяемых элементов-примесей и снижения пределов обнаружения (ПО) были усовершенствованы методики анализа кадмия и его оксида.

Инструментальная методика АЭС-ИСП позволяет одновременно определять до 51 элемента: Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, Ca, Ce, Co, Cr, Cu,

Dy, Er, Eu, Fe, Ga, Gd, Hf, In, K, La, Li, Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, P, Pb, Pr, Rb, Re, Sb, Se, Si, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Ti, V, W, Y, Yb, Zn, Zr с ПО от $1 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ % мас. и внутрилабораторной прецизионностью 8 - 27 %.

Инструментальная МС-ИСП методика анализа кадмия и его оксида позволяет определять 49 элементов–примесей: Ag, As, Au, Ba, Be, Bi, Ca, Ce, Co, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Hf, Ho, In, La, Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Nd, Ni, Pb, Pr, Rb, Re, Sb, Sc, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Te, Ti, Tl, Tm, V, W, Y, Yb, Zn, Zr с ПО от $2 \cdot 10^{-8}$ до $3 \cdot 10^{-3}$ % мас. и внутрилабораторной прецизионностью 10-26 %. В список определяемых по этой методике примесей входит полный набор технологически важных примесей для кадмия полупроводникового качества.

Комбинированные методики АЭС-ИСП и МС-ИСП кадмия высокой чистоты с вакуумной дистилляцией. Вакуумная отгонка основы обеспечивает полноту концентрирования большинства элементов-примесей и достаточно проста в реализации. Вакуумную дистилляции кадмия применили для оценки аналитических возможностей комбинированных АЭС-ИСП и МС-ИСП методов. Термодинамический расчет системы «конденсированная фаза-газ» позволил установить, что примеси Al, B, Ba, Be, Ca, Ce, Cr, Dy, Er, Eu, Fe, Ga, Gd, Hf, Ho, In, K, La, Li, Lu, Na, Mg, Mn, Mo, Nb, Nd, Pr, Sc, Sn, Sm, Sr, Tb, Ta, Ti, Tm, V, W, Y, Yb, Zn остаются в конденсированной фазе в виде оксидов; Cu, Ag, Au, Tl, Pb, Bi, Sb, Co, Ni – в элементном состоянии, а такие легколетучие элементы, как Hg, Rb, P, теряются при отгонке. Примеси S, Se и Te не образуют оксидов и остаются в концентрате в виде CdS, CdSe и CdTe. Опыт показал, что минимальные потери аналитов достигаются при температуре вакуумной отгонки 390 °С. В результате выполненных исследований разработаны комбинированные методики АЭС-ИСП и МС-ИСП анализа высокочистого кадмия и его оксида:

АЭС-ИСП методика анализа кадмия марки от 4N до 6N8 с вакуумной отгонкой основы и концентрированием микропримесей на оксиде, позволяющая определить до 40 примесей с ПО: $n \cdot 10^{-8}$ % мас. для Ba, Li, Lu, Mg, Mn, Sr, Y и Yb; $n \cdot 10^{-7}$ % мас. для Ag, Au, B, Be, Co, Cr, Cu, Dy, Er, Fe, Ho, La, Mo, Ni, Sn, Ti, V, Zn и Zr; $n \cdot 10^{-6}$ % мас. для Al, As, Ce, Ga, Gd, Hf, K, Nb, Pb, Re, Sb, Tb и W;

МС-ИСП методика анализа кадмия чистотой от 4N до 7N8, позволяющая определять до 39 примесей с ПО: $n \cdot 10^{-10}$ % мас. для: Ho, Lu и Re; $n \cdot 10^{-9}$ % мас. для: Ag, Au, Ba, Be, Co, Dy, Er, Ga, Hf, La, Mn, Pb, Sm, Ta, Tb, V и Yb; $n \cdot 10^{-8}$ % мас. для: As, Bi, Cr, Cu, Gd, In, Mo, Ni, Sb, Sn, Sr, Ti, Y и Zr; и $n \cdot 10^{-7}$ % мас. для: B, Ce, W и Zn.

Разработка и сравнение аналитических возможностей инструментальных методик АЭС-ИСП и МС-ИСП анализа РЗЭ на примере празеодима. Образцы РЗЭ трудны для анализа методом АЭС, ибо они имеют сложные многолинейчатые спектры и обычно содержат высокие содержания своих химических гомологов. Для правильного выбора методов определения этих элементов необходимо провести сравнительную оценку их аналитических возможностей и выбрать наиболее информативные, т.е. отвечающие запросам технологии. Выполнена сравнительная оценка информативности методов АЭС-ИСП и МС-ИСП обнаружения и количественного определения микро- и нанопримесей и инструментальных пределов их обнаружения с использованием современных АЭС и МС с ИСП приборов iCAP-3000 и iCAPQ. Несмотря на то что методика МС-ИСП обеспечивает пределы обнаружения примесей, на 1-2 порядка ниже, чем АЭС-ИСП, она не позволяет определять такие технологические важные примеси, как В, Mg, Na, P, Si, K, Fe, As, Cd, и примеси РЗЭ: Gd, Lu и Tb, которые возможно определить только методом АЭС-ИСП. Обе методики обеспечивают лабораторную прецизионность на уровне 15-20 %.

Изучение влияние элементов с различными потенциалами ионизации (Na, In, Ga, Cu, Pb, Cd, Bi, Zn) в азотной микроволновой (МВ) плазме. МВ плазма при атмосферном давлении является перспективным источником возбуждения в АЭС, однако ее аналитические возможности не изучены. Изучено поведение 30 элементов-примесей, включая Na, In, Ga, Cu, Pb, Cd, Bi и Zn, с различными потенциалами ионизации в азотной МВ плазме атмосферного давления для оценки их влияния на параметры плазмы (атомная, ионная температуры, электронная плотность) в зависимости от потока азота. Показано, что матричный эффект, т.е. изменение аналитического сигнала, больше в присутствии элементов с низкими потенциалами ионизации, и меньше – в присутствии элементов с высокими потенциалами ионизации.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc |
| Организация: | Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Аналитическая лаборатория |
| Город: | Новосибирск |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы, в том числе ИСП |
| Объекты: | Металлы |

Разработана методика прямого определения всего ряда редкоземельных и ряда сопутствующих элементов в ниобий-редкоземельных рудах после их вскрытия сплавлением методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Ввиду сложности элементного состава пробы имеют место многочисленные взаимные наложения аналитических линий (более 50) элементов матрицы и РЗЭ, что требует коррекции при расчете концентраций. Методика основана на проведении градуировки, моделирующей спектральные и матричные интерференции, компиляции массива (математической матрицы) коэффициентов взаимных интерференций и использовании полученной матрицы и результатов измерений анализируемого образца для компьютерного расчета концентраций элементов. Используется точный метод решения системы линейных уравнений, что подразумевает разрешение интерференций для всех задаваемых линий. Разработано программное обеспечение, использующее алгоритм регуляризации для устойчивого решения системы линейных уравнений, а также способ оценки неопределенности результатов измерений. Метод обеспечивает получение правильных результатов и достаточно устойчив к изменению состава анализируемой пробы. Это подтверждено результатами анализа стандартных образцов состава редкоземельных руд различного происхождения.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Колотов В.П., kolotov@geokhi.ru |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов |
| Город: | Москва |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП |
| Объекты: | Минеральное сырье |

Разработана и аттестована методика анализа медных сплавов методом атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой и электроразрядным пробоотбором, включающая градуировку по стандартным растворам. Оптимизированы условия электроразрядного пробоотбора (мощность, частота, время предобжига твердого образца и продувки линии подачи сухого аэрозоля), одномерной и многомерной градуировки спектрометра ICAP6500-SSEA по твердым стандартным образцам. Правильность определения Ag, As, Bi, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Sb, Sn, Zn, Ti, Cu в медных сплавах марок М1, МСр0.1, медных слитках из печей с шагающими

балками подтверждена путем анализа стандартных образцов и сопоставлением с данными альтернативных методов анализа. Методика позволяет снизить продолжительность анализа до 0,5 ч (продолжительность стандартных методов 37 ч), характеризуется высокой прецизионностью и рентабельностью.

Авторы: Ермолаева Т.Н., etn@stu.lipetsk.ru
Организация: Липецкий государственный технический университет, кафедра химии
Город: Липецк
Методы: Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП
Объекты: Металлы и сплавы

Завершена метрологическая аттестация методики определений 22 элементов (Li, P, B, Mn, Ni, Co, V, Cr, W, Mo, Sn, Ga, Pb, Cu, Zn, Ag, Sb, As, Tl, Ge, Bi и Cd) в порошках органоминеральных проб (горные породы, рыхлые отложения, донные осадки, почвы, золы) методом атомно-эмиссионной спектроскопии по способу вдувания-просыпки вещества в плазму дугового разряда и регистрацией спектров фотодиодными линейками МАЭС (СТП ИГХ-020-2019). Методика применима в сфере государственного регулирования в области обеспечения единства измерений в области охраны окружающей среды (мониторинг состояния и оценка загрязнения), а также вне этой сферы при поисковых и оценочных геолого-геохимических работах. *СТП ИГХ-020-2019. Методика измерений массовых долей элементов в порошках органоминеральных проб методом атомно-эмиссионной спектроскопии с непрерывным введением вещества в плазму дугового разряда и интегральной регистрацией спектров фотодиодными линейками / Отв. исп. Е.В. Шабанова, И.Е. Васильева. ИГХ СО РАН, 2019. 42 с. Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт). Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 253.0234/РА.RU.311866/2019 от 15.11.2019.*

Авторы: Шабанова Е.В., shev@igc.irk.ru; Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru
Организация: Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов

| | |
|----------|---------------------------|
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы |
| Объекты: | Минеральное сырье |

Разработана методика определения 23 эссенциальных и токсичных микроэлементов в порошках растительных материалов без озоления и кислотного разложения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым разрядом (АЭС-ДР). Применение специальных приемов получения и обработки спектральной информации обеспечило повышение точности результатов анализа в диапазонах $n \cdot (10^{-6}-10^{-4}\%)$ до 10 % мас. Al, B, Ba, Be, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Li, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Si, Sr, Ti, V, Zn и Zr. Правильность результатов подтверждена контролем по зашифрованным стандартным образцам состава растений и сравнением с данными, полученными по аттестованным методикам АЭС-ИСП и МС-ИСП. Методика АЭС-ДР применима для определения элементов в растениях с экологически чистых и загрязненных территорий, различных по ландшафту; данные обеспечены прослеживаемостью к российским СО растений ЛБ-1, ТР-1 и ЭК-1 (ИГХ СО РАН, Россия) и международным СО состава растений GSV 1÷4 (Китай).

Васильева И.Е. Шабанова Е.В. Определение микроэлементов в растениях методом дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 3. С. 298-313. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.3.011. (IF 0.540, Q4)

| | |
|--------------|---|
| Авторы | Васильева И.Е., vasira@igc.irk.ru |
| Организация: | Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов |
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы |
| Объекты: | Биологические объекты. |

Изложены теоретические основы и рассмотрены практические приложения сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектроскопии (САЭС). История развития метода представлена списком наиболее значимых публикаций за период 1938-2018 гг. Представлены новые разработки по одновременному определению в порошковых пробах всех благородных

металлов (Au, Ag, Pt, Pd, Ir, Os, Rh и Ru) с пределами обнаружения 1-30 ppb методом САЭС. Обсуждаются перспективы дальнейшего совершенствования метода как технологии автоматизированной микроминералогии.

Шабанова Е.В., Васильева И.Е. Сцинтилляционная атомно-эмиссионная спектрометрия для определения благородных металлов: современное состояние и перспективы. Глава 1.3. С. 79-121 / Аналитический контроль благородных металлов. Коллективная монография под ред. Ю.А. Карпова, В.Б. Барановской, Л.П. Житенко. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2019. 400 с. ISBN: 978-5-94836-554-1.

Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Лабусов В.А. Современное состояние и перспективы развития сцинтилляционной атомно-эмиссионной микроминералогии благородных металлов // Сб. тез. XXII Междунар. Черняевской конф. по химии, аналитике и технологии платиновых металлов. С. 26.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Шабанова Е.В., shev@igc.irk.ru ; Васильева И.Е., vasira@igc.irk.ru ; Лабусов В.А. labusov@ymk.iae.nsk.su |
| Организация: | Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов; Институт автоматики и электрометрии СО РАН |
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Атомно-эмиссионные методы; Общие вопросы аналитического приборостроения; Способы осуществления анализа и обработки данных |
| Объекты: | Благородные металлы |

Предложен новый источник атомизации и возбуждения для атомно-эмиссионного анализа растворов на основе импульсного разряда с твердым анодом, электролитным катодом и варьируемой в разрядном акте геометрией промежутка между электродами. С использованием данного источника создан портативный атомно-эмиссионный прибор, предназначенный для определения щелочных и щелочноземельных металлов в жидких пробах. Показано, что метрологические характеристики прибора позволяют проводить прямое определение макрокомпонентов состава биологических жидкостей, природных вод (в том числе морской воды), продуктов питания. Показана возможность одновременного определения 4 элементов (Na, K, Mg и Ca) в плодово - ягодных пищевых продуктах. Соотношение содержаний калия и натрия в натуральных яблоках, пюре и соках прямого отжима

составляет порядка 100–150, тогда как для сока, восстановленного из концентратов, оно порядка 5, что позволяет разработать методику выявления фальсификатов для пищевой промышленности.

Авторы: Зуев Б.К., zubor@geokhi.ru
Организация: Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория химических сенсоров и определения газообразующих примесей
Город: Москва
Методы: Атомно-эмиссионные методы
Объекты: Биологические объекты. Природные воды. Пищевые продукты

Изучено влияние фенилаланина на определение натрия методом пламенной спектрофотометрии в области разбавленных растворов. Обнаружено уменьшение эмиссии фототока натрия в присутствии фенилаланина. Основной причиной этого является увеличение вязкости растворов, что приводит к снижению скорости распыления в анализаторе и уменьшению аналитического сигнала.

Авторы: Васильева В.И., viv155@mail.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Атомно-эмиссионные методы, в том числе ИСП
Объекты: Металлы

Атомно-абсорбционные методы

Предложена методика сорбционно-атомно-абсорбционного определения свинца, меди, железа, кобальта и марганца (на уровне десятых и сотых долей ПДК) в природных и питьевых водах. Сорбция металлов осуществлена на образцах нановолокон, полученных электроформованием растворов полиакрилонитрила (ПАН) с последующей их направленной модификацией 1,25 М NaOH при нагревании (70°C). Рассчитаны значения степеней извлечения (95,8 – 99,5%) и коэффициенты селективности для конкурирующих пар ионов металлов: $\beta_{Pb/Cu} = 1,2$; $\beta_{Pb/Co} = 2,8$; $\beta_{Pb/Mn} = 3,2$; $\beta_{Cu/Co} = 1,7$; $\beta_{Cu/Mn} = 3,7$, $\beta_{Co/Mn} = 2,5$. Проведен сравнительный анализ сорбционной активности полученных нановолокон и установлено, что

нановолокно сорбирует ионы свинца, меди, кобальта и марганца (их сумму) при pH 6-8 и селективно ионы железа (III) при $pH \sim 3$. Пределы обнаружения металлов варьируют в интервале (40 – 80) нг/дм³.

Авторы: Доронин С.Ю., doroninsu@mail.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Атомно-абсорбционные методы
Объекты: Металлы в природных и питьевых водах

Разработан подход к анализу образцов сложного состава методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с непрерывным источником излучения. Изучены взаимные влияния компонентов пробы, выбраны эффективные модификаторы для прямого определения элементов в новых функциональных и технологических материалах различного состава. Разработан комплексный подход к учету взаимных влияний макро- и микрокомпонентов пробы в графитовом атомизаторе с целью высокочувствительного и точного определения элементов в образцах сложного химического состава, таких как новые функциональные и технологические материалы, возвратное сырье, фармпрепараты.

Авторы: Барановская В.Б., baranovskaya@list.tu; Еськина В.В., Филатова Д.Г.
Организация: Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности), МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии
Город: Москва
Методы: Атомно-абсорбционные методы
Объекты: Технологические материалы. Фармацевтические препараты

Проведено сравнительное исследование различных способов пробоподготовки для определения общего содержания мышьяка, селена и сурьмы в растительном сырье и пищевых продуктах методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией. Рассмотрено кислотное разложение в открытых сосудах, метод «сухого озоления», микроволновое разложение, ультразвуковое разложение. Приведены условия комбинированных вариантов пробоподготовки растительных образцов и пищевых продуктов, включающих стадии сухого озоления и ультразвукового разложения. Подобраны условия определения низких концентраций указанных элементов в растительном сырье.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Сафарова В.И., Хатмуллина Р.М., Низамутдинова Н.Р., Тельцова Л.З., Сираева И.Н. |
| Организация: | Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан Управление государственного аналитического контроля (ГБУ РБ УГАК) |
| Город: | Уфа |
| Методы: | Атомно-абсорбционные методы |
| Объекты: | Биологические объекты. Пищевые продукты |

ЭТААС определение кадмия и свинца в морепродуктах с концентрированием на вольфрамовом зонде (ЭТААС-ДЗА). Выполнена оценка аналитических возможностей метода ЭТААС-ДЗА для определения 22 тяжелых металлов (ТМ) в тканях мидий из разных зон Мирового океана. Применение техники ДЗА позволило: 1 – устранить матричные помехи (снизить уровень неселективного поглощения в ~100 раз); 2 – упростить пробоподготовку (образцы обрабатывали смесью азотной кислоты и пероксида водорода 1:1). Исследованы возможности многократного концентрирования Cd и Pb на вольфрамовый зонд. Установлено, что эффективность улавливания на зонд различных ТМ составляет от 15 до 35%. При использовании модификатора (Pd) и 5-кратного осаждения аналитов на зонд пределы обнаружения для Cd и Pb составляют 0,8 и 10 нг/г, соответственно. Относительное стандартное отклонение составляет от 8 до 12%. Правильность методики ЭТААС-ДЗА проверена сопоставлением с результатами, полученными методом ИСП-АЭС с микроволновым разложением проб.

ЭТААС методика определения платины в катализаторах. Предложена методика ЭТААС анализа катализаторов на основе стеклоткани

на содержание платины. Аликвоты (20 мкл) растворов проб, полученных обработкой ~ 100 мг стеклоткани в царской водке, подвергали пиролизу при 900°C (60 с) и атомизации при 2900°C (5 с). Применение графитовых кювет с пиропокрытием позволило повысить температуру стадии пиролиза, что привело к увеличению аналитического сигнала платины в ~ 10 раз. Проверку правильности методики проводили методом “введено-найдено”.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Сапрыкин Анатолий Ильич saprykin@niic.nsc.ru |
| Организация: | Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Аналитическая лаборатория |
| Город: | Новосибирск |
| Методы: | Атомно-абсорбционный анализ и пламенная фотометрия |
| Объекты: | Объекты окружающей среды (Поверхностные воды) |

Проведены исследования термохимических процессов в графитовой печи и закономерностей формирования аналитического сигнала элементов, определяемых методами атомно-абсорбционной спектроскопии (с источником сплошного спектра и линейчатого излучения) с дозированием твердых проб на примере Pb, Hg, In. Оптимизированы условия регистрации аналитических сигналов методом ЭТААС высокого разрешения с источником сплошного спектра: рабочие параметры спектрометра, набор пикселей для измерения аналитического сигнала, температуры стадий пиролиза и атомизации. Определены ограничения по массе вводимой навески силикагеля в графитовую печь атомизатора. Оценены метрологические характеристики результатов определения элементов в природных и питьевых водах с предварительным концентрированием модифицированными силикагелями и дозированием твердых проб сорбентов.

Методом ЭТААС определено содержание ртути в суспензиях донных отложений с использованием оригинального химического модификатора (ХМ) на основе активного углерода, модифицированного формиатом железа(II). Изучена эффективность химических модификаторов на основе активного углерода, модифицированного соединениями Ag(I), Au(III), Pd(II), Co(II) и Ni(II). Установлены оптимальные режимы температурно-временной программы атомизатора, предотвращающие потери ртути на стадии высушивания суспензий пробы, а также исключают спектральные влияния при атомизации и измерении аналитических сигналов. Наименьшая характеристическая масса ртути (52 пг) достигнута при использовании

железосодержащего химического модификатора на основе активного углерода. Предел обнаружения по 3s-критерию составил 0.05 мг/кг, а значение относительного стандартного отклонения – 0.05 при содержании ртути в пробе 149 мг/кг.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бурьлин М.Ю. burylin@chem.kubsu.ru |
| Организация: | Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Краснодар |
| Методы: | Атомно-абсорбционные методы |
| Объекты: | Объекты окружающей среды (Поверхностные воды, донные отложения) |

Спектрофотометрические методы

Установлено, что традиционный способ спектрофотометрической оценки суммарного содержания фенольных антиоксидантов в пищевых продуктах с помощью группового реактива Фолина-Чокальтеу (ФЧ) дает систематически завышенные результаты. Выявленные в ходе анализа модельных смесей систематические погрешности хорошо воспроизводимы и статистически значимы; при использовании галловой кислоты в качестве стандартного вещества погрешности доходят до 50 % отн. Основной источник погрешностей - внутригрупповая селективность сигналов, вызванная разной стехиометрией взаимодействия ФЧ с индивидуальными полифенолами. Другой источник - неаддитивность светопоглощения продуктов восстановления ФЧ полифенолами. Исключить погрешности, меняя условия анализа, не удастся. Замена реактива ФЧ более слабыми окислителями, например системой $Fe^{3+} + 2,2$ -дипиридил (метод FRAP) снижает внутригрупповую селективность и исключает неаддитивность сигналов. Это повышает точность определения полифенолов ($\delta c < 20$ % отн.). Кроме того, чувствительность и специфичность определения суммарного содержания полифенолов по методу FRAP выше, чем при использовании ФЧ, что важно в анализе реальных объектов. Очевидно, традиционный способ контроля качества чая, вин и других пищевых продуктов по показателю «суммарное содержание полифенолов» (ГОСТ 14502-1-2010) может и должен быть заменен методом FRAP. Показано, что такая замена предотвращает получение завышенных результатов анализа черного чая и позволяет объективно и метрологически корректно оценить суммарное

содержание фенольных антиоксидантов (в ммоль-экв/г) в виде интервала возможных значений, то есть без пересчета на произвольно выбранное стандартное вещество.

Цюпко Т.Г., Бриленок Н.С., Гуцаева К.С., Вершинин В.И. Определение суммарного содержания фенольных антиоксидантов в чае с применением различных вариантов метода FRAP. Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 1. С. 143-151. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.1.011 (IF 0.540, Q4)

Вершинин В.И., Белова Е.В. Определение суммарного содержания фенольных антиоксидантов в модельных смесях по методу Фолина-Чокальтеу и по методу FRAP. Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 3. С. 314-322. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.3.008 (IF 0.540, Q4)

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Вершинин В.И., vyvershinin@yandex.ru ; |
| Организация: | Омский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Омск |
| Методы: | Спектрофотометрические методы. Метрология и стандартизация анализа |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Установлено, что традиционный способ спектрометрического определения окисленности масел не учитывает наблюдаемые отклонения от закона Бера и неселективность светопоглощения на выбранной длине волны, что должно приводить к неточным результатам анализа. Разработан способ многоволновой оценки окисленности растительных масел. Модельные объекты - разбавленные водно-изопропанольные и гексан-изопропанольные растворы льняного масла. Спектры поглощения исследуемых растворов (или экстрактов) регистрировали в УФ-области (210-225 нм). Содержание исходного (неокисленного) масла и суммарное содержание окисленных структур находили, применяя алгоритм множественной линейной регрессии. Ступенчатым характером окисления пренебрегали. Тем не менее разработанный метод позволяет правильно определить общую концентрацию масла на уровне 0,01-0,06 мг/мл и оценить массовую долю окисленных структур (степень окисленности). Предложенный метод использован для изучения динамики пероксидного окисления льняного масла в разных растворителях и разных условиях, в том числе в присутствии антиоксидантов. В ходе эксперимента варьировали температуру, время экспозиции, начальные концентрации H_2O_2 и масла. Показано, что на

скорость окисления масла в водно-изопропанольных растворах влияют аскорбиновая кислота, галловая кислота, рутин и другие антиоксиданты. Окисление масла сильно замедляется рутином, в меньшей степени – галловой кислотой. В присутствии аскорбиновой кислоты масло не окисляется; изменения спектра начинаются лишь после завершения пероксидного окисления аскорбиновой кислоты.

Авторы: Власова И.В., vlaso-iri@yandex.ru
Организация: Омский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Омск
Методы: Спектрофотометрические методы.
Объекты: Пищевые продукты

С целью разработки материалов для определения общей антиоксидантной активности (ОАА) различных объектов с использованием золь-гель технологии синтезированы допированные железом(III) кремниевые (Si/Fe(III)) и кремний-титановые (SiTi/Fe(III)) ксерогели. С увеличением содержания титана (0 ÷ 12,5 об.%) уменьшается площадь поверхности и средний диаметр пор (установлено с использованием метода низкотемпературной адсорбции азота), при этом улучшается удерживание железа(III) (от 0,04 до 0,13 масс.%, определено спектрофотометрически). С использованием твердофазной спектрофотометрии показана возможность образования окрашенных комплексов железо(II)-1,10-фенантролин в ксерогелях в присутствии антиоксидантов. Выбраны условия получения чувствительных материалов - Si/Fe(III) и SiTi/Fe(III), модифицированных 1,10-фенантролином, его содержание составляет 0,207-0,216 ммоль/г. Оценены характеристики твердофазно-спектрофотометрического определения ОАА в различных объектах с использованием разработанных чувствительных материалов.

С целью разработки материалов для определения катионных ПАВ изучено влияние хлорида цетилпиридиния (ХЦП) на взаимодействие в системах трифенилметановые соединения (эриохромцианин R, хромазуrol S, пирокатехиновый фиолетовый) – кремний-титановые ксерогели. Выбраны условия и разработана методика оперативного твердофазно-спектрофотометрического определения 6–20 мг/л ХЦП в сточных водах.

Авторы: Моросанова Е.И., emorosanova@gmail.com
Организация: Московский государственный университет,

| | |
|----------|---|
| | химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Сточные воды |

Спектрофотометрическим методом изучено влияние времени и кислотности среды на устойчивость растворов флавоноидов в условиях сорбции на магнетите. На примере кверцетина показано, что молекулярная форма устойчива в водном растворе в течение первых 10 минут, в последующие 20 мин его оптическая плотность уменьшается на 15%, а его комплекса с ПЭИ на 25%. Диссоциированные формы кверцетина и их ассоциаты с ПЭИ окисляются растворенным кислородом уже в первые минуты и тем быстрее, чем больше рН раствора. Такое же сильное влияние кислорода отмечено для щелочных растворов мирицетина. Показано, что добавление в водный раствор сульфита натрия позволяет стабилизировать диссоциированную ионную форму кверцетина при рН 9-10 в течение первых 1-2 минут и более надежно определять рК диссоциации его ОН-групп.

Спектры рутина, морина и нарингенина во всем интервале рН не изменяют своей формы, а оптическая плотность за 30 минут уменьшается не более чем на 5-10%.

| | |
|-------------|--|
| Авторы | Штыков С.Н., shtykovsn@mail.ru |
| Организация | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Биологические объекты |

Спектрофотометрическое (фотоколориметрическое) определение тиоцианатов в растворах с избыточным содержанием галогенидов. При определении тиоцианатов фотометрическим методом в виде комплексов с железом в хлоридсодержащих растворах необходимо учитывать сложную зависимость оптической плотности растворов от их состава за счет образования хлоридных комплексов железа, а также тройных окрашенных комплексов железа с тиоцианатом и хлоридом. Разработана математическая

модель, связывающая равновесные концентрации компонентов в растворах с суммарными концентрациями всех форм этих компонентов. С использованием модели определены молярные коэффициенты поглощения отдельно для комплексов $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ и $[\text{Fe}(\text{SCN})\text{Cl}]^+$. Показан пример технологического процесса очистки тиоцианатсодержащего раствора двухтемпературным сорбционным методом, аналитическое обеспечение которого с помощью известных методик приводит к некорректным результатам, но возможно с использованием разработанной модели.

Авторы: Хамизов [P.X., khamiz@geokhi.ru](mailto:khamiz@geokhi.ru), Крачак АН., Парова И.Г.
Организация: Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория радиохимии; лаборатория сорбционных методов; лаборатория инструментальных методов и органических реагентов; лаборатория концентрирования; лаборатория радиоаналитических и электрохимических методов;
Город: Москва
Методы: Спектрофотометрические методы
Объекты: Неорганические соединения

Отработана методика количественного определения гликозидных соединений на примере сапонинов семейства Quilaja и Mucorrosi с использованием дифференциальных спектров поглощения.

Авторы: Мироненко Н.В., natashamir@yandex.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Спектрофотометрические методы
Объекты: Биологические объекты

Спектрофотометрически определены константы протолиза функциональных групп триарилметановых красителей (E131, E133, E142). На основании полученных рК построены диаграммы распределения ионных форм красителей.

Авторы: Хальзова С.А., Зяблов А.Н., alex-n-z@yandex.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии; лаборатория МУП «Очистные

| | |
|----------|---|
| | сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области |
| Город: | Воронеж, Борисоглебск |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Органические соединения |

Исследованы условия комплексообразования в системе рубеановодородная кислота (РВК)–ион металла (серебро, золото, платина)–сульфонол; определены показатели кислотности среды, время установления равновесия и соотношение РВК:Ме, способствующие наиболее полному связыванию иона металла в комплекс. Полученные результаты косвенно подтвердили участие ПАВ–сульфонола в образовании координационных связей с ионом комплексообразователя. Изучение процесса комплексообразования ионов меди, никеля и кобальта на поверхности дитиооксанидированного полисилоксана методом ИК-спектроскопии подтвердило участие атомов азота и серы привитых групп в связывании ионов металлов.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Холмогорова А.С., kholmoghorovaa@mail.ru |
| Организация: | Уральский Федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Институт естественных наук и математики, кафедра аналитической химии и химии окружающей среды |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Благородные металлы |

Оценены возможности методов Фирордта и первой производной при «нулевом пересечении» для определения синтетических пищевых красителей Желтый «солнечный закат» (E110) и Понсо 4R (E124) при совместном присутствии в модельных растворах. Установлен диапазон концентраций компонентов, при котором соблюдается принцип аддитивности оптических плотностей. Для реализации метода Фирордта подобраны длины волн с максимальным различием коэффициентов поглощения отдельных компонентов (470.2 и 536.7 нм). Изучено влияние шага дифференцирования при различной концентрации красителей на величину первой производной, соответствующей максимуму поглощения в спектре нулевого порядка. Определены значения «нулевых пересечений»

первых производных спектров поглощения индивидуальных соединений при оптимальном шаге дифференцирования $\Delta\lambda = 2$ нм, которые составили для E110 и E124 482.5 нм и 507 нм соответственно. Установлено, что погрешность определения индивидуальных красителей методом производной спектрофотометрии ниже, чем методом Фирордта. Правильность определения красителей методом Фирордта варьировала для E110 от 102 до 105%, для E124 от 93 до 107%. Правильность определения с помощью метода первой производной при «нулевом пересечении» для E110 – от 98 % до 101 %, E124 – от 96 % до 103%.

Авторы: Русанова Т.Ю., tatyanarys@yandex.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Спектрофотометрические методы
Объекты: Пищевые продукты

Разработан подход к скринингу более 40 фармацевтических препаратов (нестероидные обезболивающие и противовоспалительные препараты, β -адреноблокаторы, секретолитики, фторхинолоны, метаболические стимуляторы и др.) методом цифровой колориметрии с использованием офисного планшетного сканера. Предлагаемая методика основана на одновременном проведении нескольких колориметрических реакций с различными молекулярными сенсорами, помещенными в 96-луночный планшет, и последующем его оптическом сканировании.

Авторы: Осколок К. В., k_oskolok@mail.ru ; Моногарова О.В.
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектроскопических методов анализа
Город: Москва
Методы: Спектрофотометрические методы
Объекты: Фармацевтические препараты

Исследованы комплексы железа (III), никеля (II) и кобальта (II) с фосфоновыми комплексонами, которые отличаются друг от друга количеством фосфоновых групп и наличием или отсутствием атома азота в молекуле. Установлено, что при недостатке комплексона, например в системах Me(II) – ГЭДФ при соотношении 2:1, формируются биядерные комплексы. В ходе математической обработки рассчитан истинный мольный и протонный состав полученных комплексонатов и установлен интервал рН их существования.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Корнев В.И. |
| Организация: | Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии |
| Город: | Ижевск |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Комплексы металлов с органическими лигандами |

Высшие грибы-макробазидиомицеты имеют важное значение как продукты питания и биологические объекты для установления закономерностей функционирования, развития живых систем, их отклика на действие эффекторов различной природы. Недостаточно высокая активность антиоксидантной системы живых организмов, не позволяющая преодолеть негативные последствия окислительного стресса (избыточный уровень свободных радикалов в клетках) – причина старения и отмирания организмов. Ярко выраженными антиоксидантными свойствами обладают соединения селена, который является также жизненно важным микроэлементом с уникальными биологическими функциями. Одним из показателей антиоксидантного действия служит антирадикальная активность, определяемая по реакции с участием стабильного свободного радикала 1,1-дифенил-2-пикрилгидразилом (2,2-дифенил-1-пикрилгидразил, N,N-дифенил-N'-пикрилгидразил,ДФПГ). Другим важным индексом антиоксидантной активности является уровень пероксидного окисления липидов (ПОЛ), оцениваемый по реакции с тиобарбитуровой кислотой (ТБК). Ввиду токсичности неорганических соединений селена в качестве антиоксидантных и микроэлементных добавок при культивировании базидиомицетов перспективны селенорганические соединения. Поэтому следует осуществить контрольные реакции селенорганических соединений с ДФПГ и ТБК.

Объектами исследования служили, во-первых, следующие органические соединения селена: 1,5-дифенилселенопентандион-1,5 (диацетофенонил-2,4-дифенил-7,8-бензо-5,6-дигидро-4Н-селенохромен, 2-(4-бромфенил)-4-фенил-7,8-бензо-5,6-дигидро-4Н-селенохромен и перхлорат 2,4-дифенил-7,8-бензо-5,6-дигидроселенохромилия. Другую группу составляли модельные соединения: циклогексан, бензол, этилбензол, ацетофенон, бромбензол. Выяснена возможность взаимодействия органических селенидов и соли дигидроселенохромилия с ДФПГ и ТБК. Типовые методики определения антирадикальной активности и уровня ПОЛ адаптированы к цели исследования. Спектрофотометрическим методом с привлечением квантовохимических расчётов изучено взаимодействие селенорганических и модельных соединений с ДФПГ. Показано, что диацетофенонилселенид почти не ингибирует ДФПГ. Уровень ингибирования наиболее высок в случае 2-(4-бромфенил)-4-фенил-7,8-бензо-5,6-дигидро-4Н-селенохромена и особенно перхлората 2,4-дифенил-7,8-бензо-5,6-дигидроселенохромилия. Для соли значительная степень ингибирования может быть связана с активацией метиленовых групп в элементоорганическом катионе за счёт приобретения гетерокольцом положительного заряда. В смеси селенорганического (диацетофенонилселенид, дигидроселенохромены, соль дигидроселенохромилия) или модельного соединения с ТБК не образуются продукты, имеющие полосы поглощения в видимой области спектра.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Панкратов А.Н., PankratovAN@info.sgu.ru , Цивилёва О.М., Цымбал О.А., Древко Я.Б., ТумскПий Р.С., Маракаева А.В. |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Спектрофотометрические методы. |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Суммарное содержание фенольных антиоксидантов (ФА) в образцах черного чая определяли на уровне 10^{-3} моль/г, используя разные варианты метода FRAP. Спектрофотометрический анализ образцов вели, применяя

разные реагенты (1,10-фенантролин и 2,2'-дипиридил) и разные времена экспозиции (60 и 10 мин). Результаты анализа, выраженные в пересчете на разные стандартные вещества (галловую и аскорбиновую кислоты), характеризуют антиоксидантную активность чая (АОА). Применение более слабой окислительной системы (Fe^{3+} + 2,2'-дипиридил) ведет к несколько меньшим значениям, чем применение системы (Fe^{3+} + 1,10 -фенантролин).

Авторы: Цюпко Т.Г. tsytko@inbox.ru
Организация: Кубанский государственный университет. кафедра аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Спектрофотометрические методы.
Объекты: Пищевые продукты

Для оценки вклада биогенных углеводов в загрязнение исследуемой экосистемы разработана экстракционно-флуоресцентная методика определения хлорофилла "а" в воде, позволяющая регистрировать концентрации пигмента в диапазоне от 0,1 мкг/дм³ до максимальных значений, встречающихся в природных водах различной трофности. Разработанная методика «Массовая концентрация хлорофилла "а" в природных (пресных и морских) водах» включена в реестр Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений. Предложена унифицированная схема анализа вод для оценки уровня нефтяного загрязнения водных экосистем с учетом трансформации нефтяных компонентов и происхождения углеводов, которая предусматривает дифференциацию нефтяных и биогенных углеводов по содержанию в них хлорофилла "а". Схема оценки содержания биогенных углеводов в пресных и морских водных объектах апробирована на водных объектах Азовского бассейна.

Разработана спектрофлуориметрическая методика определения антиокислительной присадки (алкилированного дифениламина) в неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости (НСОЖ). Проведены идентификация алкилированного дифениламина и оптимизация условий хроматографического анализа НСОЖ, оценка метрологических характеристик разработанной методики.

Авторы: Темердашев З.А. temza@kubsu.ru
Организация: Кубанский государственный университет. кафедра аналитической химии

| | |
|----------|---|
| Город: | Краснодар |
| Методы: | Спектрофотометрические методы |
| Объекты: | Объекты окружающей среды. Органические соединения |

Методы колебательной спектроскопии

Разработана методика оценки лигносульфонатов в водных образцах гуминовых веществ методом НПВО-ИК-спектроскопии. Исследовано несколько коммерческих гуминовых препаратов, лигносульфонатов и удобрений. НПВО-ИК-спектры образцов сухих удобрений и их водных растворов имеют несколько характерных, но перекрывающихся полос. Для количественного определения выбраны полосы лигносульфонатов: 1266, 1192, 1093 и 1042 см^{-1} . Силикатные примеси в гуматах мешают количественному определению лигносульфонатов; их осаждали центрифугированием. Полосы лигносульфонатов 1192 и 1093 см^{-1} показывают наивысшую чувствительность и точность определения: предел определения 25 г/л, для соотношения гуматов и лигносульфонатов 1:1 погрешность определения составляет 20%; а для соотношения 4:1 не превышает 10%. Предложенная методика дает возможность определять как лигносульфонаты, так и гуматы из одного образца.

ИК-фотоакустическая спектроскопия использована для оценки содержания компонентов неорганической матрицы и составляющих органического вещества фракций чернозема (1–5000 мкм). Условия ИК-фотоакустических измерений в различных режимах непрерывного сканирования сравнивались с измерениями НПВО. Обертонные пики кварца в качестве почвенного матричного компонента при 2000–1700 см^{-1} выбраны в качестве возможных внутренних стандартных полос для сравнения фотоакустических спектров. Для разных образцов землепользования обнаружены различия в составе.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Проскурнин M.A., proskurnin@gmail.com ; Волков Д.С., Карпухина Е.А. |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектроскопических методов анализа |
| Город: | Москва |
| Методы: | Методы колебательной спектроскопии |
| Объекты: | Объекты окружающей среды |

Разработана методика определения цефалоспориновых антибиотиков в моче на основе гигантского комбинационного рассеяния света (ГКР). Ключевым этапом методики является обработка мочи перед анализом для минимизации фонового сигнала. Обработка включает (1) извлечение компонентов мочи с использованием геля гидроксида алюминия и (2) установление в очищенном образце pH 1,5. Возможности методики были показаны на примере цефазолина, цефоперазона, цефотаксима, цефтриаксона и цефуроксима. Градуировочные зависимости четырех антибиотиков (за исключением цефуроксима) охватывают концентрации, необходимые для определения этих антибиотиков в моче пациентов во время лечения (50–500 мкг/мл). Величина погрешности анализа (<20%) и пределы обнаружения для этих антибиотиков демонстрируют применимость методики для надежного количественного определения при терапевтическом лекарственном мониторинге. Определение цефуроксима недостаточно чувствительно. Также исследована стабильность геля во времени и воспроизводимость синтеза (RSD <5%) и оценено негативное влияние методики предварительной обработки и его ограничений.

Markina N.E., Markin A.V. Application of aluminum hydroxide for improvement of label-free SERS detection of some cephalosporin antibiotics in urine // Biosensors 2019, Vol. 9, P. 91. DOI: [10.3390/bios9030091](https://doi.org/10.3390/bios9030091)

Разработан синтез силикагеля с молекулярными отпечатками (СГМО) в качестве селективного сорбента креатинина (КРН) для твердофазной экстракции и улучшения ГКР детектирования КРН в моче. СГМО готовили с использованием золь-гель процесса в присутствии шаблона (КРН) и ионов алюминия, которые служили в качестве допирующего агента для создания участков распознавания. Исследования показали, что сочетание допирования и импринтинга улучшает сорбционную способность в 3 раза. Обнаружено, что допирование играет ключевую роль, и импринтинг без допирования не приводит к улучшению сорбции. Методика анализа предполагает твердофазную экстракцию КРН из раствора с дальнейшей корректировкой pH для увеличения сигнала (растворение матрицы гидроксидом натрия без этапа элюирования) и ГКР детектирование высвобожденного КРН. Тестирование методики с использованием модельного раствора КРН и образца мочи продемонстрировало возможность детектирования КРН в физиологически значимых концентрациях и значительное снижение ГКР фона после этапа экстракции.

Markina N.E., Zakharevich A.M., Markin A.V. Improvement of creatinine SERS detection using molecularly imprinted silica gel // Proc. SPIE, 2019, Vol. 11065, P. 110651M. DOI: 10.1117/12.2521212

Изготовлен и исследован ГКР-активный нанокомпозит на основе гидроксида алюминия со встроенными наночастицами меди (МНЧ; 10 ± 2 нм). Исходные МНЧ и конечный композит были охарактеризованы с помощью СЭМ, РЭДА, СТМ и абсорбционной спектроскопии в УФ-видимом диапазоне. Встраивание МНЧ позволило улучшить временную стабильность ГКР-активности МНЧ против окисления примерно в 80 раз по сравнению с коллоидными МНЧ; композит ГКР-активен более 8 дней. Значение коэффициента усиления составило 8×10^6 , что сопоставимо со значениями для ГКР подложек на основе серебра и золота. Применимость конечного композита для химического анализа была продемонстрирована путем ГКР детектирования некоторых лекарств, таких как противоопухолевые (метотрексат) и антибактериальные (линкомицин, сульфадиметоксин, цефтриаксон) лекарственные средства. Аналиты были обнаружены в концентрациях, которые должны содержаться в моче (50-100 мкг/мл) при лечении.

Markina N.E., Gorbachev I.A., Badaeva E.V., Zakharevich A.M., Markin A.V. SERS detection of some drugs using aluminum hydroxide with embedded copper nanoparticles // Proc. SPIE, 2019, Vol. 11065, P. 110651A. DOI: 10.1117/12.2521210

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Маркин А.В., av_markin@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Методы колебательной спектроскопии. Сорбционные методы. Наноаналитика |
| Объекты: | Фармацевтические препараты. Медицинские объекты |

Методами квантовой химии проведено моделирование процессов взаимодействия квантовых точек на основе сульфидов серебра и кадмия с молекулами тиогликолевой кислоты и цистеина при различных рН. Получены теоретические и экспериментальные ИК-спектры таких систем. На основе полученных спектров проведен анализ состава и структуры образующихся ассоциатов.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Ерина О.В., Хохлов В.Ю., vladkh70@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Методы колебательной спектроскопии. |
| Объекты: | Органические соединения |

Методом ИК-спектроскопии и сканирующей силовой микроскопии исследованы структуры полиимидных пленок с молекулярными отпечатками синтетических красителей. Установлено, что сорбция красителей осуществляется за счет образования водородных связей с сорбентом через гидрато-разделенную пару.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Хальзова С.А.; Зяблов А.Н., alex-n-z@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии; Лаборатория МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Методы колебательной спектроскопии. Сорбционные методы |
| Объекты: | Органические соединения |

Методом ИК-Фурье спектроскопии изучен структурно-групповой состав и строение гуминовоподобных продуктов углевод-ариламинных конденсаций в этанольных средах. Предложены механизмы формирования функционализированных фрагментов структуры, показана перспективность их применения в качестве синтетических регуляторов роста растений и адсорбентов. Разработаны методики количественной оценки структурных параметров, основанные на определении соотношения интенсивности спектральных полос.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Черепанов И.С., cherchem@mail.ru |
| Организация: | Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии |
| Город: | Ижевск |
| Методы: | Методы колебательной спектроскопии |
| Объекты: | Органические соединения |

Другие спектроскопические методы

Для разработки оптических (флуоресцентных и комбинационного рассеяния) сенсорных элементов для определения маркеров нейромедиаторного обмена получены однородные, воспроизводимые по свойствам и толщине полимерные материалы на основе коллагена, хитозана и альгината на поверхности оптических стекол и в ячейках планшета. Исследованы их морфология, стабильность при хранении и при проведении экспериментов в условиях, приближенных к работе с реальными объектами. Разработаны новые стабильные во времени индикаторные системы, основанные на образовании смешаннолигандных комплексов Cu(II) с 4-аминоантипирином, Cu(II) с триазолами, Fe(III) с нитрилотриацетатом натрия для определения катехоламинов – дофамина, норадреналина и адреналина (ДОК 0,1- 10 нМ), их предшественника (L-ДОФА) (ДОК – 1 нМ - 100 мкМ) и метаболитов (гомованилиновой и ванилилминдальной кислот) (ДОК 1 – 10 нМ). Создан планарный ГКР-сенсорный элемент на основе иммобилизованных ионов меди(II) и 4-аминоантипирина в пленке хитозана на поверхности наночастиц серебра, который был применен для определения нейромедиаторов и их метаболитов в плазме крови (на уровне 0.5 нМ) и слюне человека (на уровне 1 нМ) *in vivo*.

Для высокочувствительного определения (в некоторых случаях на уровне фемтомолярных концентраций) низкомолекулярных нейромедиаторов предложена флуоресцентная индикаторная система, основанная на формировании ими тройного комплекса с европием (III) и тетрациклином, в пленках и гидрогелях хитозана, коллагена, альгината. На примере клеточной линии РС 12 продемонстрирована принципиальная возможность использования указанных полимерных матриц в качестве культуральной среды для выращивания искусственных 3D-клеточных структур. На основе данных по токсичности выработаны рекомендации по практическому использованию полученных оптических сенсорных систем для визуализации нейромедиаторов и экспресс-мониторинга живых клеточных структур без предварительной подготовки их проб к анализу.

Предложена флуоресцентная индикаторная система и разработаны методики определения пероксидов различного строения на основе образования флуоресцирующих комплексов {Eu(III)-тетрациклин-пероксид} в 96-луночном планшете. В зависимости от цели анализа, условий проведения реакции (наличия органического растворителя или ингибитора

каталазы), эту систему можно использовать либо для определения общего содержания органических пероксидов (пероксидов мочевины и кумола, 2-бутанонпероксида, трет-бутилгидропероксида), либо для селективного определения пероксида водорода. Разработанные методики применены для определения общего содержания пероксидов в плазме крови мышей в среде вода-ацетон, а также для селективного определения пероксида водорода в водной среде при ингибировании каталазы триазидом натрия в плазме крови и в фолликулярной жидкости человека. Методики позволяют одновременно анализировать до 20 образцов в течение 30 мин без предварительной подготовки проб.

Предложена принципиально новая индикаторная сенсорная система для молекулярного узнавания определенных последовательностей нуклеиновых кислот на примере обнаружения мутаций в промоторе гена каталитической субъединицы теломеразы человека. Изучена возможность использования спектроскопии ГКР для обнаружения определенных последовательностей нуклеиновых кислот и усиления сигнала от малых количеств последовательности TERT-промотора за счет структурирования поверхности наночастиц серебра с использованием ДНК и ГКР-активной модификации нуклеиновых кислот. Создана модельная система, использующая принципы ДНК-самособирающихся структур, которая позволила определить зависимость усиления сигнала от структурной организации поверхности и используемой ГКР-активной ковалентной модификации олигонуклеотидов. Определено расстояние между поверхностью наночастиц серебра и ГКР-активными соединениями (красители Cu_3 , R6G), необходимое для усиления детектируемого сигнала. Экспериментально показано, что разрабатываемый метод может быть сопоставимым по чувствительности с ПЦР.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Шеховцова Т.Н., tnsheckh@yandex.ru ; Веселова И.А. irina.veselova@mail.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория биоаналитических методов и оптических сенсорных систем |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие спектроскопические методы. Методы колебательной спектроскопии |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Продолжено развитие метода «отпечатков пальцев», основанного на добавлении к изучаемому объекту флуорофоров разной природы и регистрации спектра их эмиссии («флуоресцентный язык» или «глаз») и применимого в случаях, когда анализируемые образцы слабо флуоресцируют, или собственная флуоресценция не фиксируется имеющимся оборудованием, или дискриминирование образцов по собственной флуоресценции недостаточное. Предложено использовать число взаимных пересечений доверительных эллипсов на графиках счетов метода главных компонент как меру качества дискриминирования объектов и, соответственно, меру эффективности флуорофоров или их смесей; число пересечений коррелирует с общей чувствительностью и числом разделенных групп и, в отличие от стандартных приемов, не требует использования тестового набора данных и программного обеспечения. Сформулированы практические рекомендации по выполнению анализа объектов различных типов флуориметрическим методом отпечатков пальцев, включающие выбор между традиционным методом и методом с добавками флуорофоров, выбор флуорофора, описание способа получения цифровых фотографий и обработки данных. Предложен способ дискриминирования виски с помощью только одного, причём коммерчески доступного, флуорофора ($\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$) на примере 16 образцов (полное разделение). Предложен способ классификации мёдов с помощью $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$ и тиазолового оранжевого в присутствии дезоксирибонуклеиновой кислоты на примере 36 образцов (дискриминация на 14 групп).

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Беклемишев М.К., beklem@inbox.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория биоаналитических методов и оптических систем |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие спектроскопические методы. Хеометрика |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Рассмотрен способ определения концентраций компонентов в растворах смесей двух электролитов с одним общим ионом. Использовали метод оптической микрометрии, измеряя степень набухания гранул сшитого поливинилового спирта в анализируемом растворе. Для определения концентрации последовательно разбавляли анализируемый раствор и получали набор значений степени набухания полимера, по которым после

обработки строили общий градуировочный график для данной смеси. Концентрации компонентов раствора находили методом наименьших квадратов, программная реализация которого основана на методе поординатного спуска.

Авторы: Иванов А.В., sandro-i@yandex.ru
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии
Город: Москва
Методы: Другие спектроскопические методы. Химические сенсоры (без электрохимических)
Объекты:

Методом спектроскопии диффузного отражения изучены сенсорные органические матрицы на основе фотонных кристаллов из полистирольных субмикронных частиц, закрытых слоем полидиметилсилоксана. Проведено сравнение спектральных характеристик, полученных на приборах с различной геометрией измерения. Выбраны условия для получения максимально информативного аналитического сигнала сенсорных матриц на основе фотонных кристаллов. В предложенных условиях проведено сравнение кинетических различий при воздействии неполярных органических растворителей (толуола и о-ксилола) на сенсорную матрицу(1).

Предложены способы синтеза метаматериалов "полимерный гидрогель-металл" на основе поливинилового спирта и частиц восстановленных Cu, Ag, Co, Fe (или магнетита Fe_3O_4), включающие стадию химического или термического восстановления, либо химического осаждения. Изучено влияние условий синтеза на размеры частиц металлов или оксидов и на регулярность распределения частиц внутри полимера. Синтезированные в различных условиях образцы композиционных материалов охарактеризованы неdestructивными методами рентгенофлуоресцентного и рентгенофазового анализа. С помощью рентгенофазового анализа обнаружено, что при термическом восстановлении Cu, Co и Fe в композите присутствует значительное количество их оксидов. Найдены оптимальные условия получения метаматериала "поливиниловый спирт – магнетит"(2).

Авторы: Иванов А.В., sandro-i@yandex.ru, Большаков Е.С., Апяри В.В., Козлов А.А., Горбунова М.В., Абдуллаев С.Д.;
Иванов А.В. sandro-i@yandex.ru, Ферапонтов Н.Б.,

| | |
|--------------|--|
| Организация: | Гагарин А.Н., Алов Н.В., Смирнова М.А., Тиханова О.А. МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие спектроскопические методы. Химические сенсоры (без электрохимических) |
| Объекты: | |

Традиционная обработка мессбауэровских спектров предполагает их разложение на мультиплеты, соответствующие отдельным неэквивалентным состояниям резонансного атома. Если число спектров велико (например, при исследованиях кинетических процессов, коррозии или фазовых переходов), эта процедура становится в значительной степени трудоемкой. Кроме того, такая традиционная обработка данных предполагает задание числа мультиплетов и их начальных параметров, от которых в значительной степени зависят результаты окончательной обработки, что может привести к субъективности получаемых результатов. Многомерное разрешение кривых (MCR) - это хемометрический метод, позволяющий, при выполнении определенных условий, разрешать сложные перекрывающиеся сигналы с целью извлечения из спектров отдельных компонентов и их концентрационных профилей. В этом отношении применение MCR для разложения серии мессбауэровских спектров позволит автоматизировать их математическую обработку. Была изучена возможность применения метода MCR-ALS для обработки мессбауэровских спектров. Подход был апробирован на модельных мессбауэровских спектрах, спектрах, полученных при исследовании процесса формирования феррита иттрия и спектрах продуктов коррозии трубы прямого парогенератора энергетической установки.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Семенов В.Г., val_sem@mail.ru ; Панчук В.В., vitpan@mail.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Другие спектроскопические методы; Хемометрика, математизация химического анализа |
| Объекты: | |

Исследованы люминесцентные свойства пищевых добавок хинина (вкусоароматическая добавка) и индигокармина (синтетический пищевой краситель) в модельных средах. Определена природа сигнала люминесценции исследуемых веществ. Показано, что для хинина в 0,01 М серной кислоте характерен процесс фосфоресценции. Для индигокармина в 1,0 М гидроксиде натрия характерен процесс флуоресценции. Оценено мешающее влияние сопутствующих компонентов пищевой и фармацевтической матрицы, а также мешающее влияние синтетических и натуральных пищевых красителей на аналитический сигнал хинина и индигокармина. Разработана флуориметрическая методика определения хинина в продукции пищевой и фармацевтической промышленности. Разработан новый подход к флуориметрическому определению индигокармина в пищевых продуктах и лекарственных препаратах по сигналу люминесценции его лейкосоединения в щелочи. Рассчитаны основные метрологические характеристики разрабатываемых методик. Проведены сравнительные определения хинина и индигокармина в пищевых продуктах и фармацевтических препаратах с использованием разработанной методики и независимых методик: спектрофотометрической для хинина и высокоэффективной жидкостной хроматографии для индигокармина.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Николаева А.А., Короткова Е.И., eikor@mail.ru |
| Организация: | Национальный исследовательский Томский политехнический университет, кафедра химической инженерии |
| Город: | Томск |
| Методы: | Другие спектроскопические методы |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Продолжены исследования взаимосвязи «состав – структура – свойства» люминесцирующих композиций на основе фторсодержащих оксидов иттрия и алюминия, активированных ионами лантаноидов, а также наноразмерных структур «ядро/оболочка» и «ядро/оболочка/оболочка», формируемых сульфидами группы А(II)В(VI), легированных лантаноидами в оптически прозрачных полиакрилатных матрицах.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Темерев С.В., temerev@mail.ru |
| Организация: | Алтайский государственный университет |
| Город: | Барнаул |

Методы: Люминесцентный анализ
Объекты:

Флуориметрическим методом исследовано влияние катионных, анионных и неионных мицелл ПАВ на комплексообразование морина и кверцетина с алюминием. Установлено, что мицеллы ЦТАБ уменьшают, а ТХ-100 не изменяют интенсивность флуоресценции хелата алюминия с кверцетином и морином, а мицеллы додецилсульфата натрия (ДДС) увеличивают её практически в 4 раза. Относительный квантовый выход флуоресценции комплекса морина с алюминием в присутствии ДДС составил 0.374. Установлено, что наибольший сигнал интенсивности кверцетина и морина наблюдается при концентрации $C_{Al^{3+}} = 1.1 \cdot 10^{-4}$ М, $C_{ДДС} = 5 \cdot 10^{-3}$ М через 10 мин после смешивания для морина и спустя 3 мин для кверцетина. Градуировочный график определения морина линеен в интервале $1.8 \cdot 10^{-9}$ - $2 \cdot 10^{-8}$ М, $R_2 = 0.996$, предел обнаружения составил $6 \cdot 10^{-10}$ М, предел определения $1.8 \cdot 10^{-9}$ М. Градуировочный график для определения кверцетина линеен в интервале $2 \cdot 10^{-9}$ - $6 \cdot 10^{-8}$ М, $R_2 = 0.9998$, предел обнаружения составил $8.3 \cdot 10^{-10}$ М, предел определения $2.5 \cdot 10^{-9}$ М. Методика применима для селективного определения морина в присутствии других флавоноидов.

Авторы: Штыков С.Н. shtykovsn@mail.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Другие спектроскопические методы
Объекты: Биологические объекты

Масс-спектрометрические и родственные им методы

Исследованы проблемы выявления и учета спектральных и несектральных помех, возникающих при определении широкого круга элементов в биологических и фармацевтических образцах методом МС-ИСП.

Изучены особенности влияния матричных компонентов на правильность результатов анализа биологических жидкостей и лекарственных средств с использованием квадрупольного масс-спектрометра AGILENT 7500с. Установлены процессы, оказывающие наибольшее влияние на подавление аналитического сигнала. Определены основные операционные параметры, ответственные за минимизацию исследуемых неспектральных помех. Изучены различные варианты метода внутреннего стандарта, позволяющего снижать влияние состава образца на результаты определения. Установлена прямая взаимосвязь между различными режимами работы прибора и критериями выбора внутреннего стандарта. Предложены комбинированные подходы к полному устранению неспектральных помех при использовании внешней градуировки. Предложен метод снижения кислотности анализируемого раствора путем сорбционного разделения определяемых элементов и кислоты.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Большов М.А., mbolshov@mail.ru , Серегина И.Ф., Филатова Д.Г., Ланская С.Ю |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектроскопических методов анализа |
| Город: | Москва |
| Методы: | Масс-спектрометрические и родственные им методы |
| Объекты | Биологически е и фармацевтические объекты |

Проведено систематическое изучение сорбционных систем для группового обратимого извлечения Ru, Rh, Pd, Ir, Pt и их последующего определения методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Выбраны сорбционные системы для концентрирования этих металлов из растворов, полученных после разложения горных пород. Предложен проточно-инжекционный способ ввода высокосолевых и органических растворов в масс-спектрометр. Исследованы возможные спектральные и неспектральные влияния и выбраны условия определения Ru, Rh, Pd, Ir и Pt в полученных концентратах.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Большов М.А., mbolshov@mail.ru |
| Организация: | Институт спектроскопии РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Масс-спектрометрические и родственные им методы. |

Определена концентрация и изотопный состав окисленной и восстановленной форм рассеянного общего углерода в образцах изменённых базальтов океанической коры разного возраста методами масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и изотопной масс-спектрометрии. Показано, что (1) восстановленный углерод образуется на начальных этапах формирования базальтовой океанической коры при сравнительно высоких температурах, что (2) возможными механизмами, обеспечивающими наблюдаемые для восстановленного углерода значения $\delta^{13}\text{C}$ (-22 ‰), могут являться процесс Фишера-Тропша (абиогенный органический синтез) и реакция Будуара ($2\text{CO} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{C}$), ведущая к выделению элементного углерода (графита) на поверхности новообразованных минералов. Разработанный подход и методики определения общего содержания углерода, его окисленной и восстановленной форм, изотопного состава могут быть использованы при исследовании состояния углерода в твердых телах различного состава и происхождения.

Авторы: Колотов В.П., kolotov@geokhi.ru
Организация: Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов
Город: Москва
Методы: Масс-спектрометрические и родственные им методы.

низких содержаний серосодержащих органических соединений, основанный на лазерно индуцированной десорбции/ионизации с переносом электрона. В рамках способа аналиты переводят в комплексные соединения путем взаимодействия с переходными металлами, полученные комплексные соединения наносят на специально приготовленную твердотельную подложку. Затем на подложку воздействуют импульсным лазерным излучением, которое индуцирует процессы ионизации комплексов и десорбции образовавшихся молекулярных ионов. Ионы детектируются в масс-анализаторе. Разработанный способ отличается высокой чувствительностью, селективностью и экспрессностью анализа. Способ апробирован для определения пестицидов группы тиурамдисульфидов в природных водах и пищевых продуктах.

Авторы: Гречников А.А. agrech@bk.ru
Организация: Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория инструментальных методов и органических реагентов
Город: Москва
Методы: Масс-спектрометрические и родственные им методы
Объекты: Органические соединения

Хроматографические и родственные им методы

Газовая хроматография

Сопоставлена эффективность различных углеродных сорбентов при концентрировании легколетучих органических веществ из потока влажного воздуха для их последующего газохроматографического определения. Предложена гибридная схема экспрессного анализа, включающая сорбционное концентрирование аналитов на выбранном композиционном угольно-фторопластовом сорбенте, их одностадийную термодесорбцию в испарителе хроматографа с капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным детектором. Предложенная схема позволяет за 5–10 мин определять низшие спирты и кетоны в воздухе, насыщенном водяным паром, с нижними границами диапазона определяемых концентраций на уровне нескольких мкг/м³.

Авторы: Родинков О.В. o.rodinkov@spbu.ru
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Газовая хроматография
Объекты: Органические вещества

С современных позиций проанализированы проявления эффектов дискриминации состава проб при их дозировании в капиллярные колонки с делением потока. Выявлены условия их минимизации и предложен способ компенсации таких эффектов.

Предложено объяснение аномального газохроматографического поведения производных простейших аминокислот (инверсия порядка элюирования) (совместно с Национальным институтом стандартов и технологии, Гайтерсбург, США).

В составе примесей технического этилового спирта идентифицированы два ранее не принимавшихся во внимание компонента: диэтилацеталь формальдегида и винилэтиловый эфир.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Зенкевич И.Г.; izenkevich@yandex.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; кафедра радиохимии, лаборатория газовой хроматографии, лаборатория ионометрии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Газовая хроматография |
| Объекты | Органические вещества |

Созданы физико-химические основы динамического способа нанесения неподвижных фаз (НФ) при приготовлении высокоэффективных поликапиллярных колонок (ПКК) путем проталкивания короткой пробки раствора НФ по поликапилляру. Коррелированность загрузки НФ в поликапилляры обеспечивается оптимизацией оригинального выражения степени загрузки от величины отношения конечной длины пробки раствора к её начальной длине. Для иммобилизации и образования неэкстрагируемых НФ применена золь-гель технология нанесения полисилоксанов PS 347.5 и SE-54. Режимы нанесения обеспечивают получение ПКК с неэкстрагируемыми НФ со степенью иммобилизации более 86%, повышенной термостойкостью и пониженным уровнем фона.

Предложена оригинальная схема и создано специальное устройство автоматизированного термического ввода пробы ароматических углеводородов с пассивных концентраторов в поликапиллярную колонку. Применена газодинамическая изоляция камеры ввода и поликапиллярной колонки во время нагрева концентратора и анализа пробы. Определено оптимальное время нагрева концентратора и время ввода пробы. Технологии ввода пробы и приготовления ПКК применены в портативном газовом хроматографе ЭХО-ФИД для геохимического поиска залежей нефти и газа с анализом геопроб по ароматическим углеводородам в поле во

время геохимической съёмки. Прибор испытан на месторождениях углеводородов в Ямало-Ненецком АО.

Науменко И.И., Ефименко А.П. «Нанесение неполярных силиконовых неподвижных фаз на поликапиллярные колонки с использованием золь-гель метода», Сорбционные и хроматографические процессы. 2019, № 6. С.663-672. (РИНЦ).

В.М.Грузнов, М.Н.Балдин, А.О.Мальшева. Ввод пробы ароматических соединений с концентраторов в поликапиллярную колонку методом термической десорбции// Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 3. С. 370-376. DOI: [10.15826/analitika.2019.23.3.003](https://doi.org/10.15826/analitika.2019.23.3.003) (IF 0.540, Q4).

Авторы: Грузнов В.М., Gruznovvm@ipgg.sbras.ru
Организация: Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН
Город: Новосибирск
Методы: Газовая хроматография

Исучен качественный и количественный состав углеводородов, содержащихся в липидных фракциях массовых видов фитопланктона исследуемой водной экосистемы. Состав углеводородов, выделенных из разных видов фитопланктона, характеризуется для диатомовых (*Chaetoceros curvisetus* Cleve, *Phaeodactylum tricornutum*) и динофитовых (*Prorocentrum cordatum* (Ostenf.)) водорослей преобладанием C_{21} и наличием гомологического ряда с максимумами C_{29} и C_{31} , зеленых (*Tetraselmis*) и сине-зеленых (*Synechococcus* sp. (BS 9001), *Spirulina platensis*) водорослей - преобладанием нечетных n-алканов C_{17} , C_{21} , C_{25} . В 1 мг фитопланктона концентрация углеводородов варьирует от 0,004 мг до 0,007 мг.

Авторы: Темердашев З.А. temza@kubsu.ru
Организация: Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Газовая хроматография
Объекты: Биологические объекты

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

На примере тетрафенилолова (ТеФО) разработан и апробирован новый способ выделения и концентрирования токсичных металлоорганических соединений из почв. Он заключается в концентрировании целевого компонента в органическом слое, образующемся после расслаивания микроэмульсии (МЭ), с последующим определением ТеФО методом обращенно-фазовой ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектированием. Изучена зависимость коэффициента концентрирования ТеФО в органическом слое, образующемся после расслаивания МЭ, от состава МЭ. Установлено, что при использовании МЭ состава додецилсульфат натрия – *n*-гексан – *n*-бутанол – вода (3 : 1.5 : 6 : 89.5, % по объему), коэффициент концентрирования максимален и равен 10. Предел обнаружения ТеФО составляет 0.1 нг/мл.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Пирогов А.В. pirogov@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии. лаборатория хроматографии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография |
| Объекты | Объекты окружающей среды: почвы |

¹Получен новый сорбент для ВЭЖХ на основе сополимера стирол-дивинилбензола, модифицированного наночастицами золота, стабилизированными липоевой кислотой с привитым лизином, и изучены его физико-химические и хроматографические свойства. Исследовано удерживание профенов и β -блокаторов на полученном сорбенте в зависимости от состава подвижной фазы. Установлено, что для профенов преобладает обращенно-фазовый механизм удерживания, в то время как для β -блокаторов комплексный.

²Предложена методика получения силикагеля, адсорбционно модифицированного наночастицами золота, стабилизированными эремомицином. Установлено, что синтезированный сорбент обладает высокой энантиоселективностью по отношению к аминокислотам, особенно триптофану, фенилаланину и 4-хлорфенилаланину.

| | |
|---------|---|
| Авторы: | ¹ Просунцова Д.С., Ананьева И.А., Плодехин А.Ю., Шпигун О.А. irishan@mail.ru ; ² Голубова А.Д., Шаповалова Е.Н., Ананьева И.А., |
|---------|---|

| | |
|--------------|---|
| Организация: | Шпигун О.А. irishan@mail.ru ; МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография |
| Объекты | Органические соединения |

¹Предложен новый способ ковалентного модифицирования 3-аминопропилсиликагеля полярными фрагментами с использованием мультикомпонентной реакции Уги. Синтезированы новые сорбенты для гидрофильной хроматографии (ГИХ), различающиеся структурой и гидрофильностью кислоты в функциональном слое, а также с его пространственным удалением от поверхности матрицы с помощью спейсера — 1,4-бутандиолдиглицидилового эфира. Введение гидроксидных и амидных групп в функциональный слой сорбентов привело к существенному возрастанию их гидрофильности по сравнению с матрицей, что позволило увеличить селективность по модельным анализам и разделить 9 сахаров менее чем за 18 мин с эффективностью до 25000 тт/м, 12 органических кислот за 12 мин с эффективностью до 45000 тт/м, а также 7 водорастворимых витаминов - до 55000 тт/м. Показана применимость полученных сорбентов к анализу реальных объектов на примере сладких напитков, вина и БАД.

²Получены две серии сорбентов на основе полистирол-дивинилбензола (ПС-ДВБ) и 3-аминопропилсиликагеля с различной степенью удаленности функционального слоя от поверхности матрицы за счет варьирования длины спейсера, что позволило экранировать гидрофобную поверхность ПС-ДВБ. Подобраны оптимальные условия эффективного разделения модельных смесей сахаров и водорастворимых витаминов путем варьирования рН, концентрации и типа буферного раствора в подвижной фазе. Новый высокоэффективный сорбент для ГИХ на основе полимерной матрицы ПС-ДВБ успешно применен для определения витаминов в БАД, устойчив в широком диапазоне рН и по эффективности не уступает традиционным неподвижным фазам на основе силикагеля, что может способствовать созданию нового поколения гидрофильных сорбентов.

³Синтезирован и охарактеризован с помощью теста Танака новый цвиттер-ионный сорбент для гидрофильной хроматографии путем ковалентного модифицирования 3-аминопропилсиликагеля аспарагиновой кислотой с помощью линкера. Полученный сорбент продемонстрировал наибольшие времена удерживания и селективность по сахарам среди цвиттер-ионных неподвижных фаз, полученных ранее, в том числе с глицином и таурином. Новый сорбент применен для количественного определения сахаров во фруктовых соках, винах, ликерах и коньяках.

⁴Разработаны новые подходы к синтезу высокоселективных и высокоэффективных гиперразветвленных анионообменников для ионной хроматографии с ковалентно закрепленными функциональными слоями. Предложены варианты управления селективностью таких анионообменников и повышения их разделяющей способности по отношению к низкомолекулярным органическим кислотам за счет введения в структуру гиперразветвленных слоев аминокислот, аминоспиртов, а также моно- и диаминов различной структуры. Новые анионообменники использованы для определения профилей органических кислот в сложных объектах – фруктовых соках, винах, пиве и газированных напитках – методом безреагентной ионной хроматографии в варианте градиентного элюирования гидроксидом калия.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | ¹ Чернобровкина А.В., Av.chernobrovkina@gmail.com ; Чикурова Н.Ю., Смоленков А.Д. , Шпигун О.А.; ² Чернобровкина А.В. Av.chernobrovkina@gmail.com ; Попов А.С., Затираха А.В., Смоленков А.Д. , Шпигун О.А.; ³ Чернобровкина А.В., Коваленко И.В., Смоленков А.Д. , Шпигун О.А.; ⁴ Затираха А.В. a-zatirakha@yandex.ru ; , Ужель А.С., Горбовская А.В., Смоленков А.Д., Шпигун О.А. |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография |
| Объекты | Пищевые продукты. Фармацевтические препараты |

Предложен вариант совместного определения золедроновой кислоты (*препарат, применяемый при лечении остеопороза*) и креатинина (*диагностический маркер возможного нарушения работы почек, вызванного лекарственной терапией с участием золедроновой кислоты*) методом гидрофильной хроматографии (HILIC): 5 мМ фосфатный буфер, 2 мМ винной кислоты (рН 7.0)/CH₃CN, градиентный режим 90-70% CH₃CN. Предложены различные варианты формирования режима гидрофильной хроматографии (HILIC) с участием ионогенных модификаторов стационарных фаз (имидазолиевых ионных жидкостей и дендритных полимеров с олигосахаридной оболочкой) в вариантах колоночной (ВЭЖХ) и тонкослойной (ВЭТСХ) жидкостной хроматографии с выявлением их аналитических возможностей для определения высокополярных лекарственных препаратов.

Найдены условия селективного разделения полифенолов и кофеина методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым (ОФ ВЭЖХ УФ) и хромато-масс-спектрометрическим детектированием (ОФ ВЭЖХ МС). По разработанной методике получены хроматографические профили 42 образцов зеленого чая, включая 12 селекционных, предоставленных Институтом цветоводства и субтропических культур г. Сочи. Проведена хемометрическая обработка характеристических профилей полифенолов методом главных компонент. Выявлены основные компоненты, влияющие на различия между образцами селекционного зеленого чая.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Карцова Л.А., kartsova@gmail.com |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра органической химии, лаборатория хроматографии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; ТСХ |
| Объекты | Медицинские объекты. Пищевые продукты |

Предложены способы определения полифенольных веществ в растительных объектах методом ОФ ВЭЖХ и способ определения антоцианов при предварительном выделении и концентрировании на мезопористых аналогах МСМ-41. Предложены способы сорбционного выделения и концентрирования полифенольных веществ в динамических

условиях на картриджах, заполненных мезопористыми аналогами МСМ-41, при их экстракции из различных сортов чая.

Авторы: Карпов С.И., karsiv@mail.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Сорбционные методы
Объекты: Пищевые продукты

Предложен быстрый метод ВЭЖХ определения скополетина в листьях вейгелы. Метод базируется на одностадийной пробоподготовке с помощью экстракционного вымораживания в условиях действия поля центробежных сил.

Bekhterev V.N., Malyarovskaya V.I. Rapid HPLC method of scopoletine determination in Weigela leaves based on one-step sample preparation by extractive freezing-out // Mendeleev Communications. 2019. vol. 29. P. 592-594. DOI: [10.1016/j.mencom.2019.09.039](https://doi.org/10.1016/j.mencom.2019.09.039) (IF 2.010, Q2)

Авторы: Бехтерев В.Н. vic-bekhterev@yandex.ru
Организация: Сочинский государственный университет, инженерно-экологический факультет, кафедра АДЭ; Всероссийский научно-исследовательский институт цветоводства и субтропических культур, лаборатория биотехнологии.
Город: Сочи
Методы: Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография. Другие методы разделения и концентрирования
Объекты: Органические соединения

Предложен подход к определению стехиометрических соотношений элементов в комплексных соединениях и их смесях. Для оценки стехиометрических соотношений элементов в компонентах смесей, полученных в процессе синтеза комплексных полиоксометаллатов, были выбраны условия их разделения (состав подвижной фазы, режим и скорость элюирования) и параметры ИСП-АЭС-детектирования элементов (мощность плазмы, скорости потоков жидкости-разбавителя, распылительного,

вспомогательного и охлаждающего потока аргона). Для многокомпонентной смеси полиоксометаллатов, содержащей две формы $[\text{VNb}_{12}\text{O}_{40}\{\text{Ru}(\text{C}_6\text{H}_6)\}_4]^{7-}$ и $[\text{VNb}_{12}\text{O}_{40}\{\text{Ru}(\text{C}_6\text{H}_6)\}_3]^{9-}$, на хроматограмме в координатах «время - интенсивность аналитического сигнала» зарегистрированы два пика, для которых рассчитаны соотношения ниобия и рутения. Состав комплексов подтвержден методом ВЭЖХ-ЭСИ-МС. Полученные данные позволили рассчитать атомные соотношения W/Nb и Nb/Sb для каждого из компонентов раствора.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru |
| Организация: | Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, аналитическая лаборатория |
| Город: | Новосибирск |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография. |
| Объекты: | Органические соединения |

Разработана методика одновременного определения функциональных присадок (ионол, В 15/41, Д-157) в турбинном масле, включающая их извлечение двухстадийной твердофазной экстракцией и анализ экстракта методом обращено-фазовой ВЭЖХ. Оперативный контроль содержания присадок с использованием методики в процессе эксплуатации компрессорных станций позволит своевременно отследить динамику деградации турбинного масла за период его использования и сформулировать рекомендации по интервалам его замены в системе.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Темердашев З.А. temza@kubsu.ru |
| Организация: | Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Краснодар |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография, твердофазная экстракция. |
| Объекты: | Органические соединения |

Хромато-масс-спектрометрия

Разработан способ идентификации проливов различных типов углеводородных топлив в почве (ракетных керосинов марок РГ-1 и Т-1, авиационного керосина марки ТС-1 и дизельного топлива). В основу предложенного варианта идентификации входит предварительное разделение

основных компонентов методом газовой хроматографии и их масс-спектрометрическое детектирование, а также обработка полученных данных с помощью хемометрических методов анализа (метода главных компонент и дискриминационного анализа с помощью регрессии на латентные структуры). Разработанный способ успешно применен для типизации насыщенных фракции нефтей, имеющих различное происхождение.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Болотник Т.А. timab@tut.by |
| Организация: | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Газовая хроматография/масс-спектрометрия. Хемометрика |
| Объекты: | Органические соединения. Нефти |

Предложен и апробирован способ экстракционной пробоподготовки пиролизного масла, получаемого из отработанных автомобильных шин, при хроматографическом определении его компонентного и количественного состава. Способ основан на последовательном экстрагировании из гексанового раствора пиролизного масла содержащихся в нем соединений с помощью ряда селективных растворителей и реагентов с последующим выделением компонентов из экстрактов и их ГХ-МС анализом. Пиролизное масло может быть разделено на водорастворимые полярные вещества сравнительно небольшой молекулярной массы, в том числе органические кислоты и основания; водонерастворимые вещества с полярными функциональными группами в молекуле; многоядерные арены конденсированного строения; алифатические и нафтеновые углеводороды, не содержащие других классов органических соединений. Гексановый раствор пиролизного масла последовательно экстрагировали водой (с добавками минеральной кислоты и щелочи), этиленгликолем (с добавками минеральной кислоты и щелочи), диметилсульфоксидом, а затем обрабатывали олеумом. Хромато-распределительным методом установлено, что пиролизное масло содержит алифатические и непредельные углеводороды, производные бензола, нафталина, полициклические ароматические углеводороды, серо- и азотсодержащие органические соединения, фенолы и др. Показано, что предварительное экстракционное разделение компонентов пиролизного масла позволяет увеличить число идентифицированных компонентов и повысить достоверность ГХ-МС анализа.

Авторы: Пирогов А.В., Pirogov@analyt.chem.msu.ru;
Левкина В.В.
Организация: Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии
Город: Москва
Методы: Газовая хроматография/масс-спектрометрия
Объекты: Пиролизные масла

Предложен универсальный реагент для дериватизации полярных продуктов деструкции (маркеров) отравляющих веществ нервно-паралитического действия, позволяющий проводить их определение методами высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием и газовой хроматографии в комбинации с масс-спектрометрией высокого разрешения. В ходе исследования оптимизированы условия реакции дериватизации алкилфосфоновых и алкилметилфосфоновых кислот *n*-метоксифенацилбромидом, выявлены особенности и общие закономерности формирования MS1 и MS2 спектров производных, а также подобраны условия их хроматографического разделения двумя независимыми методами анализа. Достигнутые пределы обнаружения методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием находятся в диапазоне от 0.02 до 0.2 нг/мл, а методом газовой хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием высокого разрешения – в диапазоне от 10 до 50 нг/мл.

Авторы: Родин И.А., Байгильдиев Т.М. timurbaychem@yandex.ru
Организация: Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии
Город: Москва
Методы: Газовая хроматография. ВЭЖХ. Хромато-масс-спектрометрия
Объекты: Отравляющие вещества

Разработан способ определения алифатических углеводородов и полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в донных отложениях методами газовой хроматографии-масс-спектрометрии и ВЭЖХ

со спектрофлуориметрическим детектированием соответственно. Изучены различные способы извлечения ПАУ из твердого образца: экстракция органическими растворителями при механическом перемешивании, ультразвуковой обработке и в аппарате Сокслета. Предложенный вариант подготовки проб позволяет определить из одного образца две группы компонентов нефтепродуктов и тем самым расширить возможности установления происхождения углеводородного загрязнения водного объекта.

Котова В.Е., Андреев Ю.А., Черновьянц М.С. Сравнительное исследование способов подготовки проб донных отложений при определении компонентов нефтепродуктов хроматографическими методами. // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74. № 8. С. 595-605. (IF 0.940, Q4)

Котова В.Е., Андреев Ю.А. Изучение условий извлечения ПАУ из донных отложений при определении методом ВЭЖХ со спектрофлуориметрическим детектированием // Сорбционные и хроматографические процессы. 2019. Т. 19. № 4. С. 916-926.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Черновьянц М. С. chernov@sfedu.ru ; Колесникова Т. С. |
| Организация: | Южный федеральный университет, кафедра аналитической химии, ФГБУ «Гидрохимический институт» |
| Город: | Ростов-на-Дону |
| Методы: | Газовая хроматография/масс-спектрометрия; ВЭЖХ |
| Объекты: | Органические соединения в природных водах и донных отложениях |

Для разделения гидрофильных фосфорорганических веществ на пористом графитированном углеродном сорбенте Нуресcarb предложен оригинальный ступенчатый градиентный режим элюирования, включающий промывку хроматографической колонки деионизованной водой перед инжектированием и дальнейшее разделение аналитов раствором муравьиной кислоты. Предложенный прием обеспечивает увеличение времен удерживания всех слабоудерживаемых аналитов, разделение близких по структуре и свойствам вещества, таких как изомеры изопропил-, н-пропил- и этилметил- фосфоновых кислот, а также улучшение симметрии пиков на хроматограммах. С использованием предложенного приема разработаны способы экспрессного ВЭЖХ-МС определения (без концентрирования) алкилфосфоновых, О-алкилметилфосфоновых кислот, глифосата, аминометилфосфоновой кислоты и глюфосината в водных растворах и

природных водах. Показано, что разработанные способы позволяют определять выбранные аналиты на уровне 3–30 нг/мл при использовании моноквадрупольного масс-спектрометра и 0,05–0,25 нг/мл при использовании трехквадрупольного масс-спектрометра.

Разработаны способы высокочувствительного сорбционно-ВЭЖХ-МС определения фосфорорганических аналитов (алкилфосфоновых кислот (АРА), О-алкилалкилфосфоновых кислот (АлкМРА), глифосата, (G1), глюфосината (G2, а также аминометилфосфоновой кислоты (АМРА)) в природных водах и растительном масле с пределами обнаружения 0,10–0,22 (АРА), 0,04–0,11 (АлкМРА), 0,06–0,29 (G1, G2 и АМРА) нг/мл при использовании в качестве детектора моноквадрупольного масс-спектрометра. Правильность определения добавок аналитов подтверждена анализом талой и речной воды, а также растительного масла.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Цизин Г.И., Статкус М.А. tsisin@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография. Масс-спектрометрия |
| Объекты | Отравляющие вещества |

Предложен способ установления наличия в плазме крови человека следовых количеств аддуктов изопропилметилфосфоновой (ИМРА) и циклогексилметилфосфоновой (СМРА) кислот с трипептидом (Тур-Thr-Lys), являющихся биомаркерами воздействия на организм зарина и циклозарина. Способ основан на трипсинолизе плазмы с образованием устойчивых аддуктов ИМРА-Тур-Thr-Lys и СМРА-Тур-Thr-Lys и детектирования их методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с tandemным масс-спектрометрическим детектированием (МС/МС) высокого разрешения. Выполнена оптимизация условий пробоподготовки образцов плазмы крови, экспонированных заринном и циклозаринном: выбор объема аликвоты; условий проведения ферментативного гидролиза; масс-спектрометрического детектирования (выбор оптимальных пар ионных реакций, режимов детектирования), а также программы градиентного элюирования при разделении анализируемой смеси методом ВЭЖХ. Предел обнаружения зарина и циклозарина в плазме крови человека составил 5

нг/мл. Предложенный подход апробирован при анализе образцов плазмы крови, представленных для анализа в рамках Четвертого официального биомедицинского теста Организации по запрещению химического оружия (ОЗХО) и показал хорошую специфичность определения.

Разработан способ синтеза и выделения трипептидных (Tyr-Thr-Lys) аддуктов О-изопропилметилфосфоновой и О-изопропилдейтеро-метилфосфоновой кислот, предназначенных для использования в качестве образцов сравнения при анализе плазмы крови пациентов, предположительно подвергшихся экспонированию ингибиторами ацетилхолинэстеразы. Определены и оптимизированы условия хроматографического разделения и очистки полупродуктов синтеза, что позволяет получить фосфорилированные аддукты высокой степени чистоты.

Для анализа проб мочи, полученных в ходе упомянутого биомедицинского теста, был разработан способ определения широкого круга низкомолекулярных маркеров применения фосфорорганических нервно-паралитических отравляющих веществ (НПОВ) – высокополярных алкилфосфоновых кислот (АФК) и менее полярных алкилметилфосфоновых кислот (АМФК). Высококчувствительное определение маркеров НПОВ в моче проводили методом анионообменной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием. Для повышения точности количественного анализа и снижения погрешности стадии пробоподготовки применяли дейтерированные внутренние стандарты определяемых соединений. Хроматографическое разделение проводили, используя анионообменник на основе сополимера стирола и дивинилбензола с высокой степенью сшивки и ковалентно привитыми четвертичными аммониевыми функциональными группами. В результате изучения удерживания аналитов на предложенном анионообменнике было обнаружено, что АФК удерживаются за счет ионообменных взаимодействий, а АМФК за счет гидрофобных. Таким образом, возможность функционирования предложенной неподвижной фазы одновременно в двух режимах разделения позволила провести совместное определение как высокополярных соединений, так и соединений с гидрофобными фрагментами. Разработанная процедура пробоподготовки с применением анионообменных картриджей для твердофазной экстракции позволила достичь высоких степеней извлечения аналитов (>81%), а также идеально сочеталась с последующим хроматографическим разделением. Масс-спектрометрическое детектирование проводили в режиме мониторинга

выбранных реакций в условиях ИЭР. Достигнутые пределы обнаружения определяемых соединений лежали в диапазоне от 0.3 до 5 нг/мл. Градуировочные графики линейны вплоть до 500 нг/мл. Линейность была проверена тестом Манделя. Разработанная процедура прошла валидацию на двух различных ВЭЖХ-МС/МС системах для проверки ее надежности. Прецизионность внутри одного дня и между днями, выраженная через относительное стандартное отклонение, не превышала 10 и 14% соответственно. Разработанную процедуру применили к образцам мочи, полученным в ходе Четвертого биомедицинского теста.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Родин И.А., Байгильдиев Т.М. timurbaychem@yandex.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография. Хромато-масс-спектрометрия |
| Объекты | Отравляющие вещества в медицинских объектах |

Разработаны подходы к выявлению фактов фальсификации документа путем его искусственного состаривания длительным воздействием на него повышенных температур и ультрафиолетового излучения. Выявлены изменения, происходящие с красителями, входящими в состав паст шариковых ручек синего цвета, с течением времени под воздействием повышенных температур, а также проведено сравнение результатов с данными, полученными при воздействии на штрихи УФ-излучения. Оценены возможности хроматомасс-спектрометрического обнаружения изменений в составе паст шариковых ручек BIC Original, Corvina 51 и Pilot под воздействием повышенных температур и УФ-излучения. Получены кривые искусственного старения красителей трех различных паст от времени воздействия УФ-излучения при 365 нм и нагревания при 100, 130 и 150 °С. Проведено сравнение процессов деградации красителей при воздействии на штрихи УФ-излучения и термического воздействия. Показано, что наиболее щадящим является выдерживание образцов при температуре 100 °С до 36 часов.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Родин И.А., Байгильдиева Д.И. ahdishal705@gmail.com |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс- |

| | |
|---------|---|
| | спектрометрии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография. Хромато-масс-спектрометрия |
| Объекты | Органические соединения |

С использованием метода высокоэффективной жидкостной хромато-масс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС) разработан подход к определению тритерпеновых гликозидов в экстрактах из женьшеня. Повышение селективности по сравнению с методиками ВЭЖХ, используемыми для стандартизации экстрактов из растительного сырья, позволило одновременно регистрировать хроматографические пики и определять содержания 23 основных и минорных гинсенозидов. Разработанный подход был опробован при стандартизации референтных экстрактов из корней азиатского (*P. ginseng*) и американского (*P. quinquefolius*) женьшеней. Для некоторых гинсенозидов заявленные производителем содержания не соответствовали реальным, для остальных определенные концентрации оказались близки к заявленным; кроме того, удалось расширить круг контролируемых гинсенозидов, которые могут быть учтены при медицинском применении таких экстрактов.

Разработан метод разделения экстракта бурых водорослей на сорбенте Сефадекс LH-20, который позволяет получать различающиеся по молекулярным массам подфракции, характеризующиеся чистотой (содержание полифенолов) выше 90 %, при этом доля высокомолекулярных соединений составляет от 61 до 100%. Методом МАЛДИ-МС обнаружены соединения с массами вплоть до 1614 Да, что соответствует 13 флороглюциновым структурным единицам.

Изучено поведение фалькаринола в условиях ионизации электрораспылением и химической ионизации при атмосферном давлении в режиме регистрации положительных ионов. Разработан способ определения фалькаринола в лекарственном растительном сырье и препаратах на его основе с использованием ВЭЖХ в сочетании с тандемной масс-спектрометрией высокого разрешения. Проведена апробация предложенного подхода при анализе коммерчески доступных образцов сухого растительного сырья и готовых экстрактов из корней растений семейства аралиевых (*Araliaceae*).

Авторы: Ставрианиди А.Н. stavrianidi.andrey@gmail.com
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии
Город: Москва
Методы: Хромато-масс-спектрометрия. Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография
Объекты: Биологические объекты

Проведено сравнение подходов к анализу конденсата выдыхаемого воздуха, основанных на лиофилизации образца с последующей дериватизацией и на микросорбционном концентрировании аналитов из аликвоты конденсата. Показано, что для выявления состава низкомолекулярных органических соединений желательнее использовать оба варианта пробоподготовки с последующим хроматомасс-спектрометрическим анализом.

Авторы: Ревельский А.И. sorbent@yandex.ru
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии
Город: Москва
Методы: Хромато-масс-спектрометрия
Объекты: Медицинские объекты

Предложен подход, позволяющий выявлять отсутствие соединения в базе данных масс-спектров. Показано, что известные программы (ACD/MS Fragmenter и Mass Frontier), позволяющие предсказывать возможные фрагментные ионы, обладают низкой эффективностью, поскольку для ряда соединений они объясняют менее 50% полного ионного тока и при этом генерируют избыточное число фрагментных ионов.

Авторы: Самохин А.С. andrey.s.samokhin@gmail.com
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии
Город: Москва
Методы: Хромато-масс-спектрометрия. Хеометрика, математизация химического анализа
Объекты:

Хромато-масс-спектрометрическая характеристика диалкилфосфатов, триалкилфосфитов и их структурных аналогов (алкилдихлорофосфатов, диалкилхлорофосфатов и их тиоаналогов, в том числе триалкилтиофосфатов) завершена сравнительным рассмотрением их свойств и особенностей использования гомологических инкрементов индексов удерживания для их групповой идентификации и решения специальных задач.

Рассмотрено моделирование процессов окисления пестицидов (на примере дифеноконазола) путем их электрохимического окисления. Установлен круг побочных процессов, обусловленных особенностями такого моделирования.

Идентифицированы продукты одной из наиболее известных цветных реакций в аналитической химии, а именно взаимодействия алкилфенолов с хлоридом железа (III). Показано, что образование олигомерных продуктов окисления обусловлено протеканием реакции через реакционноспособные интермедиаты – хинонметиды.

Авторы: Зенкевич И.Г., izenkevich@yandex.ru
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии, лаборатория ионометрии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Хромато-масс-спектрометрия; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография;
Объекты: Биологические и медицинские объекты; Органические соединения

Задача различения в тандемных масс-спектрах пептидов, характеризующихся одинаковой молекулярной массой остатков гомосерина и треонина, была решена на модельных синтетических пептидах, аналогах природных последовательностей. Для этого использовали метод ультрафиолетовой фотофрагментации холодных ионов с детекцией последних в ловушке высокого разрешения Orbitrap.

Авторы: Мошковский С.А., smosh@mail.ru
Организация: Российский национальный исследовательский медицинский университет им. Н.И. Пирогова, медико-биологический факультет, кафедра биохимии;

| | |
|----------|---|
| | ФИЦ химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, ИНЭПХФ им. В. Л. Тальрозе |
| Город: | Москва |
| Методы: | Хромато-масс-спектрометрия |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Предложен низкотемпературный экспресс-метод пробоподготовки, основанный на использовании экстракционного вымораживания в комбинации с центрифугированием пробы в качестве этапа предварительной подготовки биообъекта (печень, почки). Способ позволил значительно снизить «химический фон» эндогенных соэкстрактивных веществ и существенно улучшить условия ГХ-МС исследования, сократить расходы на химические реактивы.

Бехтерев В.Н., Гаврилова С.Н., Шипанов И.Н. Применение экстракционного вымораживания на этапе предварительной подготовки биопроб в ГХ-МС химико-токсикологическом анализе // Судебно-медицинская экспертиза. 2019. Т. 62(6). С.53-57 ([РИНЦ 0,616](#))

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бехтерев В.Н. vic-bekhterev@yandex.ru |
| Организация: | Сочинский государственный университет, инженерно-экологический факультет; Бюро судебно-медицинской экспертизы № 2 Минздрава Краснодарского края |
| Город: | Сочи |
| Методы: | Хромато-масс-спектрометрия; Другие методы разделения и концентрирования |
| Объекты: | Биологические и медицинские объекты |

Изучена возможность определения летучих органических соединений, содержащихся в выдыхаемом воздухе, путем их концентрирования в сорбционных трубках, двухстадийной термодесорбции и определения методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором на различных хроматографических колонках. Установлено, что оптимальным для концентрирования является сорбент Tenax TA, а наибольшая эффективность разделения достигается на колонке типа PLOT CP-Porabond-Q. Концентрирование аналитов без потерь достигнуто при пропуске через сорбент 0.5 л пробы со скоростью 200 мл/мин.

Предложена методика определения AICAR (5-аминоимидазол-4-карбоксамид-1-β-D-рибофуранозид, акадезин), являющегося агонистом

АМФ-активируемой протеинкиназы и запрещенного ВАДА в моче, которая включает очистку проб от матричных компонентов твердофазной экстракцией и определение аналита методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием с нагреваемым источником ионизации электрораспылением. Из-за эндогенной природы АICAR для его определения и оценки матричных эффектов применяли метод стандартных добавок. Предел обнаружения составил 5 нг/мл, градуировочные зависимости линейны в диапазоне 50–5000 нг/мл. Методика апробирована на реальных образцах.

Разработана методика определения некоторых рилизинг-пептидов гормона роста в моче с использованием ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией высокого разрешения и твердофазным концентрированием аналитов. Изучена возможность применения различных сорбентов для проведения твердофазной экстракции аналита.

Авторы: Темердашев А.З. temerdashevaz@gmail.com
Организация: Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Хромато-масс-спектрометрия
Объекты: Биологические и медицинские объекты

Тонкослойная хроматография

Проведен обзор методов планарной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием для анализа растворов низкомолекулярных соединений. Особое внимание уделено подготовке тонкослойных пластин, подходящих как для масс-спектрометрического обнаружения растворенных веществ непосредственно из тонкослойных пластин, так и для косвенного масс-спектрометрического обнаружения растворенных веществ после соскоба. Отмечено, что пластины с монолитными слоями являются относительно новыми для тонкослойной хроматографии, но они могут успешно сочетаться с масс-спектрометрической техникой. Получение монолитных слоев различной пористости и структуры на основе органических, неорганических и

композиционных материалов иллюстрируется вместе с примерами успешного разделения и обнаружения низкомолекулярных растворенных веществ с помощью масс-спектрометрии с лазерной десорбцией.

| | |
|-------------|---|
| Авторы | Канатьева А.Ю. kanatieva@ips.ac.ru ; Пирогов А.В. Pirogov@analyt.chem.msu.ru |
| Организация | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии |
| Город | Москва |
| Методы | Тонкослойная хроматография |
| Объекты | |

Систематизированы литературные данные об определении карнитина методом жидкостной хроматографии и использовании наночастиц для предварительного сорбционного концентрирования аналита при анализе фармацевтических препаратов. При определении карнитина в основном используют ВЭЖХ с ультрафиолетовым ($\lambda=198, 200, 210$ нм), рефрактометрическим, кондуктометрическим детектированием, а также ВЭЖХ в тандеме с масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС/МС) на обращенной фазе в подвижных фазах ацетонитрил-вода. Планарная хроматография для определения карнитина в реальных объектах практически не применялась. Проведено сравнительное определение карнитина методом восходящей ТСХ в водно-органических (пропанол-1, пропанол-2, бутанол-1, бутанол-2, ацетонитрил) и водно-мицеллярных (хлорид цетилпиридиния, бромид цетилтриметиламмония (кПАВ), додецилсульфат натрия (аПАВ) тритон X-100 (нПАВ)) подвижных фазах и установлено, что мицеллярные подвижные фазы на основе хлорида цетилпиридиния обеспечивают повышение чувствительности и параметров эффективности определения карнитина (величин N и H) в 2-3 раза. Выявлен оптимальный модификатор магнитных наночастиц на основе оксидов Fe(II) и Fe(III) для предварительного сорбционного концентрирования карнитина и проведена оптимизация этого процесса перед его определением в фармацевтических препаратах, что позволило снизить предел обнаружения карнитина в 5 раз и определять карнитин в интервале линейной зависимости R_f (подвижность аналита) – $S_{кр}$, равной (0,4-1,9) мг/мл против (2,0-1,6) мг/мл в отсутствие концентрирования. Проведено определение карнитина в напитке для питания спортсменов (S_f не превышает 0,1).

Авторы: Сумина Е.Г., suminaeg@yandex.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Тонкослойная хроматография; Наноаналитика
Объекты: Фармацевтические препараты

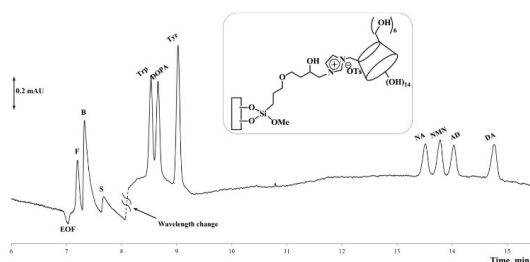
Тонкослойная хроматография является одним из наиболее эффективных методов анализа, который остается очень популярным на протяжении многих десятилетий, несмотря на высокие темпы развития современной науки и относительную простоту обсуждаемого метода. Следует отметить, что частота опубликованных работ практически является оценкой ценности данного метода химиками-аналитиками. Результаты проведенного наукометрического исследования позволяют сделать вывод о том, что метод ТСХ наиболее часто используется в своем исходном виде как классическое восходящее элюирование пластин со слоем силикагеля в насыщенной камере, несмотря на разнообразие камер, способов элюирования и стационарных фаз [1]. В настоящей обзорной статье представлены основные направления развития метода, основанные на сопоставлении опубликованных работ по ТЛК за 2 временных периода с интервалом в 10 лет (2008 и 2018 гг.)

Khrebtova S.S., Berezkin V.G. Main Directions of Development and Practical Usage of Thin-Layer Chromatography, Journal of Planar Chromatography, 32 (2019), 5, 355–358, DOI 10.1556/1006.2019.32.5.1. (IF 0.826, Q3)

Авторы: Берёзкин В.Г., berezkin@ips.ac.ru
Организация: Институт нефтехимического синтеза им. А.В.Топчиева РАН, лаборатория химии углеводов
Город: Москва
Методы: Тонкослойная хроматография

Капиллярный электрофорез

Предложен синтез ковалентного полифункционального покрытия кварцевого капилляра на основе имидазолиевой ионной жидкости и β -циклодекстрина со стадией постфункционализации при условиях: 22 ч, 100⁰C, $C_{\text{Тs-}\beta\text{-ЦД}}=750$ мг/мл. Сформированное покрытие обеспечивает с высокой эффективностью и селективностью электрофоретическое разделение катехоламинов, стероидных гормонов и энантиомеров кетопрофена. Изучено влияние диаметра кварцевого капилляра, концентрации модификатора, pH фонового электролита и ионной силы на селективность разделения стероидных гормонов и энантиомеров кетопрофена. Показано, что указанные ковалентные покрытия капилляра превосходят соответствующие динамические покрытия по стабильности, времени анализа, ПО. Выявлен рабочий диапазон pH фонового электролита: 2.0-7.0.

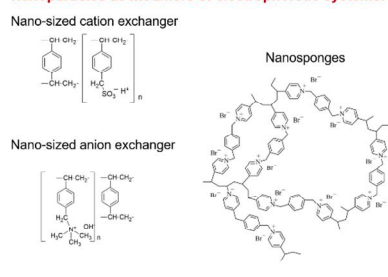


Выявлены аналитические возможности новых полимерных наночастиц, синтезированных в группе А.М.Долгоносова, являющихся сополимерами стирола и дивинилбензола с терминальными сульфогруппами (нанокатионит НИК)), в качестве модификаторов электрофоретических систем для оптимизации условий разделения катехоламинов и аминокислот методом капиллярного электрофореза. Показано, что добавка НИК в состав фонового электролита приводит к снижению электроосмотического потока (ЭОП), что свидетельствует о модификации внутренних стенок кварцевого капилляра. Предложен простой и воспроизводимый способ формирования динамических покрытий стенок капилляра наноразмерным катионитом, заключающийся в промывке капилляра 0.05 мМ (по функциональным группам) суспензией НИК в 0.1 М растворе HCl в течение 15 мин. Дополнительное введение 5 мкМ НИК в фоновый электролит (ФЭ) при выполнении электрофоретических анализов обеспечило хорошую воспроизводимость времен миграции аналитов, не превысившую 0.3% (n=10). Линейный диапазон предложенной методики (0.1-10.0) мкг/л, с

коэффициентами корреляции 0.998 – 0.999. Модифицированные НИК капилляры применены для разделения смесей катехоламинов и аминокислот. Предложенный метод реализован при определении катехоламинов в моче, что важно при диагностике ранних стадий различных эндокринных заболеваний.

Влияние матрицы полимерных наночастиц на удерживание разделяемых аналитов наблюдалось и для других изученных модификаторов – гидрофильных ионных полимерных наночастиц на основе N-алкилированного свёрнутого поли-4-винилпиридина (наногубки – НГ). Предложены подходы к формированию покрытий на основе наногубок с молекулярной массой 400 кДа. Модификация стенок капилляра НГ позволяет предотвращать сорбцию основных аналитов в процессе их электрофоретического определения. Определен рабочий диапазон pH ФЭ (4-9). Аналитические возможности покрытий на основе НГ выявлены при электрофоретическом анализе смесей карбоновых и аминокислот, антибиотиков фторхинолонового ряда, биогенных аминов, белков

Nanoparticles as modifiers of electrophoretic systems:

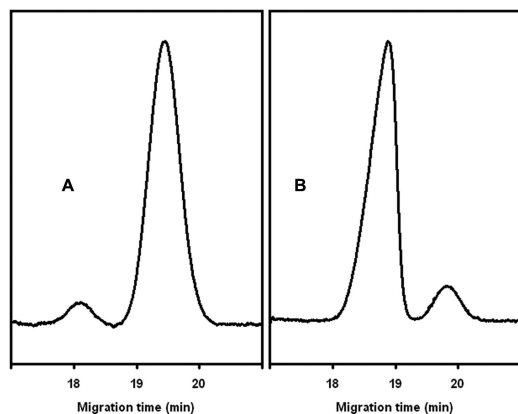


Выявлены возможности применения имидазолиевых ионных жидкостей (ИЖ) C₁₂MImCl и C₁₆MImCl в качестве ПАВ и ИЖ C₆MImBF₄, C₆MImN(SO₂CF₃)₂ в качестве масла в составе микроэмульсии (МЭ) при разделении стероидных гормонов методом микроэмульсионной электрокинетической хроматографии (МЭЭКХ). ИЖ в состав МЭ приводят к значительному росту эффективности (700-800 тыс. т.т.). Факторы, влияющие на эффективность и селективность разделения стероидных гормонов и полифенолов: концентрация ИЖ, природа и pH фонового электролита, природа масла, соотношение компонентов микроэмульсии. Введение в состав микроэмульсии 2-гидроксипропил-β-циклодекстрина (15 мМ) увеличивает селективность разделения стероидных гормонов и снижает время анализа до 7 мин. Предложена схема определения стероидных

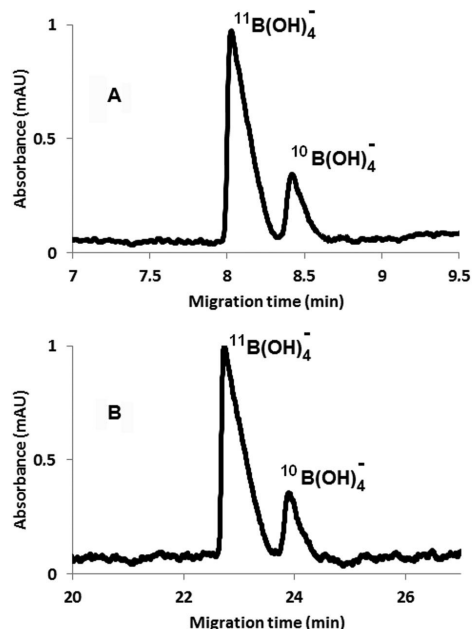
гормонов в биологических жидкостях (сыворотка крови и моча) методом МЭЭКХ с введением ИЖ $C_{16}MImCl$ в микроэмульсию. Пределы обнаружения в сочетании с внутрикапиллярным концентрированием (свилинг и стэкинг) составили 5-100 нг/мл.

Авторы: Карцова Л.А., kartsova@gmail.com
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра органической химии, лаборатория хроматографии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Капиллярный электрофорез. Капиллярная электрохроматография. Микроэмульсионная электрокинетическая хроматография
Объекты: Фармацевтические препараты; Биологические и медицинские объекты

Рассмотрены работы, посвященные расширению аналитических возможностей капиллярного электрофореза в технологическом контроле. Основными направлениями являются: разработка новых подходов к on-line концентрированию для увеличения чувствительности определения микропримесей аминов в водных средах; расширение перечня аналитов; изучение возможностей метода в области изотопного анализа при контроле изотопного состава соединений лития и бора в технологических средах.



Электрофореграммы проб с мольной долей лития-6 3.44% (а) и 90.38% (б). Условия разделения: фоновый электролит – 5 мМ 4-аминопиридин, 0.9 мМ щавелевая кислота, 0.25 мМ ЦТМАБ, 0.025% Tween 20; напряжение +25 кВ; 30°C; длина волны детектирования 261 нм: 1 – ${}^6Li^+$, 2 – ${}^7Li^+$.



Электрофореграммы проб борной кислоты с природным соотношением изотопов ^{10}B и ^{11}B , полученные на капилляре общей длиной 31 см (а) и 50 см (б). Условия разделения: фоновый электролит – 25 мМ фенилаланин, 5 мМ путресцин (рН 8.95); напряжение +25 кВ; 20°C; длина волны детектирования 210 нм: 1 – $\text{H}_3^{11}\text{BO}_3$, 2 – $\text{H}_3^{10}\text{BO}_3$

Каменцев М.Я., Якимова Н.М., Москвин Л.Н. Расширение аналитических возможностей капиллярного электрофореза в химико-технологическом контроле // Журнал аналитической химии, 2019, том 74, № 11, с. 856–860. [\(IF 0.940, Q4\)](#)

Разработана методика одновременного определения аммония и семи летучих алкиламинов (метиламина, диметиламина, триметиламина, этиламина, пропиламина, изопрпиламина и диэтиламина) в водных средах методом капиллярного электрофореза после парофазной микроэкстракции в каплю. Парофазную микроэкстракцию аналитов проводили в каплю 0,01 М H_3PO_4 объемом 5 мкл. В качестве фонового электролита для косвенного фотометрического детектирования выбран раствор, содержащий 2 мМ акридина, 20 мМ уксусной кислоты, 0,05% Tween 20. Ввод пробы – гидродинамический. Методика опробована на образцах питьевой воды с добавкой аммония и алкиламинов. Правильность результатов подтверждена способом введено–найдено. Разработанная методика обеспечивает диапазон определяемых концентраций от 0,003 до 20 мг/л.

Ю.Малинина, М. Я. Каменцев, И. И. Тимофеева, Л. Н. Москвин, Н. М. Якимова, И. Д. Кучумова *Определение летучих низкомолекулярных аминов в воде методом капиллярного электрофореза после парофазной микроэкстракции // Журнал аналитической химии. 2019, том 74, № 7. С. 27-31. (IF 0.940, Q4)*

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru ; Каменцев М.Я., mkamencev@yandex.ru ; Якимова Н.М., yakimovanm@yandex.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Капиллярный электрофорез |
| Объекты: | Неорганические соединения. Органические соединения |

С использованием метода зонного капиллярного электрофореза изучена миграция пищевых синтетических красителей: анионного Апельсинового желтого S (E110) и катионного Зеленого прочного FCF (E143) в кварцевом капилляре. Построены изотермы адсорбции и определены параметры адсорбции красителей на поверхности кварцевого капилляра. Определены зависимости электрофоретической подвижности E110 и E143 от их концентраций во вводимой пробе.

Осуществлен синтез магнитных наночастиц Fe₃O₄ по методике Массара. Проведено исследование поведения полученных магнитных наночастиц в условиях капиллярного зонного электрофореза в буферном растворе Трис гидрохлорида при различных значениях pH. Установлено, что оптимальный диапазон pH = 9,7–10,3.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Рожманова Н.Б. nb.rozhmanova@mail.ru |
| Организация: | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Капиллярный электрофорез. Наноаналитика |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Обсуждаются достоинства и недостатки известных методов определения никотиновой кислоты в кофе. Разработана методика определения никотиновой кислоты в растворимом кофе методом капиллярного зонного электрофореза с применением процедуры on-line

концентрирования аналита - стэкинга с большим объемом образца и обращением полярности (CZE-LVSS). В качестве фонового электролита использован боратный буферный раствор (pH 9.0, концентрация 70 мМ). Разделение компонентов кофе проведено при наложении напряжения +30 кВ на входной конец немодифицированного кварцевого капилляра (64.5 (56) см× 50 мкм). Фактор эффективности концентрирования никотиновой кислоты составляет 70. Разработанная методика прошла метрологическую аттестацию и позволяет проводить определение никотиновой кислоты в растворимом кофе в диапазоне 250-2500 мкг/г с относительной погрешностью ($\pm d$) 14 %.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Цюпко Т.Г. tsytko@inbox.ru |
| Организация: | Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Краснодар |
| Методы: | Капиллярный электрофорез |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Другие хроматографические методы

Разработан новый подход к оценке безопасности растительных масел, основанный на определении суммарного содержания галоген- и серо-органических соединений.

Предложены новые подходы к обнаружению F-, Cl-, Br- и S-органических соединений в различных матрицах, основанные на высокотемпературной окислительной конверсии, абсорбции продуктов конверсии высокочистой деионизированной водой и анализе всего абсорбата различными методами.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Ревельский И.А., Чиварзин М.Е. i.revelsky@gmail.com |
| Организация: | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие хроматографические методы |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Показана возможность безреагентного необменного разделения аминокислотсодержащих смесей на ионообменниках в солевой форме, которое исключит перезарядку и ионообменное закрепление цвиттерлитов. Установлено, что разделение необходимо проводить на низком и широком слое мелкодисперсного сорбента в солевой форме при отсутствии свободного объема в верхней и нижней части колонки с использованием низких скоростей подачи раствора, чередуя стадии сорбции и десорбции. Процесс повторяется несколько циклов для полного разделения компонентов, при этом для десорбции используется вода.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Хохлова О.Н., Хохлов В.Ю. vladkh70@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Другие хроматографические методы. Сорбционные методы |
| Объекты: | Органические соединения |

Выявлены особенности адсорбции воды каркасным и слоистым алюмосиликатами. Определено влияние воздействия слабого импульсного магнитного поля (СИМП) на гидратационные свойства алюмосиликатов. Активация в СИМП приводит к изменению энергетического состояния активных центров и структурных характеристик алюмосиликатов, проявляется в уменьшении гидратационных свойств сорбентов.

Установлены особенности сорбции цвиттер-ионов и катионов гистидина на клиноптилолите и глауконите. Определен вклад обменной и необменной составляющих в сорбционную емкость сорбентов. Дана оценка влияния СИМП на сорбционные свойства алюмосиликатов по отношению к гистидину.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Крысанова Т.А. takrys@yandex.ru ; Котова Д.Л. |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Другие хроматографические методы. Сорбционные методы |
| Объекты: | Органические соединения |

Общие вопросы хроматографии. Приборы

В результате квантовохимического исследования межмолекулярных взаимодействий общего типа и описания на этой базе процессов мономолекулярной адсорбции разработаны математические модели, позволяющие рассчитывать работу современных хроматографических методов с использованием фундаментальных физико-химических параметров. Цели моделирования — предсказание поведения веществ в условиях хроматографического эксперимента, оптимизация разделения сложных смесей и идентификация их компонентов. В этой связи:

- предложена модель взаимодействия нейтральных молекул в аморфной изотропной среде, в которой энергия межмолекулярного взаимодействия (ММВ) содержит три независимые группы величин, описывающих неполярные, полярные силы и водородную связь. Каждая из сил представлена своим молекулярным дескриптором – соответственно обобщенным зарядом, дипольным моментом и двумя числами, отражающими способность молекулы быть донором или акцептором водородной связи. Описан вклад водородной связи в общую энергию ММВ как произведение пороговой величины, имеющей квантовую природу, на вероятность попадания системы в узкий потенциальный колодец;
- на основе развиваемой в лаборатории квантостатистической теории обобщенных зарядов уточнена связь между индексами хроматографического удерживания и энергией взаимодействия аналитов с неподвижной фазой. В сочетании с моделью ММВ полученное выражение для энергии адсорбции позволяет найти характеристики полярных неподвижных фаз и провести их классификацию путем создания карты селективности. Помимо теоретического анализа экспериментальных данных, созданная модель позволяет осуществлять априорный расчет характеристик хроматографического удерживания молекул на фазах с заданной структурой;
- созданы и находятся в стадии отладки программы расчета параметров молекул и их удерживания в газовой хроматографии для произвольно заданного температурного режима; показана удовлетворительная точность моделирования высокоэффективной хроматографии;
- усовершенствован метод описания градиентных режимов жидкостной хроматографии; в области ионной хроматографии разработана математическая модель, реализованная в программном продукте IONCHROM, являющемся основой для создаваемой программы «Математический хроматограф».

Авторы: Долгоносов А.М., amdolgo@mail.ru
Организация: Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория сорбционных методов
Город: Москва
Методы: Общие вопросы хроматографических методов анализа

Электрохимические методы. Электрохимические сенсоры

N-Функционализированные сорбенты использованы в качестве модификаторов угольной пасты; это позволило получить индикаторные угольно-пастовые электроды, обладающие откликом на ионы серебра, палладия и платины. В ходе исследования влияния различных факторов (рН, состава фонового электролита, содержания модификатора, концентрации определяемого иона металла, природы титранта) выявлены оптимальные условия потенциометрического определения ионов серебра и палладия. Установлено, что исследуемые сорбенты могут, помимо прочего, выступать в качестве электроактивного компонента сенсора. Использование сорбционных материалов в качестве модификаторов угольно-пастовых электродов позволяет увеличить чувствительность сенсоров к ионам серебра, палладия, платины и в некоторых случаях способствует понижению их предела обнаружения по сравнению с немодифицированными электродами.

Авторы: Холмогорова А.С. kholmoghorovaa@mail.ru
Организация: Уральский федеральный университет им. первого президента России Б.Н. Ельцина, Институт естественных наук и математики, кафедра аналитической химии и химии окружающей среды
Город: Екатеринбург
Методы: Потенциометрия. Ионоселективные электроды
Объекты: Благородные металлы

Продолжена разработка новых электродноактивных материалов на основе ниобатов *s*-, *p*- и *d*-металлов. Синтезированы и аттестованы твердые растворы на основе бинарных оксидных фаз $Ni_4Nb_2O_9$, а также индивидуальные ниобаты $CuNb_2O_6$ и $Cu_3Nb_2O_8$. Сконструированы пленочные и угольнопастовые электроды на основе этих оксидов. Установлены рабочая область рН, линейность основной электродной функции, определены

коэффициенты потенциметрической селективности. Новые ИСЭ апробированы в методах прямой потенциометрии и потенциметрического титрования. Показана принципиальная возможность практического применения электродов.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Штин С.А. sergey.shtin@urfu.ru ; Подкорытов А.Л. |
| Организация: | Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Институт естественных наук и математики, кафедра аналитической химии и химии окружающей среды |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Потенциометрия. Ионоселективные электроды |

Разработана новая одноразовая потенциметрическая сенсорная система для мониторинга окислительного стресса кожи с использованием антиоксидантной активности (АОА) в качестве критерия. В исследовании использованы контактный гибридный потенциметрический метод и новая электрохимическая измерительная схема. Сенсорная система включает индикаторный модифицированный углеродный screen-printed электрод и модифицированный серебряный screen-printed электрод сравнения, покрытые мембраной, пропитанной медиатором $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$. Информативность разработанной сенсорной системы продемонстрирована в оценке АОА кожи в состоянии голода, после употребления обычной пищи и пищи, обогащенной витаминами (антиоксидантами).

Kh. Brainina, A. Tarasov, E. Khamzina, Ya. Kazakov, N. Stozhko, Disposable potentiometric sensory system for skin antioxidant activity evaluation, Sensors, 2019, 19(11): 2586. DOI: 10.3390/s19112586

Предложен новый вариант гибридного потенциметрического метода оценки антиоксидантной активности (АОА) фруктов и овощей. Пара модифицированных screen-printed электродов, покрытая мембраной, пропитанной медиатором $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$, служит сенсорной системой. Сдвиг потенциала, который наблюдается, когда сенсорная система подвергается контакту со срезом образца, используется в качестве источника информации. Контактный гибридный потенциметрический метод дает воспроизводимые и правильные результаты: относительное стандартное отклонение не превышает 8.4 %, степень извлечения модельного антиоксиданта (L-аскорбиновой кислоты) близка к 100 %. Значения АОА фруктов и овощей, установленные контактным гибридным

потенциометрическим методом, находятся в диапазоне 1–21 мкмоль-экв / г. Обнаружена корреляция между АОА срезов и суспензий. Метод может использоваться в анализе on-site и in situ.

Kh. Brainina, A. Tarasov, E. Khamzina, N. Stozhko, M. Vidrevich, Contact hybrid potentiometric method for on-site and in situ estimation of the antioxidant activity of fruits and vegetables, Food Chemistry, 2020, 309: 125703 DOI: 10.1016/j.foodchem.2019.125703

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Брайнина Х.З., baz@usue.ru ; Тарасов А.В. |
| Организация: | Уральский государственный экономический университет, научно-инновационный центр сенсорных технологий, |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Потенциометрия, электрохимические сенсоры, тест-методы и тест-средства анализа |
| Объекты: | Биологические и медицинские объекты. Пищевые продукты |

Реализовано использование гибридных материалов на основе ионообменных полимерных мембран и углеродных нанотрубок (УНТ) в потенциометрических сенсорах с внутренним раствором сравнения. Предложены способы прямого потенциометрического определения гидрофобных аминокислот и сульфетамида в водных растворах и фармацевтических препаратах. *(Результаты получены совместно с лабораторией ионики функциональных материалов ИОНХ РАН, зав. лабораторией –член.-корр. РАН Ярославцев А.Б.)*

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бобрешова О.В. bobreshova@chem.vsu.ru ; Паршина А.В. parshina_ann@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Потенциометрия |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Для оценки ионной селективности и механизма функционирования потенциометрических НП АВ-сенсоров исследованы объемные свойства мембран на основе тетрафенилборатов с комплексными соединениями барий-полиэтоксилат в растворах неионных ПАВ в условиях диффузионного массопереноса и постоянного тока. Оценены количественные характеристики

мембранного транспорта полиэтоксилатов: коэффициенты распределения (K), проницаемости (P), диффузии (D) и сорбционная емкость (СЕ, ммоль/л).

Показана зависимость характеристик мембранного транспорта от времени, природы и концентрации активных компонентов в фазе мембран, природы и концентрации нонилфенолов в примембранных растворах. Установлены особенности влияния гидрофильности полиоксиэтилированных нонилфенолов на количественные параметры мембранного транспорта: с увеличением числа оксиэтильных групп диффундирующих веществ уменьшаются потоки ионов, коэффициенты диффузии и проницаемости.

Авторы: Кулапина Е.Г., kuiapinaeg@mail.ru; Макарова Н.М. makarova2114@mail.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Потенциометрия. Ионметрия
Объекты: Органические соединения

Разработан массив потенциометрических сенсоров на основе веществ с высокой экстракционной способностью по отношению к лантанидам и актинидам, который за счет применения методов многомерной регрессии для обработки данных позволяет проводить определение урана и тория в реальных продуктах радиохимического производства ФГУП «ПО «Маяк». Продемонстрирован значительный аналитический потенциал метода для онлайн мониторинга состава растворов цикла переработки облученного ядерного топлива.

Agafonova-Moroz M., Savosina J., Voroshilov Y., Lukin S., Lumpov A., Babain V., Oleneva E., Legin A., Kirsanov D. Quantification of thorium and uranium in real process streams of Mayak radiochemical plant using potentiometric multisensor array. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2019. DOI:10.1007/s10967-019-06941-8 (IF 1.186, Q2)

Авторы: Кирсанов Д.О., d.kirsanov@gmail.com
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, лаборатория прикладной хеометрики
Город: Санкт-Петербург
Методы: Потенциометрия. Ионоселективные электроды. Хеометрика в анализе

Разработан неферментативный сенсор на основе проводящих полимеров, который в проточно-инжекционном режиме генерирует амперометрический сигнал в результате перезарядки полимера. В качестве чувствительного слоя сенсора использовали органические и неорганические полимеры: боронат- и сульфозамещенный полианилин, берлинскую лазурь. Рассмотрены механизмы формирования отклика сенсора. Показано, что сигнал сенсора представляет собой один пик в режиме постоянного потока или пару разнонаправленных пиков (катодный и анодный) в проточно-инжекционном режиме, причем аналитически значимым является первый пик. В обоих режимах регистрируемый ток прямо пропорционален концентрации определяемого иона. По соотношению сигнал-шум предложенный амперометрический сенсор превосходит потенциометрические в 20-25 раз. Чувствительность сенсора на лактат составила $17 \pm 4 \text{ mA} \cdot \text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$, предел обнаружения по сравнению с аналогичным импедиметрическим сенсором снижен в 150 раз. Значимость полученных результатов показана на примере проточно-инжекционного анализа пота на содержание лактата с помощью амперометрического сенсора на основе боронат-замещенного полианилина.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Карякин А.А., aak@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория электрохимических методов |
| Город: | Москва |
| Методы: | Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры. Анализ в потоке |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Предложен экспрессный способ количественной оценки степени деструкции (депуризации) нативной [дезоксирибонуклеиновой кислоты](#) (ДНК) *in vitro*, разработанный с применением автоматизированной проточно-инжекционной системы с адсорбционно-вольтамперометрическим детектированием. В качестве детектора использован углесталловый электрод, покрытый нанокompозитной пленкой, полученной с

использованием оксида графена, функционализированного ионной жидкостью (1-бутил-3-метил-имидазолий гексафторфосфатом) и биоконъюгата наночастиц золота в хитозане. В основу предлагаемого способа положена известная способность ДНК к деструкции с образованием пуриновых оснований – аденина и гуанина, склонных к необратимому окислению на электроде. Высвобождение пуриновых оснований из ДНК (или РНК) в результате разрыва всех N-гликозидных связей – депуринизация – относится к наиболее распространенным процессам, вызывающим повреждение нуклеиновых кислот в клеточных организмах и развитие различных заболеваний. Разработанный способ апробирован в качестве инструмента для скрининга деструкции двухцепочечной ДНК сперматозоидов лосося и тимуса телят, после их депуринизации в 70 % HClO₄.

Shpigun L.K., Andryukhina E. Yu. A New Electrochemical Sensor for Direct Detection of Purine Antimetabolites and DNA Degradation. // J. Anal. Methods in Chemistry. 2019. Article ID 1572526, DOI: 10.1155/2019/1572526 (IF 1.589, Q2).

Авторы: Шпигун Л.К. shpigun@igic.ras.ru
Организация: Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, лаборатория аналитической химии и методов разделения
Москва
Методы: Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры.
Объекты: Медицинские объекты

Разработаны энантиоселективные вольтамперометрические сенсоры для распознавания энантиомеров атенолола и варфарина в лекарственных препаратах, моче и плазме крови человека. Показано, что с использованием сенсорных систем такие сенсоры позволяют не только определять содержание энантиомеров в энантиочистых лекарственных средствах, но и устанавливать фирму-производителя. Предложены «умные» вольтамперометрические сенсоры для распознавания производителей лекарственных средств на основе цистеина.

Авторы: Майстренко В.Н. V_maystrenko@mail.ru
Организация: Башкирский государственный университет, кафедра аналитической химии
Уфа
Методы: Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры.

| | |
|----------|--|
| | Энантиселективные электроды |
| Объекты: | Медицинские объекты. Фармацевтические препараты. |

Разработаны новые чувствительные и селективные способы одновременного вольтамперометрического определения природных и синтетических фенольных антиоксидантов на электродах, модифицированных углеродными наноматериалами и электрополимеризованными красителями. Найдены условия получения полимерных покрытий на основе алюминона, карминовой кислоты и пирокатехинового фиолетового. Использование углеродных нанотрубок в качестве подложки обеспечивает высокую эффективную площадь поверхности электрода и проводимость. Электроды охарактеризованы методами сканирующей электронной микроскопии, циклической вольтамперометрии и спектроскопии электрохимического импеданса. Установлены электрохимические параметры окисления и условия количественного определения аналитов в условиях дифференциально-импульсной вольтамперометрии. Электрод на основе полиалюминона предложен для определения гесперидина и нарингина при совместном присутствии. Диапазон определяемых содержаний составляет 0.10-2.5 и 2.5-25 мкМ для обоих аналитов, а пределы обнаружения – 29 нМ для гесперидина и 20 нМ для нарингина. Электрод с электрополимеризованной карминовой кислотой позволяет одновременно определять *трет*-бутилгидрохинон и бутилгидроксианизол, разность потенциалов окисления которых составляет 190 мВ. Отклик электрода линеен в диапазонах 0.50-75 мкМ для *трет*-бутилгидрохинона и 0.25-75 мкМ для бутилгидроксианизола. Пределы обнаружения составляют 0.36 и 0.23 мкМ соответственно. Показана возможность селективного вольтамперометрического определения галловой и эллаговой кислот при совместном присутствии с помощью электрода, модифицированного поли(пирокатехиновым фиолетовым). Диапазоны определяемых концентраций составляют 0.75-10 и 10-100 мкМ для галловой кислоты и 0.75-7.5 и 7.5-100 мкМ для эллаговой кислоты с пределами обнаружения 0.12 и 0.11 мкМ, соответственно. К достоинствам предложенных электродов относятся высокая чувствительность и селективность в присутствии структурно родственных фенольных соединений; их аналитические характеристики превосходят характеристики других химически модифицированных электродов. Методы апробированы на

реальных образцах (соках апельсина и грейпфрута, льняных маслах, коньяках и бренди).

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Зиятдинова Г.К., Ziyatdinovag@mail.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Вольтамперометрия |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Предложены способы модификации стеклоуглеродных электродов наночастицами золота в полимерной пленке поливинилпирролидона и выявлен электрокаталитический эффект покрытия при вольтамперометрическом определении тетрациклина. Предложен способ вольтамперометрического определения тетрациклина в интервале концентраций от 0.1 мкМ до 1.0 мМ в водных растворах и молоке.

Разработаны модифицированные одно- и двухэлектродные системы в качестве амперометрического детектора при проточно-инжекционного анализе биологических жидкостей. В качестве модификатора использовали электроосажденные частицы золота в полимерной матрице. Предложено одновременное амперометрическое определение триптофана и пиридоксина в интервале концентраций от 0.5 мкМ до 1.0 мМ и от 0.05 мкМ до 5.0 мМ соответственно. Определена возможность селективного проточно-инжекционного амперометрического определения мочевой кислоты, креатинина и холестерина на планарных углеродных электродах с электроосажденными частицами золота. Использование двухдетекторной проточной системы и двойных планарных электродов, модифицированных частицами золота, позволило провести одновременное определение изученных биологически активных соединений. Метод использован для определения указанных аналитов в моче.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Шайдарова Л.Г., larisashaidarova@mail.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) Федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры; Анализ в потоке |
| Объекты: | Фармацевтические препараты. Биологические объекты |

Изучено электрохимическое поведение Pd(II) и Pt(IV) в диметилсульфоксид- и диметилформамидсодержащих минерально-органических фоновых электролитах с целью их применения для вольтамперометрического определения палладия и платины в органических продуктах. Установлено, что палладий(II) на фоне перхлората лития в диметилсульфоксид-ацетилацетонатном электролите восстанавливается в области потенциалов от -0,78 до -0,83 В, соответствующей восстановлению Pd(II) до Pd(0). При этом в растворе существует комплекс Pd(II), включающий в состав координационной сферы четыре молекулы ДМС, а на электроде разряжается комплекс, включающий две молекулы ДМС. Платина(IV) в диметилсульфоксидных растворах этилендиамина на фоне нитрата калия восстанавливается в области потенциалов от -0,48 до -0,53 В. Электровосстановление протекает необратимо с участием двух электронов при диффузионно-кинетическом контроле предельного тока. Замена ДМС на ДМФ в электролите не меняет характера электродного процесса, однако увеличивается кинетический вклад в значение максимального тока.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Трубачев А.В. trub_av@mail.ru |
| Организация: | Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии |
| Город: | Ижевск |
| Методы: | Вольтамперометрия |
| Объекты: | Благородные металлы |

Разработаны электрохимические сенсоры для определения антиоксидантов и контроля антиоксидантной емкости напитков и продуктов питания. Чувствительный слой сенсора состоит из электрополимеризованного анилина и ДНК, покрытых пленкой электрополимеризованных красителей (нейтральный красный, метиленовый синий и метиленовый зеленый). Возможности сенсора продемонстрированы на примере классификации сортов зеленого и черного чая по торговой марке, проведенной с использованием метода главных компонент.

Разработаны аптасенсоры для определения афлатоксина М1 на основе стеклоглеродного электрода, модифицированного олиголактидами, содержащими макроциклические узлы тиакаликс[4]арена. Аналитическим сигналом служило изменение сопротивления переноса заряда (спектроскопия электрохимического импеданса) или тока пика

феррицианид-иона, добавляемого в раствор как редокс-индикатора (постоянноточковая вольтамперометрия). Пределы обнаружения афлатоксина М1 зависят от конфигурации макроциклического ядра. Предложена упрощенная схема пробоподготовки для определения микотоксина в молоке с пределом обнаружения 5 нг/л.

Разработаны ДНК-сенсоры на основе электрополимеризованных покрытий (поли(Азур Б), полипрофлавин) с адсорбированным на поверхности слоем нативной ДНК. Исследовано влияние ДНК на обратимость редокс-превращений полимера, показана возможность обнаружения термического и химического повреждения ДНК, а также классификации ДНК по источнику.

Разработаны также ДНК-сенсоры на основе стеклоуглерода, покрытого тонкой пленкой электрополимеризованных красителей феназинового ряда, для определения антрациклиновых препаратов - цитостатиков. Установлено влияние ДНК на параметры электрополимеризации и характеристики получаемых покрытий. Установлено различие в изменениях характеристик сенсора в результате действия препаратов - интеркаляторов ДНК и активных форм кислорода. Выявлены критерии характера воздействия и пути повышения селективности сигнала в отношении различных факторов, связанных с биохимическими функциями ДНК. Предел обнаружения доксорубина составил 0.01 нМ.

Предложены новые подходы к созданию электрохимических сенсоров на основе послойной сборки полиэлектролитов с включением макроциклических и олигомерных соединений, несущих ионизированные или заряженные функциональные группы. На примере полислоистых покрытий ДНК - полиэтиленмин и ДНК - олиголактиды установлена возможность регистрации термического и окислительного повреждения ДНК по характеристикам переноса феррицианида и проницаемости поверхностного слоя для низкомолекулярных носителей заряда. Показана возможность варьирования характеристики сенсоров путем изменения природы и заряда внешнего слоя, а также включения в подстилающую поверхность наноразмерных углеродных частиц.

Разработаны ацетилхолинэстеразные сенсоры на основе электродов, модифицированных углеродными наноматериалами, олиголактидами и ацетилхолинэстеразой, ковалентно сшитой с бычьим сывороточным альбумином. Установлено влияние природы углеродных наноматериалов на

характеристики сенсоров и показана возможность повышения селективности определения обратимых ингибиторов - лекарственных препаратов против нейродегенеративных заболеваний (донепезил, галантамин, берберин и гуперзин А) путем выбора соотношения масс восстановленного оксида графена и углеродной черни. Разработанные ферментные сенсоры позволяют проводить определение до 1 пМ донепезила с временем отклика не более 5 мин.

Разработаны потенциометрические сенсоры на основе сополимеров анилина и фенотиазина для определения антиоксидантов и солей железа (III) в интервале концентраций от 10 мМ до 1 мкМ. Показана возможность мультислойной сборки слоев полиэлектролитов путем капельного нанесения с перезарядкой поверхности и зарядового контроля чувствительности определения антиоксидантов в зависимости от природы внешнего слоя полиэлектролитов.

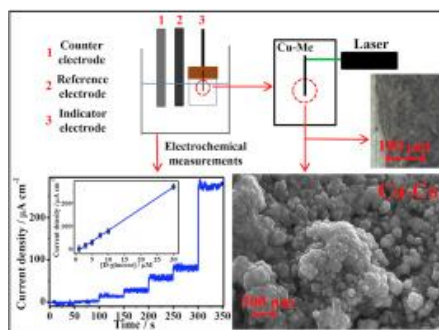
| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@kpfu.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) Федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры. Биохимические методы. Хемометрика |
| Объекты: | Пищевые продукты. Медицинские объекты. Фармацевтические препараты |

Установлены условия определения галонала, галодифа и мельдония методом вольтамперометрии с использованием стеклоуглеродного и модифицированных золотом графитовых электродов. Методами циклической вольтамперометрии установлено, что процесс электроокисления галонала на стеклоуглеродном электроде является диффузионно-контролируемым, осложненным побочными процессами. Дана оценка мешающего влияния сопутствующих органических веществ на величину тока ОВ процессов галонала, галодифа и мельдония. Установлены условия устранения мешающего влияния компонентов мочи и состава фармацевтических препаратов на аналитический сигнал изучаемых веществ. Разработана методика количественного анализа методом вольтамперометрии проб лекарственных препаратов (таблетки, капсулы, раствор для инъекций) на содержание галонала, галодифа и мельдония. Разработана также методика

анализа методом вольтамперометрии проб мочи на содержание мельдония в присутствии карнитина.

Авторы: Мезенцева О.Л.; Слепченко Г.Б.
slepchenkogb@mail.ru
Организация: Национальный исследовательский инновационный
Томский ПУ, кафедра химической инженерии
Город: Томск
Методы: Вольтамперометрия
Объекты: Фармацевтические препараты

Изучены сенсорные свойства наноструктурированных микроэлектродов, полученных лазерным осаждением металлов и сплавов из растворов. Показана высокая чувствительность сенсоров на основе металлических и металл-оксидных структур (Au,Cu, Cu-Co, Cu-Ni, Cu-Zn, Cu-Fe) для бесферментного определения глюкозы и пероксида водорода.



Авторы: Ермаков С.С. s.ermakov@spbu.ru
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет,
Институт химии, кафедра аналитической химии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Электрохимические сенсоры

Предложен чувствительный и селективный вольтамперометрический сенсор на основе многостенных углеродных нанотрубок и поли(эллаговой кислоты) для определения нарингина. Найдены условия электрополимеризации эллаговой кислоты (число циклов сканирования потенциала, рН фонового электролита, концентрация мономера и условия электролиза), обеспечивающие статистически достоверное увеличение токов

окисления нарингина по сравнению со стеклоуглеродным электродом, модифицированным углеродными нанотрубками. Морфология электродной поверхности охарактеризована с помощью сканирующей электронной микроскопии. Данные циклической вольтамперометрии и спектроскопии электрохимического импеданса подтверждают статистически достоверное увеличение эффективной площади поверхности электрода и скорости переноса электрона. Установлены параметры электроокисления нарингина на электроде с поли(эллаговой кислотой) на фоне фосфатного буферного раствора pH 6.5. Предложенный амперометрический сенсор позволяет определять нарингин в диапазонах 0.05-1.0 и 1.0-100 мкМ с пределом обнаружения 14 нМ, что превосходит полученные для других электрохимических методов характеристики. Показана селективность отклика сенсора в присутствии неорганических ионов, сахаридов, аскорбиновой кислоты, гесперидина и фенольных кислот. Сенсор апробирован на образцах грейпфрутового сока. Полученные результаты хорошо согласуются с данными независимого метода.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Зиятдинова Г.К., Ziyatdinovag@mail.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Электрохимические сенсоры |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы с перекрестно чувствительными ПД-сенсорами (аналитический сигнал – потенциал Доннана) для определения катионов прокаина и лидокаина в комбинированном фармацевтическом препарате, а также аспарагинатов калия и магния в препарате «Панангин®». В качестве материала сенсоров использованы перфторированные сульфокатионообменные мембраны с оксидами циркония и кремния с протоноакцепторными свойствами поверхности. Достоинствами этих систем для анализа фармацевтических препаратов являются стабильность характеристик в течение длительного времени (не менее 1 года), выполнение анализа без использования реагентов и при относительно невысоком разбавлении препарата, а также простота анализа. *(Результаты получены совместно с Лабораторией ионики функциональных материалов ИОНХ РАН (зав. лабораторией –член.-корр. РАН Ярославцев А.Б.)*

Авторы: Бобрешова О.В. bobreshova@chem.vsu.ru; Паршина А.В. parshina_ann@mail.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Электрохимические сенсоры
Объекты: Фармацевтические препараты

Разработаны два типа твердоконтактных сенсоров: трубчатые и планарные, чувствительные к цефалоспориновым антибиотикам. В качестве модификаторов использованы: полианилин, наночастицы NiZnFeO и CuO; активные компоненты мембран – ионные ассоциаты тетраалкиламмония с комплексными соединениями серебра (I) – β-лактам. Сенсоры проявляют чувствительность к кислотным антибиотикам (цефазолин, цефуроксим) и амфотерным с карбоксильной и аминогруппой (цефалексин), с карбоксильной и аминотиазольной группами (цефотаксим). Показано, что природа активных компонентов мембран не влияет на электроаналитические свойства сенсоров: константы устойчивости комплексных соединений серебра практически одинаковы: $\lg \beta = 7,56$ (цефазолин), $\lg \beta = 7,35$ (цефотаксим), ионные ассоциаты с тетрадециламонием имеют близкие значения произведений растворимости - $1,9 \cdot 10^{-8}$ и $2,1 \cdot 10^{-8}$ для цефазолина и цефотаксима, соответственно. По электроаналитическим и операционным характеристикам планарных сенсоров в растворах β-лактамных антибиотиков показано, что наиболее эффективным модификатором являются наночастицы NiZnFeO. Они стабилизируют электродный потенциал и осуществляют функцию медиатора электронного переноса, что приводит к улучшению электроаналитических характеристик сенсоров. Показано применение ТК-сенсоров (трубчатых и планарных) для определения основного вещества в лекарственных препаратах «Зиннат», «Цефалексин», а также в модельных водных растворах и ротовой жидкости с внесенными добавками антибиотиков, в мультисенсорных системах типа «электронный язык» для отдельного определения цефалоспориновых антибиотиков в двухкомпонентных смесях

Авторы: Кулапина Е. Г. kulapinaeg@mail.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии

| | |
|----------|----------------------------|
| Город: | Саратов |
| Методы: | Электрохимические сенсоры |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Проведены вольтамперометрические исследования с использованием электродов, модифицированных благородными (платина, рутений, палладий) и переходными (медь, никель) металлами. Установлено влияние способов нанесения металлов на электрод (электроосаждение, химическое восстановление, лазерная обработка), природы подложки (углерод, титан), состава фонового электролита на эффективность электроокисления спиртов (этанол, пропанол), выявлены оптимальные условия протекания электрокаталитического процесса.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Кропачева Т.Н., krop@udsu.ru |
| Организация: | Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии |
| Город: | Ижевск |
| Методы: | Электрохимические сенсоры; |
| Объекты: | Органические соединения |

Биохимические методы

Предложен способ мониторинга диабета путем непрерывного анализа неразбавленного пота с использованием проточного глюкозного биосенсора на основе берлинской лазури и глюкозооксидазы, иммобилизованной в перфторсульфонируемом полимере или γ -аминопропилтриэтоксисилане. Аналитические характеристики биосенсора: чувствительность $0,23 \text{ A} \cdot \text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$, диапазон определяемых концентраций – от 1 мкМ до 1 мМ глюкозы (режим проточно-инжекционного анализа). На основании данных, полученных с применением глюкозотолерантного теста (клинически релевантная процедура для имитации гипергликемии), сделан вывод о положительной корреляции между степенями изменения концентрации глюкозы в крови и в неинвазивно собираемом поте ($r = 0,75$). Наблюдаемая корреляция между данными, полученными при анализе пота и крови, даже лучше, чем установленная ранее корреляция между степенями изменения концентраций лактата в капиллярной и венозной крови, что подтверждает диагностическую ценность пота для мониторинга диабета. Динамика

концентрации глюкозы в поте, регистрируемая с помощью предлагаемого биосенсора, находится в хорошем соответствии с динамикой содержания глюкозы в крови без каких-либо временных задержек, что открывает перспективы для неинвазивного мониторинга диабета.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Карякин А.А., aak@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория электрохимических методов |
| Город: | Москва |
| Методы: | Биохимические методы |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Получен неочищенный экстракт шампиньона (*Agaricus bisporus*) с тирозиназной активностью. Присутствие тирозиназы подтверждено с использованием двумерного электрофореза и MALDI масс-спектрометрии. На основании изучения окисления 20 фенольных соединений кислородом воздуха сопоставлены субстратные специфичности экстрактов шампиньона и баклажана (*Solanum melongena*). В присутствии экстракта шампиньона окисляются 13 соединений (фенол, крезолы, пирокатехин, резорцин, парацетамол, кофейная, галловая, хлорогеновая кислоты, дигидрокверцетин, L-ДОФА, L-тирозин), из них в присутствии экстракта баклажана окисляются только 4 соединения (пирокатехин, кофейная и хлорогеновая кислоты, L-ДОФА). Тиольные соединения (L-цистеин, ацетилцистеин, глутатион) ингибируют окисление пирокатехина в присутствии экстракта шампиньона так же, как и в присутствии экстракта баклажана. Оценены характеристики методик спектрофотометрического определения L-ДОФА в биологических жидкостях, парацетамола в фармацевтических препаратах и п-нитрофенола в сточной воде.

Morosanova M., Bashkatova A., Morosanova E. Spectrophotometric and smartphone-assisted determination of phenolic compounds using crude eggplant extract // Molecules, 2019, Vol. 24, P. 4407. DOI: 10.3390/molecules24234407 (IF 3.060, Q1)

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Моросанова Е.И., emorosanova@gmail.com |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Биохимические методы. |

Объекты: Биологические и медицинские объекты: органические соединения

Предложены новые гомогенные и гетерогенные хемилюминесцентные методы определения нуклеиновых кислот и нуклеаз. Разработан гомогенный метод определения микроРНК-141, онкомаркера ряда онкологических заболеваний, в основе которого лежит аллостерическая активация пероксидаза-подобного ДНКзима. ДНКзим использован в простом и чувствительном методе определения ферментативной активности экзонуклеазы III. Разработан чувствительный планшетный метод определения ДНК, в котором для амплификации хемилюминесцентного сигнала был применен конъюгат стрептавидина с полипероксидазой, ферментативная активность которой была определена с помощью реакции усиленной хемилюминесценции. Данные методы предназначены для решения задач медицинской генетики.

Авторы: Сахаров И.Ю., sakharovivan@gmail.com
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра химической энзимологии
Город: Москва
Методы: Биохимические методы.
Объекты: Биологические и медицинские объекты: органические соединения

Проведена оценка аналитических возможностей метода поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА) для обнаружения галактоманнана (ГМ) — специфического полисахаридного антигена условно-патогенных плесневых грибов рода *Aspergillus*. Обнаружение ГМ в биологических жидкостях пациентов является надежным критерием для диагностики опасного заболевания — инвазивного аспергиллеза легких. С использованием ПФИА показана высокая аффинность моноклонального антитела 7В8 к синтетическому олигосахариду β -d-Galf-[(1→5)- β -d-Galf]3-(1→6)- α -d-Manp, родственному фрагменту галактоманнана. Константа связывания данного взаимодействия составила $(1.02 \pm 0.01) \cdot 10^8$ л•моль⁻¹. Предел детектирования, определенный для данного олигосахаридного фрагмента методом конкурентного ПФИА, составил 3 нг•мл⁻¹. Полученные данные свидетельствуют о принципиальной возможности использования ПФИА для диагностики инвазивного аспергиллеза.

Разработана методика ПФИА для определения диизобутилфталатов в молочных продуктах. Подготовлен обзор по поляризационному флуороиммуноанализу токсикантов в продуктах питания и окружающей среде.

Авторы: Еремин С.А., saeremin@gmail.com Организация: Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра химической энзимологии
Город: Москва
Методы: Биохимические методы. Другие методы определения
Объекты: Биологические объекты. Пищевые продукты

Разработан поляризационный флуоресцентный иммуноанализ (ПФИА) для определения аминокликозидных антибиотиков. Метод применен для анализа 15 образцов сточных вод Московской области и анализа молока различной жирности. Разработаны методики определения канамицина, гентамицина и неомицина. Диапазон определяемых концентраций канамицина составляет 50-5000 нг/мл, Сн, - 10 нг/мл, IC50 - 2530 нг/мл; гентамицина – 117-378 нг/мл, Сн, - 1,32 нг/мл, IC50 - 248 нг/мл; неомицина – 36-171 нг/мл, Сн, - 6,6 нг/мл, IC50 - 54 нг/мл. Близкие характеристики получены для определения антибиотиков в молоке. Время анализа – 30 мин.

Авторы: Бабкина С.С. Sofya.babkina@gmail.com ; Еремин С.А. eremin_sergei@hotmail.com Организация: Российский технологический университет – МИРЭА, Институт тонких химических технологий им. М.В.Ломоносова, кафедра аналитической химии им. И.П. Алимарины; МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра химической энзимологии
Город: Москва
Методы: Биохимические методы; Другие методы определения
Объекты: Фармацевтические препараты

Исследованы электроаналитические характеристики рекомбинантного цитохрома P450 3A4 (P450 3A4), иммобилизованного на поверхности печатных графитовых электродов, модифицированных дисперсиями многостеночных углеродных нанотрубок в хлороформе. Показана роль и

установлено влияние модификации графитового рабочего электрода углеродными нанотрубками на электроаналитические параметры цитохрома P450 3A4. Оптимизированы условия иммобилизации цитохрома P450 3A4 на печатных графитовых электродах, модифицированных многостеночными углеродными нанотрубками. Определены электрохимические параметры окисления и восстановления иона железа гема в составе фермента (полупотенциал (E_0) $-0,35 \pm 0,01$ В (относительно хлоридсеребряного электрода сравнения, Ag/AgCl); электрохимическая константа скорости гетерогенного переноса электрона (k_s) $0,57 \pm 0,04$ с⁻¹; количество электроактивного гемопротейна на модифицированном электроде Γ_0 , моль/см² ($2,6 \pm 0,6$) $\cdot 10^{-10}$. Установлен механизм функционирования электрохимического цитохром P450 3A4-сенсора, основанного на принципе вольтамперометрии в пленке белка на поверхности электрода ("protein film voltammetry"). Проведено вольтамперометрическое исследование каталитической активности иммобилизованного цитохрома P450 3A4 с целью разработки электроанализа лекарственных препаратов – субстратов этого гемопротейна – как основы биосенсоров медицинского назначения. Исследованы электрокаталитические свойства рекомбинантного изофермента цитохрома P450 3A4, иммобилизованного на модифицированных печатных графитовых электродах, по отношению к субстрату – эритромицину, антибиотику группы макролидов.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Бабкина С.С. Sofya.babkina@gmail.com ; Шумянцева В.В. viktoria.shumyantseva@ibmc.msk.ru |
| Организация: | Российский технологический университет – МИРЭА, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, кафедра аналитической химии им. И.П. Алимарина; Институт биомедицинской химии им. В.Н. Ореховича, лаборатория биоэлектрохимии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Биохимические методы; Вольтамперометрия; Электрохимические сенсоры |
| Объекты: | Биологические и медицинские объекты |

Предложена методика определения катехоламинов (адреналина и дофамина) с минимальной пробоподготовкой, основанная на использовании амперометрического ДНК-сенсора, хорошо зарекомендовавшая себя для растворов с концентрациями - п нМ – 10 п нМ. В качестве модификатора поверхности стеклоуглеродного электрода (СУЭ) выбрана ренатурированная

иммобилизованная ДНК в составе нитроцеллюлозной мембраны, полученной при добавлении в соответствующий раствор дисперсии углеродных нанотрубок (УНТ). Использование УНТ обеспечивает электропроводность биочувствительной части сенсора, ее более прочное закрепление на поверхности СУЭ и увеличивает рабочую поверхность электрода. Доказанное наличие специфического взаимодействия катехоламинов и ренатурированной иммобилизованной ДНК на поверхности биочувствительной мембраны, значения эффективных констант устойчивости образующихся комплексов ($\lg\beta_{эфф} = 11,2-13,8$ и $10,1-11,5$ для адреналина и дофамина соответственно), найденные условия проведения концентрирования - все это обеспечивает возможность определения дофамина и адреналина предлагаемым амперометрическим ДНК-сенсором.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бабкина С.С., Sofya.babkina@gmail.com ; Улахович Н.А., Nikolay.Ulakhovich@kpfu.ru ; Медянцева Э.П., emedyant@gmail.com |
| Организация: | Московский технологический университет – Институт тонких химических технологий, кафедра аналитической химии им. И.П. Алимарина; Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Москва, Казань |
| Методы: | Биохимические методы. Амперометрия. Вольтамперометрия |
| Объекты: | Фармацевтические препараты. Биологические и медицинские объекты |

Для экспрессного одновременного обнаружения и оценки содержания нескольких аналитов предложен формат иммунохроматографии с нанесением всех реагентов, необходимых для формирования детектируемых меченых иммунных комплексов, на одну мембрану в виде точек, для каждого аналита последовательно расположенных друг над другом. Данный формат позволяет в 5-6 раз снизить расход специфических иммунореагентов по сравнению с обычной иммунохроматографией, в которой зоны связывания формируются в виде сплошных полос. Благодаря сокращению расстояния, проходимого фронтом жидкости, и исключению перехода постепенно растворяющихся реагентов с одной мембраны на другую, время определения сокращается с 5-10 мин, характерных для традиционной иммунохроматографии, до 1-1,5 мин. Принцип анализа реализован для

определения трех диагностически значимых аналитов – миоглобина, Д-димера и С-реактивного белка. Показана высокая воспроизводимость измеряемых концентраций аналитов (коэффициент вариации – от 8 до 15%) при сохранении пределов обнаружения, характерных для обычных монопараметрических тест-систем.

Предложена тест-система для контроля пораженности растений вирусными патогенами без их идентификации. В тест-системе реализуется принцип иммунохроматографии, но с окрашенным маркером – наночастицами золота – конъюгируется смесь антител, специфичных к разным фитопатогенам. Благодаря этому каждая получаемая наночастица конъюгата способна к включению в детектируемый комплекс с каждым из контролируемых фитопатогенов, потенциально содержащимся в тестируемой пробе. Данный подход реализован для одновременного контроля наличия до пяти вирусов в листьях картофеля. Рост производительности тестирования и снижение расходов на определение одного параметра позволяют рекомендовать данную тест-систему для предварительного скрининга посадочного материала.

Разработаны различные варианты иммунохроматографических тест-систем для контроля микроцистина-LR (MC-LR) – наиболее распространенного токсичного метаболита цианобактерий. Сопоставлены варианты анализа с прямым мечением специфических антител золотыми наночастицами и с включением наночастиц в детектируемые иммунные комплексы посредством взаимодействий антитело – антивидовое антитело или биотин-стрептавидин. Показаны преимущества непрямого мечения. Предел инструментального обнаружения MC-LR составил 0,2 нг/мл, предел визуального обнаружения – 1 нг/мл. Разработанная тестовая система успешно применена для обнаружения MC-LR в пробах мяса промысловых рыб и питьевой воды. Продолжительность тестирования, включая пробоподготовку, - 20 мин. Методическая простота предлагаемой методики анализа и возможность его проведения во внелабораторных условиях позволяют рассматривать его как эффективный инструмент для широкомасштабного скрининга и контроля содержания микроцистинов.

Впервые для контроля контаминации молочной продукции пептидным антибиотиком бацитрацином разработана иммунохромато-графическая система. Качественная оценка результатов анализа состоит в визуальном контроле за наличием или отсутствием связанных окрашенных наночастиц золота в зоне с иммобилизованным конъюгатом бацитрацин-белок. Для

количественного анализа используют фотометрическое измерение интенсивности окраски этой зоны. Разработанная аналитическая система характеризуется пределами обнаружения при визуальной и инструментальной регистрации, равными 100 и 1,0 нг/мл. Диапазон определяемых концентраций бацитрацина - от 3 до 80 нг/мл. Средняя погрешность измерения варьирует от 1,5% до 7,0%. Время анализа – 10 мин. Подтверждено отсутствие перекрестных реакций с другими пептидными и непептидными антибиотиками. Применение тест-системы для контроля молока не требует пробоподготовки. Тестирование проб молока (n = 90) показало совпадение результатов разработанного анализа и коммерческого иммуноферментного набора

| | | |
|----------|--|--------------|
| Авторы: | Дзантиев Б.Б., dzantiev@inbi.ras.ru | Организация: |
| | ФИЦ Биотехнологии РАН | |
| Город: | Москва | |
| Методы: | Биохимические методы. Микрочипы. Микрофлюидика. Тест-методы и тест-средства анализа | |
| Объекты: | Биологические объекты. Медицинские объекты. Фармацевтические препараты | |

Исследованы изменения биохимических параметров мультислойных мембранных структур при их модификации многостенными углеродными нанотрубками (МУНТ). Структуры были представлены полиэлектролитными микрокапсулами (ПМК), содержащими глюкозооксидазу (ГО). Для получения ПМК использовали полистиролсульфонат натрия (полианион) и полиаллиламингидрохлорид (поликатион). Исследовали капсулы с МУНТ, включенными между слоями полиэлектролитов; с МУНТ, встроенными в полость микрокапсулы; с МУНТ, включенными одновременно в полость и между полиэлектролитными слоями. Импедансные спектры показали, что модификация с помощью МУНТ вызывает значительное снижение активного сопротивления ПМК от 2560 до 25 кОм. Циклические вольтамперные зависимости характеризовались ростом тока при модификациях мультислойных структур МУНТ. Композиция на основе ПМС явилась основой рецепторного элемента амперометрического биосенсора. Чувствительность определения глюкозы биосенсором составляла 0,30 и 0,05 мкА/мМ для композиций ПМС/МУНТ/ГО и ПМК/ГО, соответственно. Биосенсор был нечувствителен к присутствию в пробе этанола или лимонной

кислоты. Полиэлектrolитные микрокапсулы, основанные на мультислойной мембране, заключающей фермент и МУНТ, могут быть эффективны при создании биосенсоров и биотопливных элементов.

Reshetilov A., Plekhanova Y., Tarasov S., Tikhonenko S., Dubrovsky A., Kim A., Kashin V., Machulin A., Wang G.-J., Kolesov V., Kuznetsova I. Bioelectrochemical properties of enzyme-containing multilayer polyelectrolyte microcapsules modified with multiwalled carbon nanotubes // Membranes. 2019. V. 9. № 4. P. 53. (IF na, Q2)

Plekhanova Yu.V., Tikhonenko S.A., Dubrovsky A.V., Kim A.L., Musin E.V., Wang G.-J., Kuznetsova I.E., Kolesov V.V., Reshetilov A.N. Comparative study of electrochemical sensors based on enzyme immobilized into polyelectrolyte microcapsules and into chitosan gel // Analytical Science 2019. V. 35. P. 1037-1043. (IF 1.618, Q3)

Plekhanova Y., Tarasov S., Bykov A., Reshetilov A. Electrochemical assessment of the interaction of microbial living cells and carbon nanomaterials // IET Nanobiotechnology, 2019. V13. № 3. P. 332-338. DOI: 10.1049/iet-nbt.2018.5172 (IF 1.925, Q3)

Reshetilov A.N. Biosensors and biofuel cells: application-oriented research (A Review) // Acta Scientific Pharmaceutical Sciences. 2019. V. 3 № 5. P. 155-156. (IF 0.759, Q na)

Reshetilov A.N., Plekhanova Y.V., Tarasov S.E., Kitova A.E., Reshetilova T.A., Kolesov V.V. Carbon Nanomaterials for Modification of Parameters of Bioelectrochemical Devices Electrodes // Acta Scientific Pharmaceutical Sciences. 2019. V. 3. № 9. P. 18-19. (IF 0.759, Q na)

| | | | |
|--------------|--|--------------------|---------------------------|
| Авторы: | Решетилов А.Н., anatol@ibpm.pushchino.ru | | |
| Организация: | Институт биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрябина, ФИЦ «Пушкинский научный центр биологических исследований РАН», лаборатория биосенсоров | | |
| Город: | Пушино | | |
| Методы: | Биохимические методы. | Вольтамперометрия. | Электрохимические сенсоры |

Изучена возможность повышения эффективности использования импринтированных белков (ИБ) при иммобилизации на внутренней поверхности мультикапилляров. В качестве полимера для биоимпринтинга использован денатурированный альбумин яичного белка (овальбумин), темплата – микотоксин зеараленон. ИФА на основе ИБ, иммобилизованных в мультикапиллярах, характеризуется большей чувствительностью по

сравнению с ИФА на основе ИБ, иммобилизованных в микропланшете, и сопоставим по чувствительности с коммерческим иммуноферментным набором (0,2 нг/мл, Serpham Life Sciences).

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бурмистрова Н.А., naburmistrova@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Биохимические методы |
| Объекты: | Биологические и медицинские объекты |

На основе люминесцентных квантовых точек состава ядро-оболочка разработаны иммунохимические методы детектирования циркулирующих внеклеточных микроРНК. Выбрана оптимальная архитектура полупроводниковых оболочек, позволяющая сохранить высокий квантовый выход люминесценции при гидрофилизации. Получены конъюгаты квантовых точек с антителами, специфическими к белкам Argonaute. Методология обнаружения включает высокоспецифичную реакцию антиген-антитело между комплексом белков AGO2 -микроРНК и антителами против AGO2, конъюгированными с КТ. Эффективность распознавания наноконъюгатов квантовые точки – антитела оценивали с помощью проточной цитометрии и флуориметрии. Результаты проточной цитометрии продемонстрировали значительное изменение интенсивности флуоресценции приготовленных наноконъюгатов при захвате свободно циркулирующих внеклеточных микро-РНК в образцах плазмы по сравнению с образцами, лишенными каких-либо микроРНК. Данные флуориметрических измерений подтвердили селективность и воспроизводимость разработанного метода. Полученные результаты подтверждают значимость предложенного метода иммуноанализа на основе проточной цитометрии для выявления AGO2-связанных микроРНК в клинических и полевых условиях.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Горячева И.Ю., goryachevaiy@mail.ru |
| Организация: | Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии совместно с Национальным институтом исследований в области окружающей среды (National Institute for Research in Environmental Health) Бхопал, Индия) |

| | |
|----------|----------------------|
| Город: | Саратов |
| Методы: | Биохимические методы |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Разработаны модифицированные одно- и двухэлектродные системы в качестве амперометрического детектора при проточно-инжекционном анализе биологических жидкостей. В качестве модификатора использовали электроосажденные частицы золота в полимерной матрице. Предложено одновременное амперометрическое определение триптофана и пиридоксина в интервалах их концентраций от 0.5 мкМ до 1.0 мМ и от 0.05 мкМ до 5.0 мМ соответственно. Показана возможность селективного проточно-инжекционного амперометрического определения мочевой кислоты, креатинина и холестерина на планарных углеродных электродах с электроосажденными частицами золота. Зависимости величины тока от концентрации аналитов, представленные в логарифмических единицах, линейны в диапазонах от 5 нМ до 5 мМ, 0.5 мкМ до 5.0 мМ и от 50 нМ до 5.0 мМ, соответственно. Использование двухдетекторной проточной системы и двойных планарных электродов, модифицированных частицами золота, позволило провести одновременное определение рассматриваемых биологически активных соединений. Предложенный метод был использован для определения указанных аналитов в моче.

Предложены способы модификации стеклоуглеродных электродов наночастицами золота в полимерной пленке поливинилпирролидона и выявлен электрокаталитический эффект покрытия при вольтамперометрическом определении тетрациклина. Каталитический эффект выражается в многократном увеличении тока окисления рассматриваемого антибиотика и в уменьшении потенциала его окисления на 250 мВ по сравнению с немодифицированным электродом. Предложен способ вольтамперометрического определения тетрациклина в интервале концентраций от 0.1 мкМ до 1.0 мМ в водных растворах и молоке.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Шайдарова Л.Г., larisashaidarova@mail.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) Федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Вольтамперометрия. Электрохимические сенсоры. Анализ в потоке |
| Объекты: | Фармацевтические препараты. |

Продолжены разработки новых амперометрических биосенсоров на основе печатных графитовых электродов, модифицированных разными вариантами гибридных наноматериалов на основе различных графитовых материалов, полиэфирополиолов и наночастиц металлов. Работы направлены на поиск модификатора, обеспечивающего наилучшие аналитические характеристики при определении лекарственных веществ (на примере амитриптилина). В качестве модификаторов поверхности электродов для биосенсоров (иммуносенсоров) рассмотрены гибридные наноматериалы: электрохимически генерированный восстановленный оксид графена (ВГО) в сочетании с наночастицами никеля и золота в полиэфирополиоле второй генерации в разных соотношениях и при разных способах их получения. Размер наночастиц охарактеризован методом атомно-силовой микроскопии. Установлено, что наименьшим сопротивлением переноса электрона (данные спектроскопии электрохимического импеданса) обладают наноконпозиты на основе электрохимически генерированного ВГО в режиме циклической вольтамперометрии в сочетании с наночастицами никеля или золота, электрохимически генерированный ВГО в режиме хроноамперометрии в сочетании с наночастицами никеля.

Показана возможность использования наночастиц никеля и золота в качестве метки в амперометрических иммуносенсорах на примере определения амитриптилина. Область рабочих концентраций для разработанных иммуносенсоров – 0,1 мкМ -1 нМ, что примерно на половину порядка ниже, чем для ранее рассмотренных вариантов модификаторов. При этом нижняя граница определяемых концентраций снижается до 0,4 нМ. Область рабочих концентраций амитриптилина для импедиметрического иммуносенсора 10 мкМ – 1 нМ, нижняя граница определяемых концентраций до 0,7 нМ. Разработаны методики определения амитриптилина амперометрическим и импедиметрическим иммуносенсорами в лекарственных препаратах (антидепрессантах) и урине с погрешностью не более 0.082. Полученные результаты равнозначны, вклад систематической погрешности незначим.

Показана возможность и найдены условия проведения определений лекарственных веществ на примере диклофенака в условиях поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА) и иммунохимического последовательного инъекционного метода с использованием тирозиназных

амперометрических биосенсоров (модификаторы – углеродные нанотрубки и наночастицы золота). Оптимизированы условия проведения определений диклофенака методом ПФИА: разведение трейсера – 1:4000, разведение антител – 1:2000. Разработан вариант ПФИА, который позволил определять диклофенак в области концентраций от 1 мкМ до 1 нМ с Сн 0,5 нМ. Разработаны методики определения диклофенака методом ПФИА в молоке и урине с Sr не более 0.066 и 0.057 соответственно и методом последовательного инъекционного анализа в молоке с Sr не более 0.073. Возможно определение структурно родственного диклофенаку препарата – аэртала – в том же диапазоне концентраций.

Рассмотрены аналитические возможности иммунохимического последовательного инъекционного анализа с вольтамперометрической детекцией. Использование амперометрического иммуносенсора для анализа в потоке возможно в области рабочих концентраций 0,1 мМ – 0,1 нМ, нижняя граница определяемых концентраций до 0,07 нМ (разведение антител 1:200). Предложенный вариант последовательного инъекционного анализа позволил определять диклофенак в диапазоне концентраций от 1 мкМ до 1 нМ с Сн 0,5 нМ.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Медянцева Э.П., emedyant@gmail.com ; Elvina.Medyantseva@kpfu.ru |
| Организация: | Казанский (Приволжский) Федеральный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Казань |
| Методы: | Биохимические методы. Электрохимические методы. Вольтамперометрия |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Продолжена разработка пьезоэлектрических сенсоров на основе полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО) сальбутамола на основе тонкопленочного молекулярно импринтированного покрытия, сформированного непосредственно на поверхности золотого электрода методом фотополимеризации. Показано влияние концентраций сальбутамола, функционального и кросс-мономеров в предполимеризационной смеси на количество поверхностных молекулярных отпечатков и устойчивость полимерного слоя. Методом ИК-спектроскопии изучена структура ПМО сальбутамола. Рассчитаны аналитические характеристики сенсора для определения сальбутамола в водных растворах.

Градуировочная функция линейна в интервале концентраций 26–526 мкг/мл, предел обнаружения составляет 9.6 мкг/мл. Изучены условия синтеза наночастиц ПМО салбутамола методом миниэмульсионной полимеризации. Установлено влияние концентрации ПАВ (додецилсульфат натрия), природы инициатора радикальной полимеризации и наличия в системе гидрофобного агента на средний диаметр частиц и их дисперсность. Описан способ формирования распознающего слоя на поверхности электрода сенсора. Оптимизирован состав регенерирующего раствора для максимального извлечения салбутамола из полимерного слоя и сохранения постоянного количества отпечатков для повторного связывания с молекулой аналита. Оценена селективность распознающего слоя сенсора на основе тонкопленочного покрытия и наночастиц ПМО. Определению салбутамола с помощью ПМО сенсора не мешают высокие концентрации бета-лактамовых антибиотиков, однако определение возможно только в присутствии одинаковых или более низких концентраций других бета-агонистов.

Разработана методика определения эритромицина и суммарного содержания макролидных антибиотиков с применением моноклональных антител к эритромицину и групп-специфичных поликлональных антител методом поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА). Показана возможность повышения чувствительности определения антибиотиков с применением наночастиц серебра вследствие утяжеления комплекса трейсер- антиген- антитело. Градуировочные графики для всех анализируемых антибиотиков линейны в диапазоне (нг/мл) 15 – 750 в отсутствие и 6 – 900 в присутствии наночастиц серебра. Методика апробирована при определении макролидов в молоке, куриных грудках и меде и показала высокую воспроизводимость (Sr 0,03 и ниже).

| | | |
|----------|--|--------------|
| Авторы: | Ермолаева Т.Н., etn@stu.lipetsk.ru | Организация: |
| | Липецкий государственный технический университет | |
| Город: | Липецк | |
| Методы: | Биохимические методы. | |
| Объекты: | Фармацевтические препараты | |

Элементный анализ органических соединений

Методами ретгенофлуоресцентного анализа, спектрофотометрии, экспресс-гравиметрии и автоматического CHN-анализа проведено

определение элементного состава новых биологически активных комплексов на основе фуллерена и производных витамина В₁₂ состава СННОРС_о, синтезированных в ИНЭОС РАН.

Предложена методика определения магния в реактиве Гриньяра методом комплексонометрического титрования. Разработана методика фотометрического определения сульфидов в природных водах.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru |
| Организация: | ИНЭОС (Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова) РАН, лаборатория микроанализа |
| Город: | Москва |
| Методы: | Рентгенофлуоресцентный анализ; Спектрофотометрия; Экспресс-гравиметрия; Автоматический СНН-анализ; Потенциометрическое титрование |
| Объекты: | Биологические объекты; Органические соединения; Природные воды |

Разработан микрометод определения бора в алифатических и ароматических трифторборатах (в т. ч. перфторированных), эфирах, борорганических соединениях, содержащих диоксобонолановые фрагменты, пиридиновые и пиразоловые ядра, тройные связи. Для разложения веществ применен метод сжигания в колбе, наполненной кислородом. Определение бора проводили методом атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой плазмой (МП-АЭС). С использованием разработанной методики проанализирован ряд органических соединений, в которых определена массовая доля бора с погрешностью, не превышающей $\pm 0,3$ % абс.

Предложен метод определения теллура в теллурсодержащих органических соединениях с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой плазмой Agilent 4100. Показана применимость двух методов пробоподготовки – сжигания в колбе с кислородом и кислотного разложения в нагревательном блоке. Был выполнен анализ производных теллуродиазолов и других теллуторганических соединений с содержанием теллура от 20 до 58%. Присутствие таких элементов, как азот, сера, калий, селен не мешают определению теллура. Относительная погрешность анализа составляет 1-5%.

Авторы: Тихова В.Д., tikhova@nioch.nsc.ru

| | |
|--------------|--|
| Организация: | Новосибирский институт органической химии СО РАН |
| Город: | Новосибирск |
| Методы: | Элементный анализ органических соединений |
| Объекты: | Органические соединения |

Другие методы определения

Разработаны методы определения действующих веществ в дезинфекционных средствах различных форм выпуска, обеспечивающие возможность одновременного определения нескольких веществ, а также позволяющие оценивать безопасность применения дезинфекционных средств. Предложены методы определения алкилдиметилбензиламмоний хлорида, алкилдиметил(этилбензил)аммоний хлорида, дидецилдиметиламмоний хлорида, хлоргексидина биглюконата, полигексаметиленбигуанид гидрохлорида и N,N-бис(3-аминопропил)додециламина при совместном присутствии; методы определения бродифакума, бромадиолон, варфарина, дифенакума, дифенацина и куматетралила при совместном присутствии в родентицидных средствах; методики определения циперметрина и перметрина в импрегнированных тканях; простая титриметрическая методика для рутинного контроля содержания хлоргексидина биглюконата в технических продуктах и дезинфицирующих средствах; методики определения концентраций диоксида хлора в воздухе на уровне ОБУВ атмосферного воздуха; методика определения пероксида водорода в молоке с помощью ВЭЖХ. Методики предназначены для контроля качества выпускаемых дезинфекционных средствах, а также для оценки безопасности их применения. Они успешно применяются в практике ФБУН НИИ Дезинфектологии Роспотребнадзора, центрах гигиены и эпидемиологии, и в других организациях. Предложенные методики легли в основу одного национального стандарта, одного проекта национального стандарта, двух проектов методических указаний, проекта одного руководства по методам исследований, одной аттестованной методики.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Ищенко А.А. aischenko@yasenevo.ru |
| Организация: | МИРЭА-Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова), кафедра аналитической химии им. И.П. Алимарина |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие методы определения. Высокоэффективная |

жидкостная (в том числе ионная) хроматография.
Объекты: Органические соединения

Ультрабыстрая электронная микроскопия

Электронная микроскопия с обширным арсеналом инструментов является мощным методом во многих областях исследования, позволяющим достичь разрешения долей нанометра, но не дающим ультракороткого разрешения во времени. Начиная с 80-х годов XX века, предпринимаются интенсивные попытки снять атомное кино - движение атомов в молекулах и ультрабыстрых структурно-динамических процессах в биологических тканях и клетках; твёрдом теле и наночастицах. Ультрабыстрый электронный микроскоп предназначен для решения именно такого класса задач (рис. 1 и 2).

Динамический просвечивающий электронный микроскоп, оборудованный детектором с мульти-кадрами, позволяет записывать краткие последовательности изображений, которые могут быть собраны в фильм. Пико-фемтосекундное временное разрешение представляет особый интерес для решения задач, связанных с исследованием разнообразных лазерно-индуцированных быстропротекающих процессов в тонких плёнках, наблюдение отклика адсорбированных молекул на неравновесные структурные изменения поверхности. В качестве примера можно также обозначить изучение сверхбыстрой поверхностной и объёмной динамики в полупроводниках, генерацию когерентных акустических и оптических фононов, поверхностное плавление наночастиц, неравновесную структурную динамику фазовых превращений.

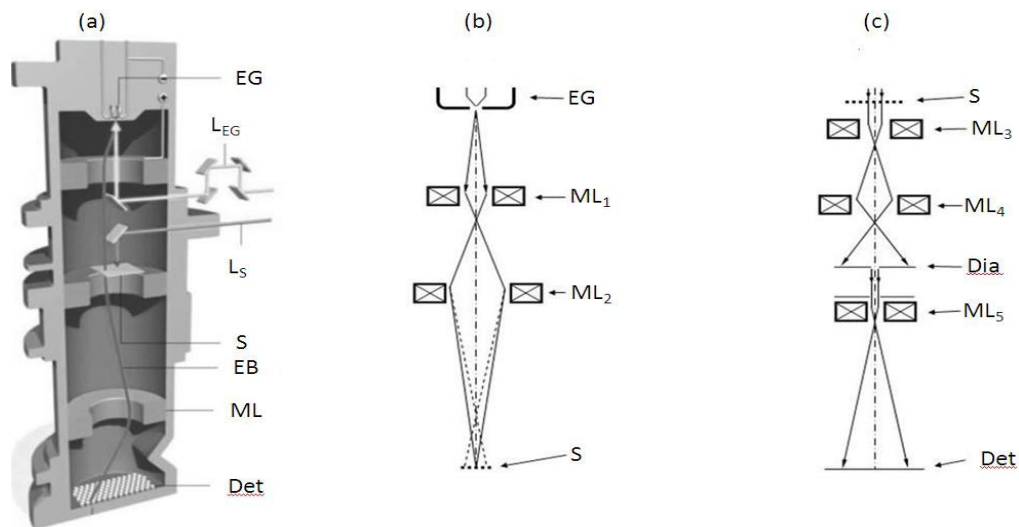


Рис. 1. Принципиальная схема сверхбыстрого просвечивающего фотоэлектронного микроскопа (а). Схема формирования электронного пучка (б) и схема формирования изображения образца (в) в микроскопе Hitachi H-300. Введены следующие обозначения: EG – электронная пушка; LEG и LS – лазерные пучки для облучения электронной пушки и образца, соответственно; EB – электронный пучок; ML – магнитная линза; ML1 – магнитная линза первого конденсора; ML2 – второй конденсор; S – образец; ML3 – магнитная линза объектива; ML4 – промежуточная линза; Dia – диафрагма; ML5 – проектирующая линза; Det – детектор (флуоресцентный экран в случае Hitachi H-300, до реконструкции прибора).

Материалы с изменением фазы представляют собой основные кандидаты для устройств хранения данных с высокой скоростью записи, которые используют большое различие физических свойств их структур переходной решетки. Установление временных масштабов различных переходных структур позволяет определить возможный предел производительности, что имеет решающее значение для создания новых устройств. Понимание динамики электронов и пространственно - временной эволюции электромагнитных полей внутри материала или устройства часто является ключом к оптимизации их функциональной эффективности. Ультрабыстрая электронная микроскопия может использоваться для измерения движения коллективных носителей заряда и электромагнитных полей с разрешением субцикла и субволны, соответственно.

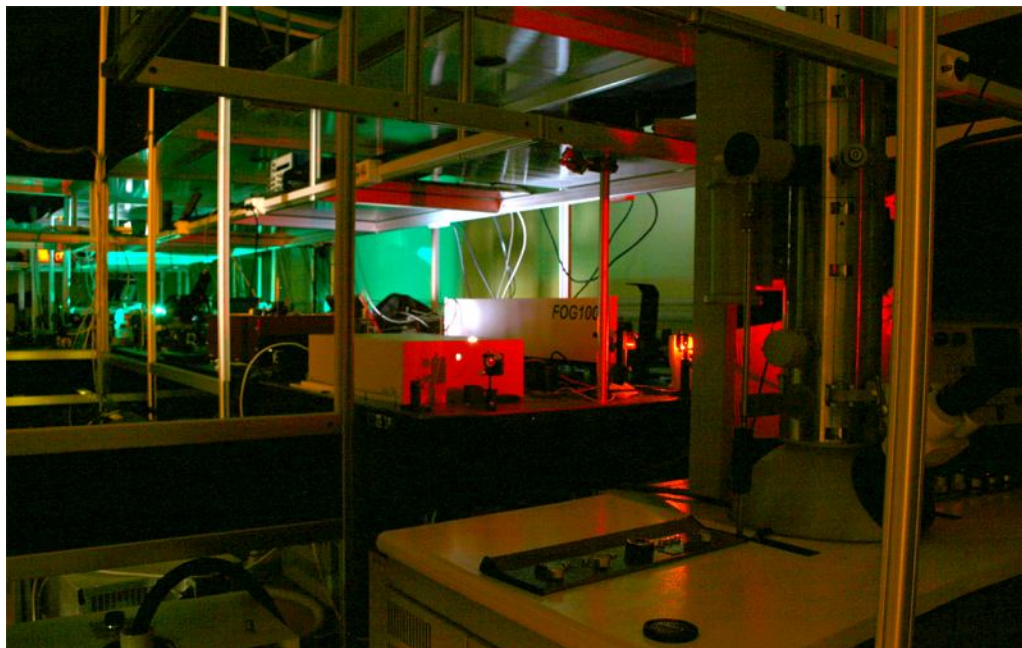


Рис. 2. Общий вид установки динамической просвечивающей электронной микроскопии, разработанной сотрудниками МИРЭА-РТУ и Института спектроскопии РАН.

В результате созданы фильмы электромагнитного возбуждения в компоненте оптически возбужденного метаматериала. Сверхбыстрый электронный микроскоп может быть использован для визуализации электродинамических явлений в ультраминиатюрных и ультрабыстрых устройствах. Достижения 4D сверхбыстрой электронной микроскопии в области наноплазмоники и нанопотоники позволили наблюдать за динамикой взаимодействий фотонов и вещества в атомном масштабе с ультрабыстрым разрешением в изображении, дифракционном и энергетическом пространстве.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Ищенко А.А., aischenko@yasenevo.ru |
| Организация: | МИРЭА-Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова) - кафедра АХ им. И.П. Алимарина |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие методы определения. Электронная микроскопия |

Методы разделения и концентрирования (без хроматографических).

Общие вопросы пробоподготовки

Аннотация. Предложен ряд новых способов пробоподготовки, основанных, в том числе, на сорбции и экстракции аналитов. Среди аналитов – преимущественно биологически активные органические вещества (токсичные, биогенные, лекарственные и др.), немногочисленные исследования посвящены концентрированию ионов металлов. Для сорбционного концентрирования использовали как известные, так и новые сорбенты на органической (органополимерной), неорганической (силикагели) основе, а также углеродные материалы. Увеличилась доля работ, посвященных получению и использованию магнитных сорбентов. Продолжен поиск новых экстрагентов (например, ионных жидкостей и родственных им эвтектических смесей) для концентрирования неорганических и органических аналитов, в первую очередь гидрофильных.

Сорбционные методы

Выявлены закономерности удерживания одностепенных N, O, S-содержащих органических соединений из потока воздуха сорбентами на основе хлоридов переходных металлов: Ni, Co(II) и Cu(II). Обнаружено более высокое сродство хлорида никеля по отношению к азотсодержащим соединениям (ацетонитрилу, нитрометану и пиридину), кобальта – к кислородсодержащим соединениям (низшим спиртам и кетонам), меди – к серосодержащим соединениям (меркаптанам и сероводороду). Выявленные закономерности хорошо согласуются и принципом ЖМКО Пирсона.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Родинков О.В., o.rodinkov@spbu.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра АХ |
| Город: | Санкт_Петербург |
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты: | Анализ газов |

Изучена сорбция фенола, 4-нитрофенола, пентахлорфенола и нонилфенола с применением магнитного сорбента на основе частиц Fe₃O₄, модифицированных гуминовыми кислотами, выделенными из различных природных источников (бурый уголь, торф, чернозем и сапрпель). Изучены характеристики полученных сорбентов: удельная площадь поверхности,

намагниченность насыщения, содержание гидроксильных, карбоксильных групп и азота. Наилучшее извлечение всех фенолов наблюдали при рН 3–6, кроме пентахлорфенола, степень извлечения которого была максимальна при рН 3–4. Максимальные значения степени извлечения составили 61, 68, 89 и 94% для фенола, 4-нитрофенола, пентахлорфенола и нонилфенола, соответственно.

Разработан способ модификации частиц Fe_3O_4 полимером на основе N-винилпирролидона с молекулярными отпечатками 4-нитрофенола. Обоснованы условия синтеза сорбента: соотношения сшивающего агента и функционального мономера, а также темплата и функционального мономера. Размер частиц сорбента составил около 100 нм.

Предложена установка для концентрирования 4-нитрофенола из водных растворов в динамических условиях. Достигнуто 96%-ное извлечение аналита при 100-кратном концентрировании. Изучена селективность полученного полимера. Импринтинг-фактор по отношению к 4-нитрофенолу составил 3.8.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Суханов П.Т., pavel.suhanov@mail.ru ; Губин А.С., goubinne@mail.ru ; Кушнир А.А. kushnir_aleksei@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии, кафедра технологии органического синтеза, переработки полимеров и техносферной безопасности |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты: | Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры; |

Изучена индивидуальная и совместная сорбция органических и неорганических ионов на полярных и неполярных материалах. В статических и динамических условиях определены основные сорбционные характеристики токсичных веществ из сложных растворов, содержащих катионы тяжелых металлов, неорганические анионы и анионогенные поверхностно активные вещества (АПАВ). Подобраны условия обнаружения и количественного определения двухзарядных катионов меди, никеля, кобальта и цинка на волокнистых и сшитых катионообменниках и полиамфолитах; фторид-, нитрат- и нитрит-ионов на анионообменниках; олеата натрия и додецилсульфата натрия – на активированных углях,

шунгите и кремнеземах. Катионы тяжелых металлов разделяли на аминофосфоновом ионообменнике, неорганические анионы – на слабоосновном анионообменнике, АПАВ концентрировали на фильтрующем слое, состоящем из активированного угля и ионообменного волокна. Полученные результаты позволили выбрать сорбенты и предложить методики обнаружения и разделения целевых аналитов, реализованные с использованием сорбционных патронов.

Авторы: Бондарева Л.П., larbon@mail.ru; Чесноков А. И. alexchesvan@gmail.com; Прушинская А.А. alina.prushinskaya@yandex.ru
Организация: Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Сорбционные методы. Тест-методы и тест-средства анализа

Выбраны условия сорбционного концентрирования катехоламинов из мочи и плазмы крови методом динамической твердофазной экстракции с использованием колонки, заполненной сверхсшитым полистиролом, а также магнитными сорбентами на основе сверхсшитого полистирола. Оптимизировано сочетание предложенных способов концентрирования с методами определения аналитов: ВЭЖХ с амперометрическим детектированием, а также спектрофотометрией (с использованием наностержней золота).

Выбраны условия сорбционного концентрирования амфениколов на сверхсшитом полистироле и магнитном сорбенте на его основе перед их определением методом ВЭЖХ.

Авторы: Дмитриенко С.Г., dmitrienko@analyt.chem.msu.ru; Апяри В.В., apyari@mail.ru; Золотов Ю.А.
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования
Город: Москва
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Биологические и медицинские объекты

Для повышения чувствительности определения фосфорорганических аналитов (алкилфосфоновых кислот (АРА), О-алкилалкилфосфоновых кислот (АлкМРА), глифосата, (G1), глюфосината (G2, а также аминометилфосфоновой кислоты (АМРА)) разработаны способы группового концентрирования этих аналитов на сорбенте Hypersep Hypercarb. Установлены максимально возможные объемы анализируемого раствора, из которых достигается количественное извлечение аналитов, а также скорости пропускания анализируемого раствора. Выбраны составы десорбирующих растворов, обеспечивающих количественную десорбцию аналитов в минимальный объем элюата: 0,5 % водный раствор формиата аммония (АРА), субкритическая вода при 200 °С (АлкМРА), 1 %-ный раствор аммиака в 80 % метаноле (G1, G2 и АМРА). В выбранных условиях коэффициенты концентрирования аналитов составили 90 (АРА, G1, G2 и АМРА) и 150 (АлкМРА).

В рамках модели сольватационных параметров Абрахама изучена сорбционная система «Hypercarb – 10% метанол – субкритическая вода при 175°С», рассчитаны сольватационные параметры. Наибольший вклад в удерживание аналитов вносит мера молекулярного объема. Модель проверена на статистическую устойчивость с использованием метода «bootstrapping», построены доверительные интервалы для сольватационных параметров. Разработана процедура для теоретического прогноза вида кривых десорбции аналитов на основе модели сольватационных параметров и модели динамики сорбции. Экспериментально получены off-line кривые десорбции для подтверждения прогноза.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Цизин Г.И., tsisin@analyt.chem.msu.ru ; Статкус М.А., mstatkus@gmail.com |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты | Фосфорорганические соединения |

Предложен способ получения магнитных нанокompозитных сорбентов, основанный на сорбции магнитных наночастиц (МНЧ) Fe₃O₄ на гидрофобизированных кремнеземах с различными структурными характеристиками. Исследованы магнитные свойства, устойчивость и

структурные характеристики полученных сорбентов. Изучено влияние внедрения наночастиц Fe_3O_4 в матрицу сорбентов на их сорбционную способность. Установлено, что сорбционные свойства гидрофобизированных кремнеземов, модифицированных МНЧ, зависят от структурных параметров кремнеземной матрицы и размеров молекул сорбатов.

Авторы: Тихомирова Т.И., tikhomirova-tatyana@yandex.ru
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования
Город: Москва
Методы: Сорбционные методы;
Объекты:

Методом магнитной твердофазной экстракции (МТФЭ) изучена сорбция кверцетина (КВ), рутина (РУ), мирицетина (МИ), морины (МО) и нарингенина (НАР) на наночастицах магнетита, модифицированных ПЭИ, а также на наночастицах с двойной оболочкой $SiO_2@ПЭИ$. Показано, что степень извлечения аналитов растет с увеличением pH среды. КВ, РУ, МИ и МО количественно извлекаются на сорбенте МНЧ@ПЭИ при pH 9 – 11, а НАР при pH 9. При использовании сорбента с двумя оболочками МНЧ@ $SiO_2@ПЭИ$ интервал pH сорбции флавоноидов смещается на 2-3 ед. в менее щелочную область, например, для НАР оптимальным является pH 7, а для КВ и РУ pH 7-8. Другой эффект состоит в значительном расширении интервала pH (5-11) количественной сорбции мирицетина. Показано, что количественная десорбция в случае МНЧ@ПЭИ возможна 0.1 М NaOH, а в случае МНЧ@ $SiO_2@ПЭИ$ смесью этанола или ацетонитрила с 1%-ной уксусной кислотой. Показано, что концентрирование аналитов со степенью извлечения > 90% возможно из объемов 25 – 100 мл на сорбенте массой 23 мг для наночастиц МНЧ@ПЭИ и 130 мг для наночастиц МНЧ@ $SiO_2@ПЭИ$ при концентрации флавоноидов в растворе порядка $1 \cdot 10^{-8}$ М. Рассчитаны коэффициенты концентрирования флавоноидов на сорбенте МНЧ@ПЭИ, которые при извлечении из 25 мл изменяются в интервале $(11 - 19) \cdot 10^2$, а при увеличении объема до 100 мл достигают величин $(30 - 75) \cdot 10^2$. Значения lgD флавоноидов варьируются в интервале от 3.2 до 5.6. Показано, что существенное влияние на сорбцию оказывает число гидроксильных групп в молекуле флавоноида и присутствие гликозидного заместителя. Применение МТФЭ значительно упрощает и ускоряет процедуру отделения сорбента от

жидкой фазы матричного раствора за счет использования явления суперпарамагнетизма и позволяет сочетать концентрирование с определением методом жидкостной хроматографии.

Методом МТФЭ изучено влияние рН, массы сорбента, концентрации красителя, времени перемешивания на сорбцию пищевых азокрасителей Е-129 и Е-151 на наночастицах магнетита, модифицированных хитозаном (ХТЗ) и полиэтиленимином (ПЭИ), найдены оптимальные условия их сорбции на уровне 95–99%. Установлено, что сорбция пищевых азокрасителей на $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ХТЗ}$ и $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ПЭИ}$ удовлетворительно описывается моделью Ленгмюра. Изучено влияние природы элюента на десорбцию красителей и показано, что количественная десорбция на уровне 95–98% достигается при использовании водного раствора NaOH с концентрацией 0,1 М. Экспериментально проверена возможность регенерации модифицированных ХТЗ и ПЭИ наномагнетита после сорбции азокрасителей. Показано, что наибольшая степень извлечения красителей Е-129 и Е-151 в интервале концентраций 10^{-7} – 10^{-5} М достигается при массе МНЧ 13 мг. Предложен способ, позволяющий проводить концентрирование красителей 12 раз. Рассчитаны значения коэффициентов концентрирования, которые изменяются в интервале $(2.2 - 5.8) \cdot 10^3$ и коэффициенты распределения. Показана возможность определения красителей Е-129 и Е-151 в напитках.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Штыков С.Н. shtykovsn@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты: | Биологические объекты. Пищевые продукты |

Установлены закономерности сорбции гликозидов *Mucogossi* хитозаном в равновесных и кинетических условиях. Найдены оптимальные условия сорбционного концентрирования сапонинов.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Мироненко Н.В. natashamir@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии, |
| Город: | Воронеж |

| | |
|----------|-------------------------|
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты: | Органические соединения |

Исследованы возможности извлечения метанала из водных растворов волокнистыми ионообменниками марки ФИБАН (Беларусь). Установлены особенности использования волокнистых амфолитов и описан механизм поглощения ими алифатического альдегида, выявленный методом ИК-спектроскопии. Отмечены закономерности кинетики сорбции метанала, показавшие эффективность применения волокнистых амфолитов А-5W и АК-22 с низкоосновными функциональными группами. Установлено, что наличие высокоосновных функциональных групп в структуре сорбента снижает сорбционную емкость волокон по метаналу.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Воронюк И.В., Елисеева Т.В. tatyanaeliseeva@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии, |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Сорбционные методы; |
| Объекты: | Органические соединения |

Построены изотермы сорбции карбоновых кислот молекулярно-импринтированными полимерами (МИП) на основе полиимида. Установлено, что МИПы обладают большей сорбционной способностью по отношению к молекулам кислот, чем их полимеры сравнения. Налучшей сорбционной способностью характеризуется МИП с отпечатками масляной кислоты. Для молекулярно-импринтированных полимеров импринтинг-фактор (IF) имеет значение от 3.0 до 15.1 и уменьшается в ряду IFМИП-Butyric > IFМИП-Palm > IFМИП-Ole > IFМИП-Propionic > IFМИП-Acetic.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Као Ньят Линь (Вьетнам), Зяблов А.Н. alex-n-z@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии, |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Сорбционные методы; |
| Объекты: | Органические соединения |

Исследована адсорбция энантимеров аланина на одностенных углеродных нанотрубках (УНТ). Экспериментально показано, что

нанотрубки имеют большее сродство к D-аланину по сравнению с L-аланином. Выполнено компьютерное моделирование энантиомеров аланина на хиральных модельных углеродных нанотрубках. Показано, что D-аланин имеет большую энергию адсорбции на правовращающих УНТ и требует меньшей величины посадочной площадки.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Бутырская Е.В.; bev5105@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии, |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Сорбционные методы; |
| Объекты: | Органические соединения |

Изучена сорбция синтетических пищевых красителей полиимидами с молекулярными отпечатками. Установлены значения импринтинг-фактора для полимеров с молекулярными отпечатками красителей. На основании полученных результатов разработан способ определения синтетических красителей E102, E110, E122, E123, E124, E127, E131, E132, E133, E142 модифицированными пьезоэлектрическими сенсорами в безалкогольных напитках.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Хальзова С.А. (Борисоглебск); Зяблов А.Н. alex-n-z@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии, Лаборатория МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области |
| Город: | Воронеж, Борисоглебск |
| Методы: | Сорбционные методы. Химические сенсоры (без электрохимических) |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Продолжено изучение селективных свойств сорбентов на основе сульфозтилированных аминополимеров для разделения и концентрирования ионов металлов. Охарактеризованы свойства сорбентов на основе сшитых полиаллиламина и полиэтиленимина в зависимости от степени их модифицирования и условий сорбционного эксперимента. Установлены оптимальные условия для селективного отделения серебра (I) от ряда ионов переходных и щелочноземельных металлов сорбентом на основе

сульфоэтилированного полиаллиламина со степенью модифицирования 1.0. Показано, что материал на основе сульфоэтилированного полиэтиленimina в зависимости от условий сорбционного эксперимента может использоваться для селективного концентрирования меди (II), меди (II) и серебра (I) или группового извлечения ряда ионов переходных металлов.

Авторы: Неудачина Л.К., Ludmila.Neudachina@urfu.ru; Петрова Ю.С., petrova.yu.s@mail.ru
Организация: Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Институт естественных наук и математики кафедра аналитической химии и химии окружающей среды
Город: Екатеринбург
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Металлы

Исследованы сорбционные свойства N-функционализированных сорбентов – полисилоксанов, модифицированных 3-аминопропильными и 2-аминоэтил-3-аминопропильными группами; выявлена их высокая селективность по отношению к палладию и платине. Установлено, что существенное влияние на селективные свойства синтезированных сорбентов оказывает кислотность среды. Подобраны условия для группового извлечения ионов платиноидов.

Продолжено изучение селективных свойств полисилоксана, модифицированного группами рубановодородной кислоты, по отношению к сорбции ионов палладия и серебра при их одновременном присутствии в растворе. Полученные результаты исследования сорбции ионов металлов на дитиооксамидированном полисилоксане позволили разработать методику разделения серебра и палладия. По сравнению с известными методами извлечения благородных металлов предлагаемая методика не требует использования токсических растворителей, отличается высокой селективностью в отношении сорбции аналита и позволяет за один цикл сорбции-десорбции получить растворы, содержащие 10% Pd–94% Ag и 50% Pd–7% Ag по сравнению с их исходным содержанием.

Авторы: Холмогорова А.С., kholmoghorovaa@mail.ru
Организация: Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Институт естественных наук и математики кафедра

| | |
|----------|--|
| | аналитической химии и химии окружающей среды |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Сорбционные методы |
| Объекты: | Благородные металлы |

Для разработки методов анализа отходов радиоэлектронной и радиотехнической промышленности разработан способ разложения проб с последующим групповым концентрированием токсичных элементов (ТЭ) и благородных металлов (Pt, Pd, Au) (БМ). Для этих целей синтезированы и опробованы гетероцепные полимерные S,N- содержащие сорбенты ProSorb TE (для выделения и концентрирования ТЭ) и ProSorb NM (для выделения и концентрирования БМ). Предложенные сорбенты характеризуются высокой степенью извлечения определяемых элементов, емкостью, в десятки раз превосходящую емкость, например, активированного угля, высокой селективностью, возможностью работы в сложных по составу растворах. Сорбенты опробованы на модельных и реальных растворах проб и показали положительные результаты.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Барановская В.Б., baranovskaya@list.ru Дальнова О.А., Еськина В.В. |
| Организация: | Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, лаборатория химического анализа НИТУ МИСиС, лаборатория разделения и концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Сорбционные методы. Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП, атомно-абсорбционные методы |
| Объекты | Органические соединения |

Предложен новый способ синтеза плёнок микро- и нанотолщины на основе алюмосиликатов на поверхности подложки, отличающихся периодической структурой. Систематически изучено влияния условий синтеза на текстурные параметры пленок. Предложен химизм протекающих процессов. Показана возможность их химического модифицирования нанокластерами Fe(III) и дальнейшего практического применения в качестве высокочувствительных твердотельных оптических тест-систем при определении антибиотиков тетрациклинового ряда.

Авторы: Оскотская Э.Р., Oskotskaya@yandex.ru; Грибанов Е.Н., gribanovEN@gmail.com
Организация: Орловский государственный университет им. И.С. Тургенева, кафедра химии
Город: Орел
Методы: Сорбционные методы;
Объекты: Фармацевтические препараты

Изучены сорбционные свойства композиционных кремнеземных сорбентов, модифицированных нанослоями фторполимеров, полианилинов и полиамидов, содержащих ароматический азот, фтор, а также донорные и акцепторные фрагменты, по отношению к нуклеиновым кислотам (ДНК и РНК) и белкам, различающимся молекулярной массой и рI. Применение таких сорбентов в пробоподготовке при молекулярной диагностике (в частности, при проведении ПЦР-анализа) не только обеспечивает одностадийное выделение нуклеиновых кислот, но также позволяет выделять белковые соединения с одновременной их очисткой от примесей, присутствующих в исходной смеси. Проведено сравнение свойств указанных материалов в режиме статической сорбции с применением компактных спинколонок и в режиме динамической сорбции методом спектрально-корреляционной интерферометрии. Изучено влияние химического состава, морфологии и поверхностного заряда указанных полимерных покрытий на их сорбционные свойства. Обсуждены вероятные механизмы сорбции биополимеров на исследованных сорбентах. Использование разработанных подходов к анализу свойств сорбентов и полученных данных открывает новые возможности для синтеза композиционных сорбентов с заданными свойствами. Проведены систематические исследования по разработке сорбентов для одностадийного выделения биополимеров из сложных биологических смесей.

Авторы: Ищенко А.А., aischenko@yasenevo.ru
Организация: МИРЭА-Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова), кафедра АХ им. И.П. Алимарина
Город: Москва
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Биологические объекты

Разработан способ разделения α - и β -аланина, а также смеси аминокислот: глицина и α -аланина, глицил-глицина и α -аланина на полимере с молекулярным отпечатком α -аланина. Установлено, что на полимере с молекулярным отпечатком сорбируется только α -аланин, что свидетельствует о способности синтезированных полимеров распознавать ту аминокислоту, которая использовалась в качестве шаблона при их синтезе.

Авторы: Зяблов А.Н. alex-n-z@yandex.ru
Организация: Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Сорбционные методы.
Объекты: Органические соединения

Исследована возможность концентрирования фенольных компонентов экстрактов лекарственного растительного сырья различными сорбентами на основе силикагеля и сополимеров стирола и винилпирролидона. Изучена сорбция и десорбция флавоноидов и их гликозидов, фенольных кислот в составе лекарственных растений. Показано, что степени извлечения флавоноидов близки к 100% на всех сорбентах, для извлечения фенольных кислот предпочтительны полимерные сорбенты.

Авторы: Темердашев З.А. temza@kubsu.ru
Организация: Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Биологические объекты

Синтезирован силикагель с ковалентно иммобилизованной имидазолиевой группой, изучены его свойства. Рассчитана полная обменная емкость полученного гибридного материала, которая составила 0.26 ± 0.02 мМ/г. Показано влияние концентрации KCl и HCl на коэффициенты распределения Cu(II), Ni(II), Co(II), Cd(II) и Pd(II) на модифицированном силикагеле. Построены фронтальные динамические выходные кривые Pd(II), характеризующегося высоким коэффициентом распределения в выбранных статических условиях ионного обмена (0,1 М HCl) для различных уровней начальных концентраций аналита. Показано отсутствие влияния эквимольных количеств Fe(III), Al(III), Cu(II), Ni(II), Co(II) и Zn(II), а также

изменения общей минерализации до 35 г/л на коэффициент распределения Pd(II) в динамических условиях ионного обмена.

Авторы: Коншина Дж.Н. jfox@list.ru
Организация: Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Металлы

Показана возможность применения металл-органических координационных полимеров (МОКП) для концентрирования химических форм ртути путем ТФЭ из водных сред. Предложена оригинальная конструкция, состоящая из системы картриджей для проведения ТФЭ из водных сред. В качестве неподвижной фазы применяли UIO-66 и его модифицированную меркаптоэтанолам форму (UIO-66-BME). Показано, что степень извлечения MeHg⁺ и PhHg⁺ достигает 95%. Для расширения круга определяемых аналитов предложена процедура модификации МОКП UIO-66 бета-меркаптоэтанолам. В результате применения UIO-66-BME удалось осуществить извлечение трех форм ртути: Hg²⁺, MeHg⁺, PhHg⁺ на уровне ~ 95%. Предложенный метод обеспечивает возможность раздельного определения растворенных ртути (II), метил- и фенилртути в водных растворах из МОКП после ТФЭ с использованием анализатора ртути РА-915⁺ на уровне 0.05 мкг/л для ртуть-органических соединений в случае ТФЭ на UIO-66 и 0.05 мкг/л для ртуть-органических соединений и ртути (II) в случае ТФЭ на UIO-66-BME (для вводимого объема пробы 5 мл). Важным преимуществом РА-915⁺ является возможность осуществлять определение ртути на уровне химических форм в полевых условиях и при ТФЭ, проведенной непосредственно после пробоотбора, за счет чего удается избежать ряда проблем, связанных с трансформацией химических форм ртути при хранении.

Авторы: Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru
Организация: Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Аналитическая лаборатория
Город: Новосибирск
Методы: Сорбционные методы
Объекты: Органические соединения

Показана возможность извлечения кверцетина из его ацетонитрильных растворов с использованием мезопористого материала SBA-15. Продолжены работы по модификации мезопористых материалов - получен силилированный композит на основе SBA-15. Показано, что силилирование данного материала приводит к снижению емкости по отношению к аналиту.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Беланова Н.А. belanovana@mail.ru ; Карпов С.И. karsiv@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Методы концентрирования |
| Объекты: | Органические соединения |

Жидкостная экстракция

Для деэмульгирования микроэкстрактов применен метод электрофлотации. Достоинством такого подхода является легкость изменения потока и размеров газовых микропузырьков. Образование газовых микропузырьков происходит на платиновых электродах, впаянных в стеклянный концентратор. Объем воды в концентраторе составлял 20 мл, а высота водяного столба – 6 см. Объем выделявшихся газов в проведенных экспериментах составил 2 – 7 мл. Размер микропузырьков не превышал десятые доли миллиметра. Концентрация введенной в раствор соли (K_2SO_4) составляла 1%, что на порядок ниже, чем при химическом деэмульгировании кислотным разложением карбонатов. В качестве экстрагента применяли толуол. Объем микроэкстракта составлял 7 – 10 мкл, а степень извлечения полициклических ароматических углеводов из воды – 62-95%. Пределы хроматомасс-спектрометрического обнаружения ПАУ составили $1 \cdot 10^{-5}$ - $6 \cdot 10^{-6}$ мг/л.

Разработана методика ионохроматографического определения моно-, ди-, и трихлоруксусной кислот в воде (5 мл) с предварительным жидкофазным микроэкстракционным концентрированием. Исследовано влияние pH на эффективность концентрирования кислот. Показано, что при pH 0.5 хлоруксусные кислоты находятся в молекулярной форме. В качестве экстрагента использован метил-трет-бутиловый эфир. Для улучшения метрологических характеристик определения органическую матрицу экстракта заменяли на водную испарением его при комнатной температуре и

растворением сухого остатка в элюенте. Конечный объем концентрата составил 20 мкл. Достигнуты пределы ионохроматографического обнаружения хлоруксусных кислот $1 \cdot 10^{-3} - 8 \cdot 10^{-3}$ мг/л, что в 20–600 раз ниже предельно допустимых значений для этих веществ.

Авторы: Крылов В.А., k658995@mail.ru
Организация: Нижегородский государственный университет, кафедра аналитической химии
Город: Нижний Новгород
Методы: Жидкостная экстракция; Хромато-масс-спектрометрия
Объекты: Органические вещества

С целью осуществления химического анализа природных и технических объектов продолжены исследования аналогов ионных жидкостей с пиразолонами для количественного индивидуального и группового извлечения ионов элементов из кислых растворов в комбинации с атомной спектрометрией и вольтамперометрией.

Авторы: Темерев С.В., temerev@mail.ru
Организация: Алтайский государственный университет, кафедра техносферной безопасности и аналитической химии
Город: Барнаул
Методы: Экстракция;
Объекты: Неорганические соединения

Изучено межфазное распределение гистидина, метионина и пролина в экстракционных системах на основе N-винилформамида (ВФ) при различных соотношениях равновесных фаз, концентрациях полимера и высаливателей. В качестве экстрагентов аминокислот применены поли-N-винилформамид (ПВФ) и сополимер ВФ с N-винилимидазолом (ВИ). При соотношении объемов фаз 10:2 и концентрации аминокислот $2,2 \cdot 10^{-4} - 2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ степень однократного извлечения гистидина и метионина достигала 94–95% (высаливатель – сульфат аммония). Пролин извлекается более эффективно при концентрации $5,0 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³. Дальнейшее повышение концентрации аминокислот не приводит к их максимальному извлечению, так как в водном растворе полимера образуются ассоциаты, при этом освобождается связанная вода, которая переходит в равновесную водно-солевую фазу. Степень извлечения аминокислот сополимером ВФ-ВИ достигает 96–98 % при

молярном соотношении сомономеров 9:1. Применение гомо- и сополимеров на основе ВФ позволило эффективно извлекать аминокислоты из их смеси: при концентрации аминокислот в смеси $2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ и соотношении равновесных фаз 10:2 достигается их максимальное извлечение около 99 % при использовании в качестве экстрагента сополимера ВФ-ВИ. Лучший результат для систем на основе ПВФ зафиксирован при концентрациях $2,2 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³: степень извлечения аминокислот составляла 94–95 %. Содержание аминокислот после экстракции определяли методом капиллярного электрофореза.

С целью изучения экстракции сорбиновой кислоты из объектов со сложной матрицей изучено ее межфазное распределение в системе сополимер N-винилформамид – 1-винил-3,5-диметил-пиразол – хлорид аммония. Максимальная степень извлечения при однократной экстракции сорбиновой кислоты (≈ 95 %) достигнута при соотношении объемов фаз 10:4; концентрациях сополимера 0,15 г/см³ и консерванта 0,045 /см³. Установлено влияние pH на экстракцию сорбиновой кислоты (максимальная степень извлечения характерна для систем с pH ниже 5), предложен механизм ее взаимодействия с экстрагентом. За счет образования водородных связей при самоассоциации молекул увеличение концентрации сорбиновой кислоты может не приводить к повышению степени ее извлечения. Сополимер ВФ-ВДМП оказался более эффективным экстрагентом по отношению к сорбиновой кислоте, чем ранее примененный нами сополимер N-винилформамида с N-винилимидазолом, в системе с которым степень извлечения едва превышала 90 %. Сорбиновую кислоту в водно-солевом растворе определяли методом капиллярного электрофореза в выбранных условиях.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Мокшина Н.Я., moksnad@mail.ru |
| Организация: | Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина», кафедра физики и химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Экстракция |
| Объекты: | Органические соединения |

Получены новые эвтектические растворители (точнее называть их легкоплавкими смесями) на основе доступного и биологически совместимого соединения, ванилина, и четвертичных аммониевых солей. Эти растворители использованы для экстракции ионов металлов (тяжелые металлы, РЗЭ) из водных растворов и последующего определения.

Исследованы условия разделения фаз в двухфазной системе бромид тетрабутиламмония – высаливатель – вода и исследована экстракция ионов металлов Cd(II), Co(II), Cu(II), Ni(II), Pb(II), Zn(II) из водных растворов с групповым реагентом ПАР. Реализовано сочетание экстракционного концентрирования металлов в данной системе с определением методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой, отличающееся низкими пределами обнаружения.

Авторы: Плетнев И.В. pletnev@analyt.chem.msu.ru
Организация: Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования
Город: Москва
Методы: Экстракция
Объекты: Металлы

Исследовано извлечение фенола и его гидроксипроизводных с применением индивидуальных и смешанных мицелл ПАВ неионного и катионного типов с цифровой регистрацией аналитического сигнала. Данный подход основан на цветной реакции фенолов с диазотированным 4-нитроанилином и мицелярной экстракции продуктов их взаимодействия (азосоединения). Оптимизированы параметры мицелярной экстракции (рН, концентрации реагентов, NaOH и этанола) для эффективного извлечения азосоединений исследованных фенолов. Предложенный способ позволяет определять фенол и резорцин на уровне ПДК с погрешностью, не превышающей 10%. Для качественной оценки присутствия фенолов наряду с цветометрическими (R, G, B) применены геометрические (площадь – S, периметр – P) параметры соответствующих лепестковых диаграмм. Градуировочные зависимости линейны в пределах $1 \times 10^{-7} - 3 \times 10^{-5}$ М для фенола; $1 \times 10^{-7} - 2 \times 10^{-5}$ М для резорцина и флороглюцина.

Авторы: Доронин С.Ю., doroninsu@mail.ru
Организация: Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии
Город: Саратов
Методы: Экстракция. Тест-методы и тест-средства анализа
Объекты: Органические соединения

Предложен новый аналитический реагент - 5-(4-пропаргилокси-фенилазо)хинолин-8-ол (PAQ). На основе электронных спектров в УФ/видимой области, зарегистрированных для растворов PAQ в различных органических растворителях (хлороформ, этилцеллозольв, диметилсульфоксид, N,N-диметилформамид, ацетонитрил), установлено наличие явления сольватохромии, которая может быть объяснена наличием азохинон-гидразонной таутомерии. Установлена его комплексообразующая способность по отношению к Cu(II), Zn(II) в условиях жидкость-жидкостной экстракции в системе хлороформ-вода. Состав экстрагируемых комплексных соединений Cu(II) и Zn(II) соответствует формулам CuPAQ и ZnPAQ₂. Степени извлечения Cu(II) и Zn(II) из растворов в диапазоне концентраций 0.1 – 4 мг/л составляют 95.8 % и 99.7 % соответственно.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Коншина Дж.Н. jfox@list.ru |
| Организация: | Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Краснодар |
| Методы: | Экстракция |
| Объекты: | Металлы |

Другие методы разделения и концентрирования

Разработан новый экстракционный способ фракционирования нефти на узкие фракции с помощью сверхкритического диоксида углерода, не имеющий мировых аналогов. Низкотемпературный процесс экстракции с использованием растворителя на базе СК-СО₂ позволил существенно увеличить суммарный выход фракций – с 58 до 83 масс. % – по сравнению с общепринятым методом атмосферно-вакуумной дистилляции. Сущность и уникальность способа – выделение узких фракций нефти при низких температурах (50°C) за счет изменения состава растворителя, а не параметров процесса. Добавление толуола (до 40 масс. %) в качестве модификатора СК-СО₂ позволило в широком диапазоне регулировать выход различных фракций экстракта и добиться глубокого и селективного разделения нефтяного образца, преодолев ограничения и недостатки общепринятого метода атмосферно-вакуумной дистилляции (АВД). В результате экстракционного разделения было получено 9 фракций нефти. Определены содержание коксового остатка, общей серы, микроэлементный и

групповой состав полученных фракций экстрактов и остатка процесса и установлена их взаимосвязь.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Марютина Т.А., t_maryutina@mail.ru |
| Организация: | ГЕОХИ (Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского) РАН, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Методы: | Другие методы разделения и концентрирования (сверхкритическая флюидная экстракция) |
| Объекты: | Нефти и нефтепродукты |

Разработан и запатентован в Европейском патентном агентстве новый способ экстракции. Целевые органические вещества извлекают из водосодержащей среды с помощью экстракционного вымораживания (ЭВ) в условиях действия поля центробежных сил. После предварительного добавления в пробу водного раствора, водосодержащей биологической жидкости, водной вытяжки различных объектов органического экстрагента, в т.ч. растворимого или ограниченно растворимого (ацетонитрил, ацетон, диэтиловый эфир, этилацетат и т.п.) кристаллизацию водной части осуществляют охлаждением смеси в условиях центрифугирования, т.е. под воздействием поля центробежных сил. За счет действия центробежных сил в условиях сжатия разности плотностей контактирующих фаз, в т.ч. воды, экстрагента, растворенных газов, твердой фазы (ее гранулометрического состава), гидродинамических факторов, вязкости жидких и т.д., а также вибрации, при замораживании удается достичь более гомогенной структуры кристаллической водной фазы.

Bekhterev V.N. A Method of Recovery of Organic Substances from Aqueous Media by Freeze-out Extraction under the Action of Centrifugal Force // Patent EPO №3357873. 2019. European Patent Bulletin. №45. 06.11.2019. P.940

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Бехтерев В.Н. vic-bekhterev@yandex.ru |
| Организация: | Сочинский государственный университет, Инженерно-экологический факультет |
| Город: | Сочи |
| Методы: | Другие методы разделения и концентрирования |
| Объекты: | Органические соединения |

Изучены характеристики разделения триптофана и минеральной соли методом электродиализа с ионообменными мембранами и гранульными

ионообменниками, находящимися в межмембранном пространстве, оценены взаимодействия материала мембран, а также катионо- и анионообменников засыпки с боковым радикалом триптофана (гетероциклический фрагмент), приводящие к «отравлению» не только анионо-, но и катионообменного материала. Структурные изменения исследованы методами сканирующей электронной микроскопии и ИК-спектроскопии, показано их влияние на разделение компонентов раствора.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Харина А.Ю., Елисева Т.В. tatyanaeliseeva@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Другие методы разделения и концентрирования. |
| Объекты: | Органические соединения |

Общие вопросы пробоподготовки

Описаны основные закономерности метода "удерживания кислоты" (Acid Retardation) для хроматографического разделения смесей в концентрированных кислых растворах и разработанных авторами новых его вариантов, удобных для использования в химическом анализе. Представлены результаты исследований по апробации нового подхода к разделению смесей электролитов с использованием колонок, в которых слой анионита заполнен органической жидкостью, несмешиваемой с водой и водными растворами. На примерах разделения компонентов минерализата, полученного разложением почвы азотной кислотой, на анионите АВ-17 в нитратной форме показана перспективность предложенного подхода для пробоподготовки в элементном анализе, в частности, для эффективного уменьшения кислотности растворов разложения трудно разлагаемых проб.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Хамизов Р.Х., khamiz@geokhi.ru ; Крачак АН., Груздева А.Н. |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского) РАН, Москва - лаборатория радиохимии; - лаборатория сорбционных методов; - лаборатория инструментальных методов и органических реагентов; - лаборатория концентрирования; - лаборатория радиоаналитических и электрохимических методов; |
| Город: | Москва |
| Методы: | Общие вопросы пробоподготовки |

Объекты:

Разработан новый гибридный метод, включающий автоматизированную микроэкстракцию аналитов в эмульсию экстрагента, *in situ*, образуемую при подкислении солей органических кислот, и ВЭЖХ-МС определение.

Разработан новый гибридный метод анализа твердофазных проб, который включает образование *in situ* глубоко эвтектического растворителя (ГЭР) при нагревании его прекурсоров непосредственно в смеси с твердофазной пробой.

Обсуждена возможность применения фосфорорганических кислот в качестве экстрагентов с «переключаемой» полярностью для выделения тетрациклинов из сбросных вод.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Булатов А.В. bulatov_andrey@mail.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет), Институт химии, кафедра аналитической химии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Общие вопросы пробоподготовки |
| Объекты: | Органические соединения |

Предложенный способ определения катехоламинов с использованием НИК-модифицированных капилляров обеспечил снижение пределов обнаружения определяемых аналитов (до 2.9–3.2 мкг) за счет снижения сорбции аналитов на стенках капилляра и увеличения эффективности разделения. Для дальнейшего увеличения чувствительности определения изучены возможности различных вариантов внутрикапиллярного концентрирования (стэкинга с усилением поля и электростэкинга), что позволило снизить ПО катехоламинов до 68–72 нг/мл. Применение модифицированных нанокатионитом капилляров в сочетании со стэкингом с усилением поля позволило использовать метод капиллярного электрофореза для экспрессного определения основных аналитов (катехоламинов) в сложных матрицах природного происхождения.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Карцова Л.А., kartsova@gmail.com |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра органической химии, |

| | |
|----------|--|
| Город: | лаборатория хроматографии Санкт-Петербург |
| Методы: | Методы разделения и концентрирования (без хроматографических). Общие вопросы пробоподготовки Концентрирование в кариллярном электрофорезе |
| Объекты: | Медицинские объекты |

Рассмотрены критерии выбора, аналитические возможности и современные тенденции развития методов концентрирования в анализе газовых сред. Отмечены: быстрое развитие методов пассивного пробоотбора; миниатюризация устройств для концентрирования, включая микрошприцы для твердофазной микроэкстракции и иглообразные концентраторы; широкое внедрение сорбентов на основе нанокристаллических материалов, прежде всего графена; разработка поверхностно-слоистых сорбентов, в том числе, на основе солей переходных металлов

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Родинков О.В., o.rodinkov@spbu.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет. Институт химии. Кафедра аналитической химии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Общие вопросы пробоподготовки |
| Объекты: | Газовые среды |

Методы обнаружения и идентификации

Выявлены основные физико-химические формы существования радионуклидов (окислительные, истинно-коллоидные, псевдоколлоидные, органические и неорганические растворимые комплексы, адсорбаты на клетках микробов и биопленках) в модельных растворах и реальных водах Сибирского химического комбината, отобранных из водоносных горизонтов с разной глубины в зависимости от абиотических факторов и в присутствии микробных сообществ.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Новиков А.П. |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН |
| Город: | Москва |
| Методы: | Методы обнаружения и идентификации |
| Объекты: | Природные, технологические воды |

Разработана и широко апробирована на базе медицинских учреждений (женские консультации) методика экспрессной оценки состояния, уровня пролеченности заболеваний, динамики изменения гинекологического статуса пациенток по составу равновесной газовой фазы над биопробами с применением массива газовых сенсоров на наноструктурах разной природы. Универсальность подхода подтверждена положительным опытом мониторинга состояния крупного рогатого скота (коровы) по наличию и содержанию приоритетных биомолекул газов патогенных состояний.

Авторы: Кучменко Т.А., tak1907@mail.ru ; Доровская Е.С.
Организация: Воронежский ГУИТ (государственный шуниверситет инженерных технологий), кафедра физической и АХ;
Город: Воронеж
Методы: Методы обнаружения и идентификации
Объекты: Медицинские объекты

СПОСОБЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ

ОБЩИЕ ПОДХОДЫ К АНАЛИЗУ

Анализ в потоке

Для решения природоохранных задач разработан новый автоматизированный гибридный метод, предполагающий микроэкстракционное выделение тяжелых металлов непосредственно в шприцевом насосе проточного анализатора с применением глубоких эвтектических растворителей в качестве диспергаторов

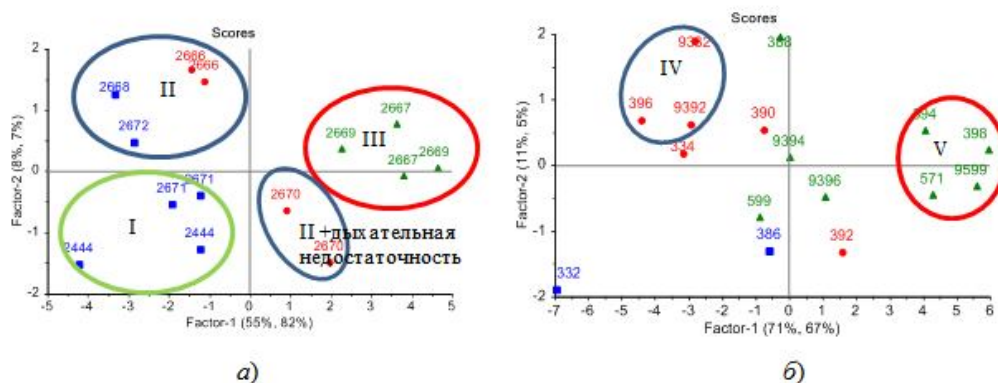
Авторы: Булатов А.В. bulatov_andrey@mail.ru
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Анализ в потоке
Объекты: Объекты окружающей среды

Получены индикаторные бумаги с иммобилизованным нингидрином и п-диметиламинобензальдегидом для тест-определения амоксициллина. Подобраны условия проведения реакции в зависимости от температуры и времени. Построены цветовые шкалы для визуально-колориметрического и цветометрического определения. Определены значения цветовых параметров по цветовым моделям RGB, CMYK, HSB, выбраны оптимальные каналы по яркости, контрастности, чувствительности. Построены линейные зависимости выбранных цветовых параметров от концентрации антибиотика. Проведена математическая обработка тест-средств с построением лепестковых диаграмм в координатах цветовых моделей R, G, B, C, M, Y, K. Получены линейные зависимости параметров «площадь», «периметр лепестковых диаграмм» от концентрации антибиотика, позволяющие проводить количественную оценку содержания лекарственного препарата. На основании проведенных исследований разработана и апробирована простая экспрессная методика определения антибиотика в лекарственных препаратах. Методика апробирована на двух препаратах отечественных производителей, выпускаемых в таблетках.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Косырева И.В., i_kosyreva@mail.ru , Маракаева А. |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Тест-методы и тест-средства анализа. |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Разработка новых методов и средств диагностики состояния верхних дыхательных путей молодняка крупного рогатого скота (Работа проводится в рамках гранта РНФ). Предложено применение массива неселективных химических пьезосенсоров для анализа проб конденсата выдыхаемого воздуха малого объема, без предварительной их подготовки. Установлено, что сигналы сенсоров с пленками ПЭГ-2000, МО, ТХ-100, МУНТ характеризуются максимальной дифференцирующей способностью при определении патологии органов дыхания у телят. Предложен алгоритм обработки выходных данных сенсоров при анализе равновесной газовой фазы над пробами конденсата выдыхаемого воздуха. Установлено, что

«визуальные отпечатки» максимальных сигналов сенсоров отличаются для разных возрастных групп животных (новорожденные и 1-1,5, месячные). Проведено соотнесение различных веществ-маркеров со степенью поражения органов дыхания для разных возрастных групп телят. Наибольшими диагностическими и ранжирующими свойствами характеризуются расчетные характеристики (α_{inj}, m_{inj}) массива сенсоров. Правильность и чувствительность предлагаемого подхода диагностики состояния дыхательной системы у телят по параметру подобия составляет 83% и 93 % соответственно. Основным преимуществом подхода является простота работы и обслуживания массива сенсоров, возможность эксплуатации во внелабораторных условиях. Построена регрессионная модель методом проекции на латентные структуры, прогнозирующая клиническое состояние новорожденных телят, которая позволяет выделять все диагностические группы с погрешностью менее 4 %, и регрессионная модель для прогнозирования бактериальной обсемененности трахеального смыва (КОЕ/мл) 1,5 месячных телят по результатам анализа проб конденсата выдыхаемого воздуха с погрешностью не более 20 %.



Графики счетов ПЛС-моделей для прогнозирования индекса WI (а) и бактериального обсеменения трахеального смыва (КОЕ/мл) (б) по выходным данным массива сенсоров при анализе РГФ над пробами КВВ от новорожденных (а) и 1-1,5 месячных (б) телят: I – группа «здоровые со стороны дыхательной системы», II – группа «с субклиническим течением респираторных заболеваний», III – группа «с симптомами поражения органов дыхания», IV – группа с бактериальным обсеменением трахеального смыва менее 100 КОЕ/мл, V – группа с бактериальным обсеменением трахеального смыва более 10000 КОЕ/мл.

Проанализирована взаимосвязь первичных выходных данных массива сенсоров с наноструктурированными покрытиями (площади многомерных аналитических сигналов сенсоров – «визуальных отпечатков») в парах

биопроб телят (носовая слизь, конденсат выдыхаемого воздуха) с клиническими и лабораторными показателями, связанными с воспалением или наличием возбудителей инфекций, сопровождающим поражение органов дыхания животных. Установлено, что многомерные аналитические сигналы массива сенсоров для разных видов биопроб не коррелируют между собой, но по показателю доли трудно десорбирующихся веществ (кислоты, разветвленные алифатические, циклические амины) в общей смеси легколетучих соединений положительно оценена возможность замены проб конденсата выдыхаемого воздуха на пробы носовой слизи, которая отбирается быстро и менее травматично, для мониторинга состояния здоровья верхних дыхательных путей молодняка крупного рогатого скота. Установлена статистически значимая корреляция между откликами массива сенсоров для проб носовой слизи и биохимическими показателями повреждения клеток респираторного тракта в конденсате выдыхаемого воздуха (активность аспаратаминотрансферазы, аланинаминотрансферазы и концентрация креатинина), индексом дыхательной недостаточности, содержанием лейкоцитов в крови. Отклики сенсоров для проб носовой слизи являются более информативными для ранней диагностики респираторных заболеваний у телят.

Кучменко Т.А., Шуба А.А., Умарханов Р.У., Дроздова Е.В., Черницкий А.Е. Применение пьезоэлектронного носа для оценки состояния дыхательной системы у телят по легколетучим соединениям. // Журнал аналитической химии. 2020. Т. 75. № 5. С. 449-457. (IF 0.940, Q4)

Кучменко Т.А., Шуба А.А., Умарханов Р.У., Черницкий А.Е. Оценка корреляции сигналов «электронного носа» для носовой слизи и конденсата выдыхаемого воздуха телят с клиническими и лабораторными показателями. // Аналитика и контроль. 2019. № 4. С.557-562. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.4.014. (IF 0.540, Q4)



Авторы: Кучменко Т.А., tak1907@mail.ru;
Шуба А.А., an-mishina@yandex.ru; Умарханов Р.У.;
rus_270487@mail.ru; Черницкий А.Е. cherae@mail.ru
Организация: ВГУИТ, кафедра физической и аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Тест-методы и тест-средства анализа
Объекты: Медицинские объекты

Химические сенсоры (без электрохимических)

С целью разработки сенсорных материалов для определения общей антиоксидантной активности различных объектов с использованием золь-гель технологии синтезированы допированные железом(III) кремниевые (Si/Fe(III)) и кремний-титановые (SiTi/Fe(III)) ксерогели. С увеличением содержания титана (0-12,5 об.%) уменьшается площадь поверхности и средний диаметр пор (установлено с использованием метода низкотемпературной адсорбции азота). При этом улучшается удерживание железа(III) (от 0,04 до 0,13 масс.%, определено спектрофотометрически). С использованием твердофазной спектрофотометрии показана возможность образования окрашенных комплексов железо(II)-1,10-фенантролин в ксерогелях в присутствии антиоксидантов. Выбраны условия получения чувствительных материалов - Si/Fe(III) и SiTi/Fe(III), модифицированных 1,10-фенантролином, его содержание составляет 0,207-0,216 ммоль/г. Оценены характеристики твердофазно-спектрофотометрического определения ОАА в различных объектах с использованием разработанных чувствительных материалов.

С целью разработки сенсорных материалов для определения катионных ПАВ изучено влияние хлорида цетилпиридиния (ХЦП) на взаимодействие в системах трифенилметановые соединения (эриохромцианин R, хромазуrol S, пирокатехиновый фиолетовый) - кремний-титановые ксерогели. Выбраны условия и разработана методика для оперативного твердофазно-спектрофотометрического определения 6-20 мг/л ХЦП в сточных водах.

Авторы: Моросанова Елена Игоревна emorosanova@gmail.com
Организация: МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет,
кафедра аналитической химии
Город: Москва

| | |
|----------|-------------------------|
| Методы: | Химические сенсоры |
| Объекты: | Органические соединения |

Разработан способ определения карбоновых кислот в жидких средах пьезоэлектрическими сенсорами на основе молекулярно-импринтированных полимеров, которые были получены в соответствии с результатами квантово-химического моделирования структуры предполимеризационного комплекса. Сенсоры апробированы при анализе карбоновых кислот в производственных растворах. Показано, что разность результатов определения кислот в составе продуктов переработки этилового спирта пьезоэлектрическим сенсором и методом хромато-масс-спектрометрии не превышает 10%. Предел обнаружения для уксусной, пропионовой, масляной кислот составляет $1 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³, для пальмитиновой и олеиновой кислот – $4 \cdot 10^{-4}$ – $5 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Као Ньят Линь (Вьетнам); Зяблов А.Н. alex-n-z@yandex.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Химические сенсоры (без электрохимических) |
| Объекты: | Органические соединения |

Предложен новый подход к созданию оптических сенсоров для определения белков на основе микроструктурированных оптических волокон с полый сердцевинной (МОВ). Анализ спектров пропускания волокон с использованием хеометрических методов позволил проводить определение бычьего сывороточного альбумина и альбумина яичного белка в бинарных смесях, а также иммуноглобулина G в их присутствии при концентрациях до 10 мкг/мл.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бурмистрова Н.А., naburmistrova@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Химические сенсоры. Хеометрика, математизация химического анализа |
| Объекты: | Биологические объекты |

Аннотация. Анализ отчетов показывает, что работы по наноаналитике проводятся в одних и тех же центрах в Москве (МГУ, ГЕОХИ РАН, Технологическом университете), Саратове, Екатеринбурге, Воронеже. Особенность данного года в том, что кроме синтеза, изучения свойств и применения в анализе различных наночастиц и мицелл ПАВ), появились работы по анализу химического состава самих наночастиц или наночастиц с сорбированными аналитами (ГЕОХИ РАН). Можно отметить сочетание влияния мицелл и наночастиц серебра, варьирование диапазона рН сорбции наномангнетита применением наночастиц ядро/оболочка₁/оболочка₂ (Саратовский ГУ), проведение аналитических реакций с наночастицами на поверхности пенополиуретана (МГУ). Работы по наноаналитике других научных групп возможно присутствуют в других разделах общего отчета.

Методом химического соосаждения синтезированы магнитные наночастицы (МНЧ) магнетита, найдены оптимальные условия модификации их поверхности катионами полиэтиленимина (ПЭИ), диоксидом кремния и двойным слоем, состоящим из диоксида кремния, покрытого ПЭИ. Методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) найден размер синтезированных МНЧ (6-8 нм). Показано, что предварительная модификация МНЧ диоксидом кремния увеличивает интервал рН сорбции катионов ПЭИ и интервал высокого положительного заряда поверхности наномангнетита (+30 мВ) на 3 единицы в щелочную область (до рН 9), что связано с увеличением величины их отрицательного дзета-потенциала при покрытии оболочкой диоксида кремния. Наночастицы охарактеризованы также методами ИК-спектроскопии, динамического рассеяния света, рентгеновской дифрактометрии, получены кривые намагниченности.

Проведено сравнение МНЧ магнетита, модифицированных двумя разными полиэлектролитами: полиэтиленимином (ПЭИ) и хитозаном, их средний размер по данным просвечивающей микроскопии составляет 12 нм и 15 нм, соответственно. С применением метода динамического рассеивания получены данные распределения МНЧ по размерам и измерен их дзета-потенциал. Установлено, что ζ -потенциал МНЧ самого магнетита близок 0

мВ, модификация хитозаном увеличивает его до значения + 44 мВ, а полиэтиленгликолем до +25-+30 мВ. МНЧ охарактеризованы также методами рентгеновской дифракции, ИК-спектроскопии. Получены кривые намагниченности МНЧ и показано, что модификация полимерами уменьшает величину намагниченности. Незначительный гистерезис кривых подтверждает их суперпарамагнитные свойства. Исследовано влияние рН среды на ζ -потенциал, характеризующий заряд наночастиц. Показано, что природа полиэлектролита влияет на положение изоэлектрической точки и плато интервала рН с постоянным значением потенциала. Модификация наномagnetита ПЭИ по сравнению с хитозаном расширяет интервал рН положительного потенциала на 2 ед. в щелочную область, что связано с присутствием в молекуле ПЭИ первичных, вторичных и третичных аминогрупп, обладающих разными протолитическими свойствами. Этот факт способствует сорбции анионов красителей в слабокислой и щелочной области.

Спектрофотометрическим методом изучено влияние времени и кислотности среды на устойчивость растворов флавоноидов в условиях сорбции на магнетите. На примере кверцетина показано, что молекулярная форма устойчива в водном растворе в течение первых 10 минут, а в последующие 20 мин оптическая плотность уменьшается на 15%, а его комплекса с ПЭИ на 25%. Диссоциированные формы кверцетина и их ассоциаты с ПЭИ окисляются растворенным кислородом уже в первую минуту и тем быстрее, чем больше рН раствора. Такое же сильное влияние растворенного кислорода отмечено для щелочных растворов мирисетина. Показано, что добавление в водный раствор сульфита натрия позволяет стабилизировать диссоциированную ионную форму кверцетина при рН 9-10 в течение первых 2 минут и более надежно определять рК диссоциации его ОН-групп. Спектры поглощения других флавоноидов (рутина, морина и нарингенина) во всем интервале рН не изменяют своей формы, а оптическая плотность за 30 минут уменьшается не более чем на 5-10%.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Штыков С.Н. shtykovsn@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |
| Город: | Саратов |
| Метод: | Наноаналитика. Сорбция. |
| Объекты: | Биологические объекты. Пищевые продукты |

Предложен новый способ синтеза магнитных наночастиц (на основе магнетита, ферритов магния, кобальта и др.) с заданными свойствами, позволяющий одновременно проводить покрытие получаемых магнитных наночастиц полимерной оболочкой и модифицирование ионной жидкостью.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Марютина Т.А. t_maryutina@mail.ru |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН |
| Город: | Москва |
| Метод: | Наноаналитика |
| Объекты: | |

Для имитации фермента пероксидазы синтезированы наночастицы берлинской лазури, обладающие присущей природному ферменту селективностью и до 200 раз превосходящие его по каталитической активности. Каталитическая константа синтезированных наночастиц пропорциональна их объему: так, для частиц с $d = 80$ нм $k_{\text{кат}} = 1.2 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$. По сравнению с известными неорганическими наночастицами-катализаторами восстановления H_2O_2 , наночастицы БЛ сохраняют активность в физиологических рН и не обладают активностью в реакции восстановления кислорода. Частицы стабильны при хранении в виде суспензии около года и сохраняют активность после высушивания. Простота выделения, возможность контроля размера получаемых частиц и их функционализации на стадии синтеза, масштабируемость методики синтеза, стабильность при хранении и низкая себестоимость препарата наночастиц свидетельствуют о перспективности применения «искусственной пероксидазы» на основе берлинской лазури в аналитической химии и для задач биотехнологии.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Карякин А.А., aak@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория электрохимических методов анализа |
| Город | Москва |
| Метод | Наноаналитика |
| Объекты | Органические соединения |

Новый подход к изучению размера, дзета-потенциала и долгосрочной устойчивости наночастиц окружающей среды в водных системах. Наночастицы (НЧ) окружающей среды являются носителями питательных и токсичных элементов, их устойчивость определяет подвижность и, соответственно, транспорт элементов в водных системах. Впервые на примере НЧ вулканического пепла разработан комбинированный подход, основанный на одновременном применении капиллярного электрофореза и лазерной дифракции, к определению распределения по размерам и дзета-потенциала НЧ окружающей среды, а также к оценке их агрегационной устойчивости в водных средах. Показано, что НЧ вулканического пепла устойчивы в нейтральной и слабощелочной среде (рН 7.2 и 8.5) и неустойчивы в слабокислой (рН 5.5). Продемонстрирована возможность прямого преобразования электрофореграмм в кривые распределения частиц по размерам. Также показано, что НЧ вулканического пепла устойчивы в водных средах в течение длительного времени и, следовательно, обладают высоким потенциалом для транспорта элементов в поверхностных водах.

Надежность прямого анализа наночастиц окружающей среды методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Наночастицы (НЧ) существовали на нашей планете всегда (как часть пыли, вулканического пепла, почвы) и являются неотъемлемой её частью. Элементный анализ НЧ необходим при изучении процессов их образования, трансформации и миграции в окружающей среде. Традиционно, их анализ сопровождается процедурой кислотного разложения, которая может включать стадии разбавления и испарения, что ухудшает пределы обнаружения элементов и ограничивает возможности анализа в целом. Альтернативой может быть прямой анализ суспензий НЧ. На примере НЧ вулканического пепла оценены возможности прямого анализа НЧ окружающей среды методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП). Показано, что концентрации Al, Fe, Y, La, Ce, Pr, Gd, Ho, Cu, Tl и Pb, найденные прямым анализом НЧ и после разложения их суспензий, хорошо согласуются. Значения относительного стандартного отклонения находятся в диапазоне от 1-14%. Ряд элементов (например, Se, Te, Sn, Bi) может быть определен только при использовании прямого анализа суспензий. Результаты доказали надежность прямого МС-ИСП анализа НЧ и возможность его применения при создании гибридных систем, позволяющих

проводить одновременную характеризацию размера и анализ НЧ окружающей среды.

Авторы: Федотов П.С., fedotov_ps@mail.ru Организация:
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.
Вернадского РАН, лаборатория геохимии наночастиц
Город: Москва
Метод: Наноаналитика. Масс-спектрометрия с ИСП
Объекты: Объекты окружающей среды

Предложен синтез наночастиц золота (фито-AuНЧ) с использованием восстановительных свойств экстрактов из листьев растений (фитосинтез), соответствующий концепции зеленой химии. Установлено влияние антиоксидантной активности (АОА) экстрактов на кинетику фитосинтеза, размер образующихся фито-AuНЧ и стабильность их наносuspензий. Скорость образования суспензий фито-AuНЧ увеличивается с возрастанием АОА экстракта. Методами просвечивающей электронной микроскопии, УФ-видимой спектрофотометрии и динамического рассеяния света установлено, что более высокая АОА экстракта приводит к уменьшению среднего размера фито-AuНЧ, увеличению доли малых ($d \leq 5$ нм) и уменьшению доли больших ($d \geq 31-50$ нм) фито-AuНЧ, а также к увеличению дзета-потенциала по абсолютной величине. Суспензии фито-AuНЧ, синтезированные с использованием экстрактов, более устойчивы к дестабилизации электролитом и ультразвуком по сравнению с суспензиями, синтезированными с использованием цитрата натрия. Таким образом, АОА экстракта является важным параметром управления фитосинтезом и прогнозирования свойств фито-AuНЧ. Предложенный подход может быть применен для целевого отбора растительного экстракта, который будет использоваться для синтеза наночастиц металлов с заданными свойствами.

Stozhko N. Yu., Bukharinova M. A., Khamzina E. I., Tarasov A. V., Vidrevich M. B., Brainina Kh. Z. The effect of the antioxidant activity of plant extracts on the properties of gold nanoparticles, Nanomaterials, 2019, 9(12): 1655. DOI: 10.3390/nano9121655 (IF 4.034, Q1)

Авторы: Стожко Н.Ю., sny@usue.ru; Бухаринова М.А.;
Организация: Уральский государственный экономический университет,
кафедра физики и химии, научно-инновационный центр
сенсорных технологий
Город: Екатеринбург
Метод: Наноаналитика

Продолжены работы по изучению спектральных и аналитических характеристик наноаналитических систем на основе наночастиц серебра и золота различной морфологии, а также композитов наночастиц с пенополиуретаном. Разработаны способы спектрофотометрического определения катехоламинов (адреналина, дофамина) и их метаболитов (гомованилиновой и ванилилминдальной кислот) с использованием треугольных нанопластинок серебра в коллоидном растворе. Выбраны условия определения, обеспечивающие наилучшие аналитические характеристики. Пределы обнаружения для указанных веществ составляют 3, 130, 0,25 и 1,2 мкМ соответственно.

Установлена возможность определения суммарного содержания катехоламинов в плазме крови и моче с использованием наностержней золота и их композитов с пенополиуретаном и разработаны соответствующие способы определения методами спектрофотометрии и спектроскопии диффузного отражения с использованием мини-спектрофотометра – калибратора мониторов.

Изучена возможность использования процессов формирования наночастиц золота и серебра на поверхности пенополиуретана, приводящие к образованию нанокompозитов, для определения тиосоединений, найдены оптимальные условия их определения с пределами обнаружения порядка 0,8 мкМ. Нанокompозиты получали борогидридным методом, при этом борогидрид натрия предварительно сорбировали на пенополиуретане в выбранных условиях с последующим внесением модифицированного полимера в раствор золотохлористоводородной кислоты или нитрата серебра. Начаты работы по использованию процессов формирования наночастиц серебра для определения флавоноидов в варианте микрофлюидных аналитических устройств на основе бумаги.

Разработаны способы определения иодид-ионов, свободного иода и иодирующихся органических соединений, основанные на динамической газовой экстракции молекулярного иода потоком воздуха и детектировании паров иода бумагой с треугольными нанопластинками серебра в варианте цифровой цветометрии с использованием сканера (совместно с Южным федеральным университетом).

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Дмитриенко С.Г., dmitrienko@analyt.chem.msu.ru ; Апери В.В., apyari@mail.ru ; Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru |
| Организация: | МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования |
| Город: | Москва |
| Метод: | Наноаналитика; Спектроскопия диффузного отражения |
| Объекты: | Медицинские объекты. Органические соединения |

Изучено влияние ионов иттрия, мицелл поверхностно-активных веществ (ПАВ) и pH на комплексообразование и флуоресцентные свойства фторхинолонов. Образование хелата в нейтральной и слабощелочной среде сопровождается смещением максимума спектра флуоресценции в коротковолновую область на 10-20 нм, возрастанием его интенсивности в 4 раза, а в среде мицелл ПАВ дополнительно еще в 3 раза. Найдены оптимальные условия флуоресценции хелатов левофлоксацина, энрофлоксацина с Y^{3+} в мицеллах анионных ПАВ в диапазоне концентраций $1.0 \cdot 10^{-8} - 2.0 \cdot 10^{-5}$ М и разработаны флуориметрические методики определения этих антибиотиков в лекарственных препаратах.

Изучено влияние синтезированных боргидридным методом наночастиц (НЧ) серебра (средний диаметр 5 ± 2 нм, и ζ -потенциал -30 мВ) на флуоресцентные свойства комплексов ионов Y^{3+} с фторхинолонами в водном растворе в отсутствие и в присутствии мицелл ПАВ. Показано, что при предварительной химической модификации поверхности НЧ ионами Y^{3+} возможен безызлучательный перенос энергии возбуждения к антибиотику и рост интенсивности флуоресценции фторхинолона при pH 6 – 8 до 5 раз. В присутствии мицелл анионных ПАВ флуоресценция дополнительно возрастает, но только на 25%. Найдены оптимальные условия и разработаны флуориметрические методики определения левофлоксацина и энрофлоксацина в воде, диапазон определяемых концентраций левофлоксацина составляет $3.0 \cdot 10^{-9} - 1.0 \cdot 10^{-5}$ М.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Смирнова Т.Д., Smirnovatd@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра аналитической химии и химической экологии |

| | |
|----------|---|
| Город: | Саратов |
| Метод: | Наноаналитика; Другие спектроскопические методы |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Установлено влияние концентрации наночастиц углеродных нанотрубок (УНТ), а также их распределения между гидрофобной матрицей и гидрофильными порами в перфторированных сульфокатионообменных мембранах на характеристики перекрёстно чувствительных ПД-сенсоров в растворах гидрофобных аминокислот и сульфаниламидов. Показано, что УНТ, частично присутствующие в порах мембраны, являются дополнительными центрами для π - π -, донорно-акцепторных и электростатических взаимодействий с аналитами. Дополнительно на сорбцию гидрофобных и содержащих ароматические фрагменты аналитов оказывает влияние изменение влагосодержания и диффузионной проницаемости мембран. *(Результаты получены совместно с Лабораторией ионики функциональных материалов ИОНХ РАН (зав. лабораторией – д.х.н., проф., член.-корр. РАН Ярославцев А.Б.).*

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Бобрешова О.В. bobreshova@chem.vsu.ru ; Паршина А.В. parshina_ann@mail.ru |
| Организация: | Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии |
| Город: | Воронеж |
| Метод: | Наноаналитика. Сорбция |
| Объекты: | |

Получены новые, гидрозолы наноразмерных ионообменников (наноионитов, НИО) трех типов: НИК КУ-2, НИА АВ-17, из которых на ионообменных колонках удален сопутствующий электролит. Осуществлены динамические процессы ионного обмена с участием НИО: очистка и перевод гидрозолей в соответствующие стандартные состояния; твердофазный ионный обмен для насыщения частиц гидрозолей комплексообразующими лигандами или лекарственными веществами и впервые показана возможность твердофазного ионного обмена. Методом электропроводности систематически исследована подвижность формы и другие характеристики НИО. Найдено, что в процессе коагуляции при смешении эквивалентных количеств гидрозолей НИК и НИА образуются осадки в виде дендримеров,

имеющие как катионообменную, так и анионообменную емкости, составляющие примерно 25% от исходных величин. Это свойство позволит создавать плотные макропористые материалы с функциями амфолитов. Образцы НИА и НИК испытаны коллегами из СПбГУ (группа проф. Л.А. Карцовой) в качестве модификатора фонового электролита в методах капиллярного электрофореза и электрохроматографии. Показано, что использование НИО многократно улучшает показатели методов при анализе как неорганических, так и органических ионных форм. Применение НИО в качестве модификаторов неподвижной фазы в ионной хроматографии позволило предложить новый вариант одновременного определения анионов и катионов с химическим подавлением электропроводности, который применен для серийного ионного хроматографа в варианте анионной хроматографии без ущерба для его основной функции, что сокращает расходы на оборудование и время определения.

Впервые реализована идея концентрирования следовых компонентов аналита на НИО, позволившая увеличить интенсивность эмиссии в методе ИСП АЭС. Эффект, названный наносорбционным усилением атомной эмиссии (НСУ), обусловлен малыми по сравнению с длинами волн излучаемого спектра размерами частиц сорбента и связанной с этим когерентностью излучения сорбированных атомов. Усиление сигнала прямо связано с эффективностью концентрирования аналитов частицами НИО. Для этого в пробу, подаваемую на анализ, дозируют небольшое количество гидрозоль НИО. Во избежание загрязнения пробы гидрозоль НИО подвергается глубокой ионообменной очистке. Новый метод позволяет существенно снизить пределы обнаружения различных элементов, представленных в пробе ионными формами соответствующей полярности, и, соответственно, осуществлять *speciation analysis*.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Долгоносков А.М., amdolgo@mail.ru ; Хамизов Р.Х. |
| Организация: | Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория сорбционных методов |
| Город: | Москва |
| Метод: | Наноаналитика |
| Объекты: | |

Разработка методов направленного синтеза нетоксичных и босовместимых наноразмерных функциональных материалов для

одновременной диагностики и терапии опухолей различной этиологии является актуальной задачей современного материаловедения. Применение наночастиц (НЧ) в терапии объясняется: во-первых, хорошим транспортом внутри живых организмов даже по самым тонким капиллярам и проникновением в клетки путем эндоцитоза, а во-вторых, возможностью их модификации молекулами различных веществ, создавая композиты «наночастица/биологически активная оболочка» с селективностью на тот или иной тип клеток и способные направленно концентрироваться в требуемом месте организма. Это позволяет существенно снизить негативное физиологическое влияние лекарств за счет снижения вводимых доз, и в то же время повысить концентрацию препарата в необходимой области организма, обеспечивая терапевтический эффект. Для решения этой задачи применяли биосовместимые частицы нанокристаллического кремния, состоящего из кристаллического ядра кремния, покрытого пористым слоем (оболочкой) диоксида кремния, продуктом метаболизма которых является кремниевая кислота, которая содержится в организме и даже полезна для образования костной и соединительной тканей. НЧ, полученные плазмохимическим способом, проявляют сильную флуоресценцию, вызванную дефектами, локализованными на поверхности раздела кремний – диоксид кремния при облучении материала ультрафиолетом. Сочетание квантовых точек с современными оптическими фотолюминесцентными методами - наиболее удачный вариант применения оптического диапазона эмиссии для исследования *in vivo*. Очевидная дешевизна наноматериала для оптического имиджинга (томографии), компактность и безопасность по сравнению с другими видами томографии и уникальные свойства квантовых точек открывают возможность широкого применения их в лабораторных и медицинских целях. Полученный в работе результат свидетельствует о возможности использования нанокремния, полученного плазмохимическим методом как для неинвазивной визуализации распределения наночастиц и их биodeградации в живых организмах, так и для изучения локализации наночастиц в органах методами микроскопии, а также для лечения онкологических заболеваний. Установлен факт ингибирования роста опухоли и замедления процесса метастазирования после введения наночастиц плазмохимического кремния. Техническим результатом является препарат на основе ассоциатов частиц нанокристаллического кремния, покрытых оболочкой из оксидов кремния состава SiO_x , ($1 < x < 2$), с размером 20-30 нм, состоящих из элементарных частиц диаметром 1-5 нм, полученных плазмохимическим способом.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Ищенко А.А., aischenko@yasenevo.ru |
| Организация: | МИРЭА - Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова), кафедра аналитической химии им. И.П. Алимарина |
| Город: | Москва |

Микрочипы. Микрофлюидика

Автоматизация пробоподготовки для молекулярно-генетического анализа позволяет исключить влияние человеческого фактора на его результаты, повысить воспроизводимость анализа, снизить время анализа. Использование планарных конфигураций микрофлюидного устройства с серпантинным каналом за счет уменьшения длины термодиффузии обеспечивает эффективную теплопередачу при проведении лизиса клеток, дает возможность реализовать стадии сорбции и десорбции нуклеиновых кислот на магнитных частицах в непрерывном ламинарном потоке жидкости. Расчет конфигураций серпантинного канала с разным числом витков с варьируемым соотношением между прямолинейными и изгибными участками позволяет формировать каналы, обеспечив оптимальную термостабилизацию реакционной области. Разработан и апробирован прототип микрофлюидного устройства для лизиса клеток и выделения нуклеиновых кислот на магнитных частицах. Продемонстрирована работоспособность устройства на модельных объектах: E.coli и фрагмент кДНК гена GAPDH (длиной 226 п.о.). Регистрация и оценка результатов выделения нуклеиновых кислот осуществлялась методом полимеразной цепной реакции в реальном времени. Показано, что разработанное устройство по эффективности выделения нуклеиновых кислот не уступает обычным процедурам, значительно сокращая время пробоподготовки.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Евстрапов А.А., an_evs@mail.ru |
| Организация: | Институт аналитического приборостроения РАН |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Общие вопросы пробоподготовки. Микрочипы. Микрофлюидика |

Локальный анализ

Разработана математическая модель стационарного нагрева анализируемого микрообъема электронным зондом с учетом уноса тепла излучением для априорной оценки температуры анализируемого микрообъема в рентгеноспектральном микроанализе.

Разработан способ расчетной оценки локальности определений в низковольтном рентгеноспектральном микроанализе с учетом неоднородности генерации рентгеновского излучения в анализируемом микрообъеме.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Филиппов М.Н., fil@igic.ras.ru (Москва); М.А. Степович (Калуга) |
| Организация: | Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского |
| Город: | Москва, Калуга |
| Методы: | Локальный анализ |
| Объекты: | |

Изучены химические, структурные и морфологические изменения порошка на основе полиамида-12 в процессе 3D-печати различными физико-химическими методами. Исследовали следующие характеристики порошков: динамическая вязкость расплавов первичного и вторичного порошков по показателю текучести расплава; степень кристалличности; инфракрасные спектры; молекулярно-массовое распределение. Проведен морфологический анализ цифровых изображений и синхронный термический анализ. Можно выделить несколько определяющих факторов, вызывающих деградацию свойств смешанного порошка: изменение фазового равновесия в полимере; различие в геометрических характеристиках зёрен первичного и вторичного порошков; уменьшение однородности структуры во вторичном порошке; увеличение молекулярно-массового распределения порошка вследствие термоокислительной деструкции. Установлено, что причинами появления дефектов на изделиях являются химические, фазовые и морфологические изменения структуры зёрен ВП в процессе предыдущего цикла 3D-печати. У повторно используемого порошка выявлено увеличение доли мелкой фракции, увеличение доли частиц неправильной формы и незначительное появление ассоциированных частиц. Для количественной оценки наиболее

репрезентативных параметров, максимально чувствительных к изменениям для разных порошков, проведен корреляционный анализ с расчетом коэффициента корреляции (Пирсона) с помощью инструмента “Корреляция” пакета “Анализ данных”. Результаты показаний корреляционной матрицы соответствуют визуальному анализу гистограмм и предоставляют количественную оценку исследуемых параметров.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Мокшина Н.Я., moksnad@mail.ru ; Хрипушин В.В. |
| Организация: | Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина», кафедра физики и химии |
| Город: | Воронеж |
| Методы: | Локальный анализ |
| Объекты: | Полимеры |

Предложен, теоретически и практически обосновывается ***принципиально новый метод изучения метаболомики*** в отдельных органах и системах человека по результатам анализа участка кожи в режиме in line набором химических пьезосенсоров. Участок кожи человека определен по результатам более чем 4000 измерений как индикатор состояния многих органов и систем. Особенность и оригинальность метода – получение информации в течение 180 с в открытой системе измерения с обработкой данных в оригинальном программном обеспечении с погрешностью 5-15 %. Основа принятия решения – более 20 расчетных *унифицированных* показателей, рассчитанных по сигналам единичных сенсоров и их массива, с определенными для каждого показателя референтными границами нормы и степени отклонения от нее с качественным описанием причинности. *По совокупности характеристик методики анализа и информативности полученных результатов литературный поиск не установил аналогов на мировом уровне.*

Авторы: Кучменко Т.А., tak1907@mail.ru
Организация: ВГУИТ, кафедра физической и аналитической химии
Город: Воронеж
Методы: Способы осуществления анализа и обработки данных.
Локальный анализ
Объекты: Медицинские объекты

Хеометрика, математизация химического анализа

Предложен новый способ неинвазивной экспресс-диагностики рака предстательной железы на основе мультисенсорного потенциометрического анализа мочи с обработкой получаемых данных методами машинного обучения. Продемонстрирована эффективность нового подхода на целой серии реальных образцов от здоровых добровольцев и пациентов с диагностированным заболеванием. Показано, что чувствительность и специфичность анализа значительно превосходят традиционный иммуноферментный метод диагностики по содержанию простат-специфического антигена.

*[Solovieva S.](#), [Karnaukh M.](#), [Panchuk V.](#), [Andreev E.](#), [Kartsova L.](#), [Bessonova E.](#), [Legin A.](#), [Wang P.](#), [Wan H.](#), [Jahatspanian I.](#), [Kirsanov, D.](#) Potentiometric multisensor system as a possible simple tool for non-invasive prostate cancer diagnostics through urine analysis. // *Sensors & Actuators: B. Chemical*. 2019. V. 289. P. 42–47. DOI: 10.1016/j.snb.2019.03.072 (IF 6.390, Q1)*

Обобщены и проанализированы типичные методологические ошибки при проведении измерений с мультисенсорными системами для искусственной оценки вкуса различных образцов. Описаны подходы к правильной постановке подобных экспериментов.

*[Kirsanov D.](#), [del Valle M.](#) Avoiding nonsense in electronic taste sensing(Review). // *Trends In Analytical Chemistry*. 2019. V. 121. 115675. DOI: 10.1016/j.trac.2019.115675. (IF 8.428, Q1)*

Авторы: Кирсанов Д.О., d.kirsanov@gmail.com
Организация: Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, лаборатория прикладной хеометрики
Город: Санкт-Петербург
Методы: Хеометрика, математизация химического анализа

Гепарин представляет собой полимер, который используется в качестве

антикоагулянта для лечения заболеваний сердечно-сосудистой системы. Влияние структуры полимердисахаридов средней молекулярной массы и наличия примесей (содержание хлоридов и воды) было исследовано с помощью ЯМР-спектроскопии и метода главных компонент (МГК) для репрезентативного набора образцов свиного гепарина ($n = 509$). На основе моделирования ^1H ЯМР спектров была обнаружена линейная зависимость между значениями антикоагулянтной активности и значениями счетов по третьей главной компоненте (ГК3), скоррелированных со средней молекулярной массой. На основе 24 образцов свиного гепарина двух производителей установлено величина коэффициента корреляции $R = 0,85$. Содержание хлорида и воды негативно влияет на фактические значения активности, так как их присутствие уменьшает «фармацевтически активную» органическую часть препаратов. На основе полученных результатов сделаны предложения относительно оптимизации процесса производства гепарина.

Перенос градуировок обычно используется для спектров, полученных на разных спектрометрах, или в разных условиях. Нами описан многомерный метод переноса градуировочных моделей на основе проекции на латентные структуры (ПЛС) для 2D DOSY ЯМР измерений. В качестве тестовой системы использовалась количественная модель для прогнозирования молекулярной массы гепарина и низкомолекулярного гепарина (НМГ). Для многомерного моделирования были использованы алгоритмы кусочной прямой стандартизации (PDS) и прямой стандартизации (DS). PDS показал более высокую эффективность для оценки молекулярной массы гепарина, что привело к значительному уменьшению среднеквадратичной ошибки прогноза (RMSEP) с 647 Да и 393 Да без стандартизации, до 513 Да и 135 Да со стандартизацией по PDS для гепарина и НМГ соответственно. DS не рекомендуется для данных ЯМР высокого разрешения. Исследование показало возможность стандартизации в тех случаях, когда многомерные модели должны применяться к 2D ЯМР спектрам, измеренным на разных спектрометрах.

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Монахова Ю.Б. yul-monakhova@mail.ru |
| Организация: | Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии |
| Город: | Саратов |
| Методы: | Хемометрика, математизация химического анализа |
| Объекты: | Фармацевтические препараты |

Проведена разработка методологии для анализа данных высокой размерности, полученных методом ВЭЖХ-МС, с целью классификации, отбора веществ-маркеров и моделирования. Предложен эвристический подход, основанный на последовательном применении нескольких этапов обработки данных. На первой стадии проводят фильтрацию признаков с наименьшей ожидаемой информативностью посредством дисперсионного анализа. Затем проводится коррекция интенсивности на основе сочетания линейной регрессии с сингулярным векторным разложением остатков. Для дальнейшего отбора переменных проводят настройку моделей машинного обучения, оставляют только важные переменные и определяют оптимальный набор наиболее информативных признаков методом рекурсивного отбора. Качество набора переменных проверяли проекционными и кластерными методами. В ряде случаев удается снизить признаковое пространство на несколько порядков. Были проанализированы несколько наборов данных, в том числе из открытых репозитория (MetaboLights)

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Родин И.А., Плющенко И.В. plyush1993@bk.ru |
| Организация: | Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория масс-спектрометрии |
| Город: | Москва |
| Методы: | Хемометрика, математизация химического анализа. ВЭЖХ. Хромато-масс-спектрометрия |
| Объекты: | |

Рассмотрены свойства гомологических инкрементов хроматографических индексов удерживания, как дополнительной к существующим характеристики полярности органических соединений.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Зенкевич И.Г., izenkevich@yandex.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии, кафедра радиохимии, лаборатория газовой хроматографии, лаборатория ионометрии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Хемометрика, математизация химического анализа |
| Объекты: | Органические соединения |

Проведена хемометрическая обработка 42-х характеристических профилей полифенолов селекционных образцов зеленого чая. Изучена МГК-модель по характеристическим профилям. Хемометрическую обработку хроматограмм проводили с помощью языка программирования R, имеющего большое количество встроенных функций. Анализ графика счетов относительно первых двух главных компонент позволил обнаружить зависимость концентрации полифенолов и кофеина в селекционных образцах от сезона сбора чайного листа. Обнаружено влияние времени сбора чайных листьев на химический состав конечной продукции.

Авторы: Карцова [Л.А., kartsova@gmail.com](mailto:kartsova@gmail.com)
Организация: Санкт-Петербургский университет, Институт химии
кафедра органической химии,
лаборатория хроматографии
Город: Санкт-Петербург
Методы: Хемометрика, математизация химического анализа
Объекты: Пищевые продукты

На основе результатов определения микро- и макроэлементов в белых винах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой провели хемометрические исследования с помощью методологии нейронных сетей. Для установления региона произрастания винограда строили нейросетевую модель по микроэлементам и установленному наименованию вин. Разработан программный продукт, который автоматизирует необходимые вычисления.

Рассмотрена совокупность аминокислот – треонин, пролин, аргинин и летучие соединения – метанол, уксусная кислота, фурфурол, определяющие сенсорные свойства вин, что следует из высокой адекватности построенной ковариационным анализом регрессионной модели. Установлено, что 82% вкусовых и ароматических характеристик вин анализируемой группы приходится на рассматриваемые аминокислоты – пролин, треонин, аргинин и летучие соединения – метанол, уксусная кислота, фурфурол, менее 18% – на все остальные компоненты, включая титруемые кислоты, свободные аминокислоты, минеральные составляющие, фенолы и др.

Авторы: Темердашев З.А., temza@kubsu.ru
Организация: Кубанский государственный университет, кафедра
аналитической химии
Город: Краснодар
Методы: Хемометрика, математизация химического анализа;
Объекты: Пищевые продукты

Метрология и стандартизация химического анализа

Метрология химического анализа является важной составной частью современной аналитической химии. Именно метрологические характеристики метода анализа позволяют судить о достоверности полученных результатов. Поэтому многие аналитические лаборатории России развивают метрологическую тематику фундаментального и прикладного характера.

В представленном отчете отражены наиболее крупные исследования в данной области, выполненные в 2019 году как в метрологических институтах Росстандарта – ВНИИМ им. Д.И.Менделеева и УНИИМ, так и в аналитических лабораториях РАН (ИОНХ РАН, ИГХ им. А.П.Виноградова) и ВУЗов (Удмуртский государственный университет).

Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа

Обобщено состояние метрологического обеспечения химического анализа. Отмечена специфика этой области метрологии – отсутствие первичного материального эталона основной физической величины – моля и зависимость результатов измерений от химического состава пробы. Отмечены успехи в развитии метрологии химического анализа. Основное внимание уделено нерешенным проблемам или решенным неполностью. Это – метрология пробоотбора, контроль правильности анализа, обеспечение метрологической прослеживаемости, номенклатура существующих стандартных образцов состава, оценка бюджета неопределенности. Особый акцент сделан на метрологии относительно новых видов химического анализа – анализа поверхности, локального анализа и анализа нанообъектов. Отмечен приоритет совершенствования метрологии методов электронно-зондового анализа, оже-электронной спектроскопии, электронной спектроскопии для химического анализа, масс-спектрометрии вторичных ионов. Сделан вывод о необходимости интенсификации исследований в направлении кардинального уменьшения нерешенных задач.

Карпов Ю.А., Филиппов М.Н., Барановская В.Б. Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа. // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74. № 9. С. 839-846. DOI: [10.1134/S0044450219090056](https://doi.org/10.1134/S0044450219090056) (IF 0.940, Q4).

Авторы: Карпов Ю.А., Филиппов М.Н., Барановская В.Б.
baranovskaya@list.ru
Организация: Институт общей и неорганической химии им. Н.С.
Курнакова РАН
Город: Москва
Методы: Метрология и стандартизация анализа.

Переопределение моля и неопределенность аналитических измерений

Новое определение моля, фиксирующее значение числа Авогадро, устанавливает единицу количества вещества, независимую от единицы массы. Данная работа имеет целью анализ последствий переопределения моля и килограмма и акцентирует внимание на неопределенности измерений количества вещества и производных величин, важных для выражения состава смесей. Подробно рассмотрен вопрос о молярной массе вещества и связанной с ней неопределенностью. Отмечается, что вычисление молярной массы с использованием относительных атомных масс ("атомных весов") элементов включает константу молярной массы, которая в новой СИ уже не равна точно 1 г моль^{-1} . Это вносит дополнительную, хотя и очень небольшую неопределенность, не превышающую в относительном выражении $1 \cdot 10^{-9}$. Проанализирован бюджет неопределенности измерений количества вещества через измерение массы, когда оно выполняется с наивысшей точностью. Подробно рассмотрен вопрос о неопределенности в значениях относительных атомных масс. Показано, что неопределенность, связанная с чистотой вещества, и неопределенность в относительных атомных массах являются доминирующими в бюджете, а неопределенность, связанная с константой молярной массы, на три порядка меньше ближайшего по величине вклада, обусловленного взвешиванием. Если химический состав выражают производными величинами, представляющими собой отношение двух одноименных величин, дополнительная неопределенность, связанная с константой молярной массы, вообще не возникает. Это продемонстрировано на примере вычисления молярной доли компонента в газовой смеси, приготовленной гравиметрическим методом.

Конопелько Л.А., Кадис Р.Л., Кустиков Ю.А. [Переопределение моля и неопределенность аналитических измерений. Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2019, № 2, С. 5 – 11. \(РИНЦ 0,315\)](#)

Авторы: Кадис Р. Л., rkadis@b10.vniim.ru
Организация: Всероссийский НИИ метрологии (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
Город: Санкт-Петербург
Методы: Метрология и стандартизация анализа.

***Метрологическое обеспечение количественного
химического анализа***

Созданы нативные образцы для контроля качества результатов определения тяжелых металлов в почвах различного типа (супесчаной, суглинистой, лесной). Определены метрологические характеристики методики определения марганца в почвах с применением различных окисляющих реагентов. Предложена методика спектрофотометрического определения содержания подвижного алюминия в почвах.

Авторы: Трубачева Л.В., trub12@mail.ru
Организация: Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии
Город: Ижевск
Методы: Метрология. Стандартизация анализа.
Объекты: Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

Для обеспечения единства измерений в области охраны окружающей среды (сфера обязательного государственного регулирования) изучена стабильность вещества 4-х многоэлементных стандартных образцов в условиях естественного старения. Собраны и статистически обработаны более 4,5 тыс. результатов, полученных для 26 элементов по методикам атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым разрядом и индуктивно связанной плазмой в группе 25.4 ИГХ СО РАН, лабораториях АО «Иркутскэнерго» и НИГП АК «АЛРОСА» ПАО (г. Мирный) за 2013-2018 гг. Изменения содержания аттестованных и рекомендованных элементов и компонентов не установлены. Срок годности материала ГСО продлен до 01 февраля 2024 года. Получены новые документы, разрешающие применять СО по целевому назначению при выполнении химического анализа различными аналитическими методами для градуировки, аттестации и верификации аналитических методик, контроля качества результатов.

Свидетельства Агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) №№ 5772, 5773, 5774 и 5775.

Авторы: Васильева И.Е., vasira@igc.irk.ru; Шабанова Е.В., shev@igc.irk.ru
Организация: Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов
Город: Иркутск
Методы: Метрология и стандартизация анализа
Объекты: Минеральное сырье

На основе объективной обобщенной характеристики методик анализа – информативность (*Pinf*) – предложен способ построения рациональных схем аналитических методов (методик) для определения элементного состава поверхностных почв, который обеспечивает необходимым объемом данных процедуры геостатистического моделирования для визуализации распределения макро- и микроэлементов и выявления их источников поступления. Предложена и апробирована рациональная схема получения аналитических данных об элементном составе поверхностных почв г. Улан-Батор (Монголия) с разной степенью техногенной нагрузки. При статистической обработке аналитических данных методами многомерного статистического анализа (МСА) охарактеризована морфология почв, выявлены источники природного переноса и антропогенного загрязнения поверхностных почв г. Улан-Батор. Методом ординарного кригинга визуализировано пространственное распределение элементов в почвенном покрове г. Улан-Батор, в каждом районе выделены источники потенциально опасных элементов.

На основе обработки экспериментальных данных, выполненной методами МСА, сформирован список 33-х элементов, обязательных для аттестации в веществе почв – кандидатов в разрабатываемые стандартные образцы.

Shabanova E.V., Byambasuren Ts., Ochirbat G., Vasil'eva I.E., Khuukhenkhuu B., Korolkov A.T. Relationship between major and trace elements in Ulaanbaatar soils: a study based on multivariate statistical analysis // Geography, Environment, Sustainability. 2019. Vol.12, No 3, p. 199-212. DOI-10.24057/2071-9388-2019-18. DOI: [10.24057/2071-9388-2019-18](https://doi.org/10.24057/2071-9388-2019-18)

Авторы: Шабанова Е.В., shev@igc.irk.ru
Организация: Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов; Институт физики и технологии Академии наук Монголии

| | |
|----------|-------------------------------------|
| Город: | Иркутск |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа |
| Объекты: | Минеральное сырье |

Формальдегид является одним из важнейших загрязнителей атмосферного воздуха, а также воздуха жилых и производственных помещений. Ввиду высокой реакционной способности формальдегида приготовление газовых смесей, необходимых для метрологического обеспечения контроля загрязнений воздуха, представляет собой актуальную задачу. В работе проанализированы методы приготовления газовых смесей формальдегида метрологического назначения. Динамическим гравиметрическим методом путем парофазной конверсии триоксана получены газовые смеси формальдегида в азоте на уровне 2 мкмоль/моль. Исследована эффективность процесса конверсии триоксана в формальдегид в зависимости от экспериментальных условий. Детально проанализированы источники неопределенности, связанные с приготовлением газовых смесей формальдегида. Полученные в работе эталонные газовые смеси использованы для измерений молярной доли формальдегида в азоте в ходе ключевого сличения ССQM-K90, организованного Консультативным комитетом по количеству вещества: метрология в химии и биологии Международного бюро мер и весов (BIPM). Достигнутая относительная расширенная неопределенность измерений $U = 3,3 \%$ подтверждена результатами сличения.

Конопелько Л.А., Ефремова О.В., Кадис Р.Л., Климов А.Ю., Колобова А.В., Мальгинов А.В., Чубченко Я.К. Эталонные газовые смеси формальдегида в азоте: приготовление динамическим гравиметрическим методом. Измерительная техника, 2019, № 10, С. 61–67. DOI: [10.32446/0368-1025it.2019-10-61-67](https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-10-61-67)

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Конопелько Л.А., fhi@b10.vniim.ru |
| Организация: | Всероссийский НИИ метрологии (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева») |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа. |

Определение содержания полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД) и полихлорированных дибензофуранов (ПХДФ) в различных объектах окружающей среды и продуктах питания представляет

несомненный научный и практический интерес. Из-за высокой опасности ПХДД/ДФ и, соответственно, низких установленных нормативов пределы их определения существенно ниже пределов, характерных для большинства других приоритетных экотоксикантов. В статье представлена информация о разработке нового типа стандартного образца (СО) массовой доли диоксинов в животном жире, обеспеченного метрологической прослеживаемостью. Приведено описание процедуры приготовления материала СО и его аттестации. В качестве аналитического метода установления аттестованных характеристик использован метод ГХ-МСНР с изотопным разбавлением. Изучены неоднородность и нестабильность материала СО, установлен их вклад в неопределенность аттестованных значений. Приведены результаты межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), в которых в качестве объекта исследований была использована опытная партия разработанного СО. Результаты измерений, представленные участниками МСИ, хорошо согласуются с аттестованными характеристиками СО. Аттестованные значения массовых долей диоксинов (группа ПХДФ) в материале СО находятся в диапазоне от 1 до 1000 нг/кг. Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений составляет от 10 до 20 %.

Будко А.А., Михеева А.Ю., Крылов А.И. Метрологическое обеспечение измерений содержания диоксинов. Стандартный образец массовой доли диоксинов в животном жире. // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3-4. С. 17–32. DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32

| | | |
|----------|--|--------------|
| Авторы: | Крылов А.И. akrylov@b10.vniim.ru | Организация: |
| | Всероссийский НИИ метрологии (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева») | |
| Город: | Санкт-Петербург | |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа. | |
| Объекты: | Экотоксиканты; Органические соединения | |

Предложен новый способ повышения точности определения низкой растворимости природных флавоноидов (на примере кверцетина) в воде (на уровне 7 мг/л), предполагающий выполнение двух серий измерений растворимости 1) в зависимости от рН водных растворов и 2) содержания органического растворителя (совместно с Самарским национальным исследовательским университетом)

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Зенкевич И.Г., izenkevich@yandex.ru |
| Организация: | Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; |

| | |
|----------|---|
| | кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии; лаборатория ионометрии |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа. |
| Объекты: | Биологические объекты |

***Разработка референтных методик и совершенствование
государственных эталонов***

Фталаты (сложные эфиры орто-фталевой кислоты) относятся к важнейшим и крупнотоннажным продуктам химической промышленности. Самое широкое применение фталаты нашли как пластификаторы в изделиях из поливинилхлорида (ПВХ) при производстве различных полимерных материалов промышленного, бытового, пищевого и медицинского назначения (детские игрушки, средства личной гигиены, строительные материалы, упаковка пищевых продуктов и т.д.). Для реализации требований регламентов ТС рекомендовано применение различных методик измерений, в рамках которых одна и та же величина измеряется разными методами на основе разных принципов, но ни одна из них не может быть принята в качестве референтной, т.к. не реализует первичного метода и не опирается на стандартные образцы, обеспечивающие результатам измерений метрологическую прослеживаемость. Разработана референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением (ФР.Р1.31.2019.00004), со следующими метрологическими характеристиками:

- диапазон измерений массовой доли компонента от 10 до 5000 мг/кг;
- относительное стандартное отклонение результатов единичных измерений в условиях повторяемости, σ , составляет 2 %;
- относительное стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности, $\sigma_{I(TO)}$, составляет 3 %;
- относительная расширенная неопределенность измерений, U_0 , составляет 8 %(при $k=2$).

Разработан стандартный образец состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (ГСО 11366-2019), который обеспечивает метрологическую прослеживаемость результатам измерений.

Оловоорганические вещества - класс элементоорганических соединений, имеющих в своей структуре связь Sn—С. Широко применяются в качестве пестицидов а так же в полимерной и текстильной промышленности. Трибутилолово хлорид многие годы использовалось как основной компонент покрытия корпусов морских судов для препятствования обрастанию водными организмами. В настоящее время его применение запрещено, как следствие – акватории крупных портовых городов загрязнены оловоорганическими веществами, оказывающими вредные воздействия на флору и фауну. Согласно распоряжению правительства РФ от 30 декабря 2015 года № 2753-р, оловоорганические соединения, находящиеся в грунте, включены в перечень загрязняющих веществ, определение содержания которых становится необходимым при проведении экологических изысканий, сопутствующих проведению любых изыскательных работ.

Разработаны стандартные образцы состава раствора семи приоритетных оловоорганических соединений в метаноле и тетрабутилолова в изооктане ГСО 11410-2019 и ГСО 11411-2019. СО предназначены для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений в рамках проведения международных сличений национальных эталонов единиц величин под эгидой Международного бюро мер и весов (МБМВ) в рамках Соглашения СІРМ МРА, а также:

- разработки и аттестации референтных методик измерений и методик измерений, контроля точности;
- калибровки и/или градуировки средств измерений;
- испытаний СО в целях утверждения типа;
- межлабораторных сравнительных испытаний и других видов высокоточных метрологических работ. Относительная расширенная неопределенность аттестованной характеристики составила 3%.

Разработана референтная методика измерений приоритетных оловоорганических загрязнителей (монобутилолово, дибутилолово, трибутилолово, монооктилолово, диоктилолово, трифенилолово, трициклогексилолово, тетрабутилолово) в подготовленных пробах почв, донных отложениях и образцах методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и/или с применением внутреннего стандарта грунтов в диапазоне от 10 до 1200 мкг/кг. Метрологические характеристики методики:

- Относительное стандартное отклонение результатов единичных измерений в условиях повторяемости σ (при $n=9$): $1\% * (3\%)$

- Относительное стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности $\sigma_{(TO)}$: 3,8%* (5%)

-относительная расширенная неопределенность измерений: 10%* (12 %).

*Приведены значения для компонентов монобутилолова, дибутилолова, трибутилолова, для остальных компонентов значения указаны в скобках

| | |
|--------------|--|
| Авторы: | Крылов А.И. akrylov@b10.vniim.ru |
| Организация: | Всероссийский НИИ метрологии (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева») |
| Город: | Санкт-Петербург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа |
| Объекты: | Экотоксиканты; Органические соединения |

Разработана и утверждена первичная референтная методика измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе. Выбранный метод включает метод горячей экстракции и последующее гравиметрическое измерение массы выделенного жира.

Область применения первичной референтной методики измерений (далее – ПРМИ):

- зерно зерновых и зернобобовых культур;
- семена масличных культур и продукты на их основе;
- комбикорма и кормовые компоненты.

ПРМИ предназначена для:

- проведения высокоточных измерений массовой доли сырого жира (масличности);
- оценки правильности измерений, выполненных с использованием других методик (методов) измерений, в том числе применяемых при подтверждении соответствия продукции обязательным требованиям, установленным в технических регламентах Таможенного союза и Евразийского экономического союза;
- калибровки средств измерений и определения характеристик стандартных образцов.

Разработана и утверждена первичная референтная методика измерений массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье. В основу методики измерений положен метод йодометрического титрования, основанный на способности йода в щелочной среде окислять альдосахара в соответствующие уроновые кислоты.

Массовую долю сахарозы определяют по разности между количеством взятого и оставшегося йода, определяемого титрованием с тиосульфатом натрия до и после инверсии. Вид титрования – окислительно-восстановительное.

Методика измерений предназначена для измерений массовой доли углеводов в виде:

- массовой доли редуцирующих сахаров в пересчете на моногидрат лактозы;
- массовой доли нередуцирующих сахаров в пересчете на сахарозу;
- массовой доли углеводов (общего сахара) в виде суммы массовых долей редуцирующих и нередуцирующих сахаров.

Область применения первичной референтной методики измерений (далее – ПРМИ):

- молоко и молочные продукты, в том числе для детского питания;
- продукция зерно-молочная, в том числе для детского питания;
- продукты низколактозные и безлактозные, в том числе для детского питания.

ПРМИ предназначена для:

- проведения высокоточных измерений массовой доли углеводов;
- оценки правильности измерений, выполненных с использованием других методик (методов) измерений, в том числе применяемых при подтверждении соответствия продукции обязательным требованиям, установленным в технических регламентах Таможенного союза и Евразийского экономического союза;
- калибровки средств измерений и определения характеристик стандартных образцов.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Медведевских М.Ю., lab241@uniim.ru |
| Организация: | Уральский научно-исследовательский институт метрологии (УНИИМ) |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа |
| Объекты: | Пищевые продукты |

Усовершенствован ГЭТ 210 государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, включающий 4 эталонные установки, которые состоят из высокоточных средств измерений и реализуют следующие высокоточные методы измерений: газоадсорбционный, метод

ртутной порометрии, метод гидростатического взвешивания, методы гелиевой пикнометрии при атмосферных и пластовых условиях, метод стационарной фильтрации, превосходящий по своим измерительным и калибровочным возможностям зарубежные аналоги.

Разработаны и исследованы алгоритмы расчета неопределенности измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, учитывающие инструментальные, методические источники неопределенности, нелинейность моделей измерений, в которых экспериментально доказано, что для оценки неопределенности измерений удельной адсорбции газов необходимо использовать метод Монте-Карло, а для оценки неопределенности измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости необходимо учитывать коэффициенты корреляций между входными величинами.

Впервые в РФ разработана оптимальная номенклатура стандартных образцов, которая обеспечивает передачу единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, которая охватывает микро-, мезо- и макропористые вещества. Стандартные образцы сорбционных свойств отличаются тем, что для них нормированы величины удельной адсорбции при различных точках относительных давлений (изотермы сорбции), что позволяет применять данные СО для мониторинга стабильности калибровки встроенных датчиков температуры и давления.

Разработана централизованная схема передачи единиц величин единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, включающая оптимальное число ступеней передачи единиц величин, исходя из анализа численности парка средств измерений и их точности, а также точности ГЭТ 210 и рабочих эталонов в виде 16 типов стандартных образцов и времени, затрачиваемого на передачу единиц величин.

Впервые ввиду разработки ГЭТ 210 государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ удастся продемонстрировать метрологическую прослеживаемость измерений, выполняемых испытательными и калибровочными лабораториями, а также

производителями средств измерений, в соответствии с международными стандартами ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2017 и ISO 17034:2016.

Разработанные 16 типов стандартных образцов утвержденного типа успешно опробованы при испытаниях в целях утверждения типа более 10 средств измерений сорбционных свойств, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости, при реализации поверки и калибровки газоадсорбционных анализаторов, ртутных порозиметров, анализаторов пористости и газопроницаемости.

Зарегистрированные в базе данных МБМВ по результатам 6 международных сличений под эгидой КККВ МБМВ и КООМЕТ 16 строк измерительных и калибровочных возможностей Российской Федерации подтверждают сопоставимость разработанного ГЭТ 210 международным аналогам и позволяют обеспечить всемирное признание результатов измерений и калибровок, прослеживаемых к ГЭТ 210, для снижения барьеров в торговле.

Разработанный ГЭТ 210 обеспечивает прослеживаемость в определении метрологических характеристик образцов для МСИ при ежегодной реализации программ проверки квалификации испытательных лабораторий в области измерений сорбционных свойств нанопористых оксида алюминия, углерода, цеолита, открытой пористости и газопроницаемости горных пород для более чем 50 испытательных лабораторий.

Разработана централизованная схема передачи единиц величин сорбционных свойств, включающая оптимальное число ступеней передачи единицы величин сорбционных свойств, исходя из анализа численности парка средств измерений и их точности, а также точности ГПЭ, рабочих эталонов в виде СО утвержденных типов и времени, затрачиваемого на передачу единиц величин.

Проведены испытания в целях утверждения типа и разработаны методики поверки более чем для 10 типов средств измерений сорбционных свойств, открытой пористости и газопроницаемости твердых веществ и материалов. Ежегодно с применением рабочих эталонов – стандартных образцов утвержденных типов - выполняется поверка более 100 СИ, калибровка 50 СИ и выпуск более 100 экземпляров СО утвержденных типов.

Авторы: Собина Е.П., 251@uniim.ru
Организация: Уральский НИИ метрологии (ФГУП «УНИИМ»),
Лаборатория метрологического обеспечения

| | |
|----------|--|
| | наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа. |
| Объекты: | Твердые вещества и материалы |

Впервые включена новая единица – атомная доля, которая воспроизводится, хранится и передается с помощью усовершенствованного государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176. Проведено подтверждение 9 измерительных и калибровочных возможностей в базе данных МБМВ в области измерений чистых металлов.

Внедрение усовершенствованного государственного первичного эталона позволит обеспечить прослеживаемость измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах к единицам системы СИ, расширить номенклатуру стандартных образцов состава чистых химических веществ и их растворов, в том числе аттестованных по атомной доле изотопов элементов, метрологически обеспечить выпуск высокоточных стандартных образцов состава раствора ионов как однокомпонентных, так и многокомпонентных, с расширенной неопределенностью аттестованного значения 0,5 % и 1 %, соответственно (что в среднем в 2 раза лучше характеристик серийно выпускаемых в настоящее время СО), что в целом позволит повысить уровень метрологического обеспечения аналитических измерений при испытаниях продукции для целей подтверждения соответствия в таких отраслях, как химическая и атомная промышленность, черная и цветная металлургия, пищевая, фармацевтическая промышленность и др.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Собина А.В. sobinaav@uniim.ru ; Собина Е.П., 251@uniim.ru |
| Организация: | Уральский НИИ метрологии (ФГУП «УНИИМ»), лаборатория физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов; Лаборатория метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов |
| Город: | Екатеринбург |
| Методы: | Метрология и стандартизация анализа. |

Объекты: Неорганические компоненты в жидких и твердых веществах

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

История и методология аналитической химии. Терминология

Проанализированы проблемы терминологии и несовместимости единиц выражения концентрации антиоксидантов, которые приводят к неоднозначности выводов о влиянии выбранной антиоксидантной терапии в медицине, оценке качества пищи, трудностям в мониторинге тренировочного процесса в спорте и т. д. Представлен аналитический обзор различных терминов (антирадикальная активность, антиоксидантная активность, антиоксидантная емкость, антиоксидантная способность, антиоксидантная сила и пр.) и методов (ABTS/TEAC, FRAP, CUPRAC, ORAC, различные электрохимические варианты и пр.) определения антиоксидантов. Обсуждены возможные подходы для развития мониторинга антиоксидантов, являющегося современной областью науки и практики.

Brainina Kh., Stozhko N., Vidrevich M. Antioxidants: terminology, methods, and future considerations. // Antioxidants. 2019. V.8: P. 297. DOI: 10.3390/antiox8080297 (IF 4.520, Q1)

Авторы: Брайнина Х.З., Стожко Н.Ю.; baz@usue.ru
Организация: Уральский государственный экономический университет), научно-инновационный центр сенсорных технологий, кафедра физики и химии
Город: Екатеринбург
Методы: Терминология

Издана вторая часть межвузовского учебного пособия (19 печ. листов) по дисциплине «Аналитическая химия – дополнительные главы» для магистрантов и аспирантов. Пособие включает главы по новым вариантам ГЖХ и ВЭЖХ, капиллярному электрофорезу, масс-спектрометрии, групповому анализу органических объектов сложного состава без их разделения. Подробно рассмотрено применение химического анализа в медицине. Редактор-составитель – В.И.Вершинин.

Подготовлен и передан в издательство «Лань» дополненный и переработанный вариант той же книги (40 печ. листов, без разделения на 2 части). Авторский коллектив включает 12 ведущих специалистов-аналитиков

из 7 университетов России. Книга будет издана в 2020 г. как учебник для магистрантов и аспирантов под названием «Методы и достижения современной аналитической химии». Получен рекомендательный гриф Федерального УМО по направлению «Химия». Редактор-составитель – В.И.Вершинин.

| | |
|--------------|---|
| Авторы: | Вершинин В.И., vyvershinin@yandex.ru |
| Организация: | Омский государственный университет, кафедра аналитической химии, при участии МГУ, БашГУ, СПбГУ, УрФУ, Приволжского (Казанского) ФУ и Самарского ГТУ |
| Город: | Омск |
| Методы: | История и методология аналитической химии. Терминология |

Всероссийские мероприятия 2019 г.

23 – 26 апреля 2019 г., Москва, МВЦ «Крокус Экспо»: 17-я Международная выставка лабораторного оборудования и химических реактивов «**АналитикаЭкспо 2019**» (). Организовано два семинара

- Неинвазивная лабораторная диагностика заболеваний (председатель - д.х.н. А.И. Ревельский, МГУ им. М.В. Ломоносова).
- Анализ минерального сырья (председатель – к.ф.-м.н. А.А. Рогожин, Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского).

27 мая – 01 июня 2019 года, Пермь: XI Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды с международным участием «**ЭКОАНАЛИТИКА-2019**» и Школа молодых ученых. Организаторы – Научный совет РАН по аналитической химии, Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика», ИОНХ РАН. Пермский государственный национальный исследовательский университет

7 – 12 июля 2019 г., Москва: 20-я Международная конференция по фотоакустическим и фототермическим явлениям

9 – 13 сентября 2019 г., Санкт-Петербург: XXI Менделеевский съезд по общей и прикладной химии. Секция 7 «**Аналитическая химия: новые методы и приборы для химических исследований и анализа**»

29 сентября – 05 октября 2019 г., Краснодар: 3-я Всероссийская конференция по аналитической спектроскопии

14 – 18 октября 2019 г., Москва: 8-я Всероссийская конференция с международным участием «**Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы**». Организатор – Всероссийское масс-спектрометрическое общество.

18 – 22 ноября 2019 г., Москва: XXII Международная Черняевская конференция по химии, аналитике и технологии платиновых металлов. Организаторы :ИОНХ РАН, МИРЭА – Российский технологический университет; <http://chernyaev2019.ru> ».

43-я Годичная сессия совета

Сессия состоялась 28 мая 2019 г. в форме отдельного заседания в рамках XI Всероссийской конференции по анализу объектов окружающей среды “Экоаналитика-2019”. Открыл заседание председатель совета академик Ю.А. Золотов. О научных достижениях отечественных аналитиков в 2018 г. рассказал д.х.н. профессор И.В. Плетнев (МГУ им. М.В. Ломоносова) (фото 1).



Фото 1. И.В. Плетнев делает доклад на сессии совета.

Он охарактеризовал современное состояние, основные достижения и тенденции развития отечественной аналитической химии на основе материалов отчета НСАХ РАН за 2018 г., а также представил данные специально проведенного им анализа наукометрических источников (базы данных Web of Science, CrossRef). Приведены статистические данные о членах совета, о специализации (химические, технические, физико-математические и др. науки) и региональном распределении специалистов, о защищенных в 2018 г. кандидатских и докторских диссертациях. Охарактеризованы публикации работ отечественных аналитиков в международных журналах. Дана информация о “горячих точках” мировой аналитической химии, представленных в публикациях 2018 г. Представлены наиболее яркие или типичные примеры; для каждого подраздела тематики выделены важнейшие по данным отчета центры/организации, особое внимание уделено сопоставлению отечественных результатов с мировыми тенденциями, сделаны соответствующие выводы о сильных сторонах российской аналитической химии и недостаточно представленных в ней направлениях.

Научно-организационная деятельность совета в 2018–2019 гг. и планы на 2020 г. были освещены в сообщении ученого секретаря совета к.х.н. И.Н.Киселевой. Перечень мероприятий, проведенных под эгидой совета в 2018 г. и проводимых в 2019 г., был опубликован в Журн. аналит. химии. 2019. Т. 74. № 6. С. 475. На 2020 г. в план работы совета были включены X Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа “ЭМА – 2020” (Казань, конец мая–июнь), X Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу (Казань, 22–26 июня), “Аналитика Сибири и Дальнего Востока”, посвященная 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича (Новосибирск, 31 августа–5 сентября 2020 г.), Всероссийская конференция “Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез” (Краснодар–Туапсе, 27 сентября – 03 октября), а также участие в очередной 18-ой Международной выставке лабораторного оборудования и химических реактивов «АналитикаЭкспо-2020» (Москва, 21–24 апреля 2020 г.). В Санкт-Петербурге с 5 по 8 сентября 2021 г. планируется провести очередную международную конференцию Euroensors 2021 и 5 сентября Euroensors School.

Были вручены дипломы и премии совета лауреатам 2018 г. В номинации “За существенный вклад в развитие аналитической химии” премии были вручены д.х.н. профессору Б.Б. Дзантиеву (ФИЦ “Фундаментальные основы биотехнологии” РАН) за выдающиеся заслуги в разработке экспрессных иммунохимических и иммуносенсорных методов определения биологически активных соединений и активную работу в совете (фото 2) и д.ф.-м.н. профессору И.А. Брытову (Санкт-Петербург) за выдающиеся заслуги в развитии рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного методов анализа и соответствующего приборостроения (диплом и премия были переданы номинанту через коллег).

В номинации “Премии для молодых ученых” награда была вручена к.х.н. А.С. Самохину (МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии) за разработку математических подходов к увеличению достоверности результатов качественного анализа методом ГХ–МС с электронной ионизацией. К.х.н. В.Ю. Гуськов (Башкирский государственный университет, кафедра аналитической химии) награжден за цикл работ “Новые хиральные неподвижные фазы для хроматографии на основе супрамолекулярных структур гетероциклических соединений с индуцированной хиральностью”. В связи с отсутствием второго лауреата

премия ему была вручена позже. Получившие премии лауреаты кратко рассказали о своих работах.



Фото 2. Ю.А. Золотов и Б.Б. Дзантиев с Дипломом лауреата премии совета

По материалам статьи-хроники И.Н.Киселевой

Вступительное слово
председателя совета
академика Ю.А. Золотова
на 43-ей Годичной сессии совета 28 мая 2019 г.

Уважаемые коллеги, предыдущая годичная сессия научного совета состоялась 9 октября 2018 года. В течение небольшого времени между сессиями продолжались, естественно, активная исследовательская работа, преподавание аналитической химии и подготовка кадров высшей квалификации, в огромном объеме решались практические задачи. В числе последних – анализ нефти, попавшей в нефтепровод «Дружба», на хлорорганические соединения, оперативно и на высоком уровне выполненный в Московском государственном университете им. М.В. Ломоносова.

Основные результаты научных работ отражены в отчете научного

совета, там же приведены сведения о научно-организационной деятельности. Этим результатам посвящены доклады д.х.н. И.В. Плетнева и ученого секретаря совета к.х.н. И.Н. Киселевой.

Несколько научных работ по аналитической химии и химическому анализу отмечены за последнее время наградами разного уровня. Премия имени митрополита Макария присуждена И.А. Родину, И.В. Рыбальченко и М.А. Статкусу за работу по установлению факта использования отравляющих веществ путем обнаружения продуктов распада этих веществ. Группа молодых сотрудников томского Института оптики атмосферы им. В.Е. Зуева РАН получила премию президента РФ за создание дистанционного лазерного метода обнаружения частиц взрывчатых веществ.

За отчетный период защищено довольно много кандидатских диссертаций и по крайней мере три докторских. Докторские диссертации защитили А.Н. Козицына (Екатеринбург) по электрохимическим методам, И.А. Веселова (Москва) по биохимическим и смежным методам, А.А. Гречников (Москва) по масс-спектрометрии. Все названные докторские работы защищены по специальности «Аналитическая химия».

Специальность «Аналитическая химия» имеют в настоящее время 12 диссертационных советов – в трех академических институтах и в девяти университетах.

Нужно напомнить, что по специальности «Аналитическая химия» можно защищать диссертации на соискание ученых степеней доктора и кандидата не только химических, но и физико-математических и технических наук. Сейчас только один совет, в ГЕОХИ РАН, сумел найти нужное число представителей нехимических наук, чтобы обеспечить совету легитимность. Некоторые диссертации, относящиеся к химическому анализу, защищаются, как известно, и по другим специальностям, а не по специальности «Аналитическая химия». Есть, например, специальность в технических науках, в которую вполне вписываются многие работы, обычно защищаемые по специальности «Аналитическая химия». Эта специальность называется «Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий». В справочнике «Кто есть кто в российской аналитической химии. Доктора наук» приблизительно 300 докторов. Среди них 47 докторов технических наук, 21 доктор физико-математических наук, есть единичные доктора биологических, геолого-минералогических и фармацевтических наук. Все они аналитики. Так, почти все ведущие российские специалисты по рентгеноструктурному анализу, кроме одного, – доктор технических наук, а этот единственный – доктор физико-

математических наук.

На 2019 год пришлось юбилеи двух ведущих кафедр аналитической химии. Кафедра Санкт-Петербургского университета отметила 150-летие своего существования, кафедре Московского университета 90 лет. Юбилеям посвящены специальные выпуски «Журнала аналитической химии»: Московскому университету № 11 за 2018 г. и № 1 и 2 за 2019-й, Петербургскому – № 10 за 2019 год. Хотя Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского юбилея не отмечал, ему тоже были посвящены отдельные выпуски журнала - № 3 и 4 за 2019 г.

О журналах можно сказать подробнее. Мы имеем в настоящее время неплохой набор периодических изданий, посвященных аналитической химии. На русском и английском языках выходит «Журнал аналитической химии», причем английское и русское издания значительно различаются (в русском издании нет статей иностранных авторов). Частично переводятся статьи из журналов «Заводская лаборатория» и «Масс-спектрометрия». Много статей по аналитической химии публикуется в иных журналах, например в «Известия вузов. Химия и химическая технология», «Радиохимия», «Доклады РАН», «Успехи химии» и многих других.

В 2019 году совет проводит конференцию «Экоаналитика», конференцию по спектроскопическим методам анализа в Туапсе и секцию на Менделеевском съезде по общей и прикладной химии.

Эту работу, как и другие направления деятельности, совет передает из рук в руки совету новому. Истек пятилетний срок функционирования нынешнего состава совета, новый будет утвержден в ближайшее время. Хотелось бы иметь в составе совета больше относительно молодых перспективных аналитиков.

Бюро совета

В 2019 г. состоялось два заседания бюро совета.

На заседании 19 февраля 2019 г. рассмотрены итоги работы совета в 2018 г., утвержден план работы на 2019–2020 гг., подведены итоги конкурса на соискание премий совета за 2018 г. В связи с окончанием в 2019 г. полномочий действовавшего состава совета перед членами бюро был поставлен вопрос о структуре совета нового созыва.

Премии совета. Лауреатами премий совета за 2018 г. в номинации “За существенный вклад в развитие аналитической химии” стали д.х.н.,

профессор Б.Б. Дзантиев (ФИЦ “Фундаментальные основы биотехнологии” РАН, Москва) и д.ф.-м.н., профессор И.А. Брытов (Санкт-Петербург).

Борис Борисович Дзантиев удостоен награды за выдающиеся заслуги в разработке экспрессных иммунохимических и иммуносенсорных методов определения биологически активных соединений и активную работу в совете. Он окончил в 1971 г. Московский химико-технологический институт им. Д.И. Менделеева, работал научным сотрудником на кафедре химической энзимологии МГУ им. М.В. Ломоносова, в 1981 г. перешел на работу в Институт биохимии им. А.Н. Баха АН СССР (с 2015 г – ФИЦ “Фундаментальные основы биотехнологии” РАН). С 1988 г. он стал заведующим лабораторией иммунобиохимии, а с 2003 г. также и заместителем директора по научной работе института. Б.Б. Дзантиев – автор и соавтор более 270 статей, 19 книг, 24 авторских свидетельств и патента. Под руководством Б.Б. Дзантиева разработаны иммуноаналитические системы лабораторной и внелабораторной диагностики и масштабируемые технологии их производства для целей медицины, сельского хозяйства, экологического мониторинга, контроля качества и безопасности продуктов питания и кормов, безопасности нанотехнологической продукции и т.д. Ряд методов внедрен в практику. Борис Борисович ведет активную научно-организационную работу, в том числе в совете он является председателем Комиссии по биохимическим методам анализа. Организует научные мероприятия, является председателем и членом оргкомитетов всероссийских и международных конференций, многочисленных семинаров в рамках конференций и сессий, организованных советом.

Игорь Александрович Брытов премирован за выдающиеся заслуги в развитии рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного методов анализа и приборостроения. Игорь Александрович в 1962 г. окончил факультет радиоэлектроники Ленинградского политехнического института. Много лет работал в НИИ “Буревестник”, пройдя путь от инженера до заместителя генерального директора. С 1980 по 1993 г. И.А. Брытов являлся главным конструктором рентгеновского и аналитического приборостроения Минприбора СССР. Награжден орденом Трудового Красного Знамени (1974 г.) и медалями, лауреат Государственной премии РСФСР (1989 г.). Он – автор более 150 научных трудов, монографии, 18 изобретений. И.А. Брытов является одним из создателей нового метода – ультрамягкой рентгеновской спектроскопии, применяемого, в частности, при изучении электронной структуры веществ и процессов взаимодействия излучения с атомами, молекулами и твердыми телами. Им создан новый спектроскопический

метод, основанный на подобию структуры спектров поглощения и спектров квантового выхода (1964). Под руководством и при участии Игоря Александровича разработаны и внедрены в производство многочисленные рентгеновские, рентгеноэлектронные и оже-спектрометры. И.А. Брытов уделяет большое внимание подготовке молодежи. Преподает на кафедре “Рентгеновские методы анализа” Санкт-Петербургского электротехнического университета, готовит научные кадры в области рентгеновского приборостроения. Он член Научного совета РАН по аналитической химии, работает в комиссиях по аналитическому приборостроению и рентгеновским методам анализа.

В номинации “Премии для молодых ученых” победителями конкурса стали к. х. н. Владимир Юрьевич Гуськов (Башкирский государственный университет, кафедра аналитической химии), награжденный за цикл работ “Новые хиральные неподвижные фазы для хроматографии на основе супрамолекулярных структур гетероциклических соединений с индуцированной хиральностью”, и к. х. н. Андрей Сергеевич Самохин (МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии), удостоенный премии за развитие научного направления, связанного с разработкой математических подходов к увеличению достоверности результатов качественного анализа, полученных при использовании метода ГХ–МС с электронной ионизацией.

Владимир Юрьевич Гуськов, 1986 г.р., окончил с отличием химический факультет Башкирского государственного университета в 2009 г., затем там же аспирантуру, защитил кандидатскую диссертацию по теме “Сорбционные и термодинамические свойства сорбентов на основе пористых полимеров”. В.Ю. Гуськов – соавтор 35 статей, монографии. Работает в области создания функциональных наноматериалов, способных к хиральному распознаванию. Представленная на конкурс работа посвящена новому классу хиральных неподвижных фаз для хроматографии на основе ахиральных гетероциклических соединений. Предложен новый подход, позволяющий индуцировать супрамолекулярную хиральность путем энантиоморфной кристаллизации модификаторов при внешнем воздействии (перемешивании и др.) Получаемые при этом модифицированные адсорбенты способны к разделению энантиомеров и могут быть применены для их препаративного выделения методом ВЭЖХ, а также как модифицирующие добавки в угольно-пастовых вольтамперометрических сенсорах, что делает сенсоры пригодными для распознавания оптически активных лекарственных препаратов. Подготовлена докторская диссертация. В.Ю. Гуськов ведет

большую преподавательскую и общественную работу: читает ряд курсов для студентов-химиков, в 2012–2014 гг. возглавлял Совет молодых ученых БашГУ.

Андрей Сергеевич Самохин, 1987 г.р., – соавтор 14 статей (4 статьи в зарубежных журналах с высоким рейтингом, одна из которых – без соавторов). В рамках обозначенной выше темы исследований А.С. Самохиным рассмотрены многие аспекты обработки исходных ГХ–МС-данных, в том числе экспорт данных, выделение “чистых” масс-спектров коэлюируемых соединений, проблема идентификации соединений с использованием баз данных и ряд других. Предложен подход к устранению искажений масс-спектров, зарегистрированных на склонах хроматографических пиков при использовании сканирующих приборов, а также рассмотрены и оценены негативные эффекты, возникающие в случае обработки искаженных данных. Оценена воспроизводимость масс-спектров, зарегистрированных в неидентичных условиях, при использовании различных приборов. Предложен подход к однозначной идентификации микрокомпонентов смесей сложного состава с использованием метода ГХ–МС, основанный на сопоставлении экспериментальных масс-спектров неизвестного и предполагаемого соединений (зарегистрированных при одних и тех же условиях) при использовании метода главных компонент и др.

Лауреаты были приглашены на 43-ю Годичную сессию совета (28 мая, Пермь) для вручения им награды.

Совет в 2019–2024 гг. 22 января 2019 г. вышло Постановление Президиума РАН № 12 о Перечне научных, экспертных, координационных советов, комитетов и комиссий, состоящих при Президиуме РАН и отделениях РАН по областям и направлениям наук, согласно которому при Отделении химии и наук о материалах РАН в числе других советов утвержден Научный совет по аналитической химии и его председатель – академик Ю.А. Золотов. Председателю совета поручено в трехмесячный срок подготовить положение и состав совета с учетом Положения, утвержденного постановлением Президиума РАН от 19 января 2016 г № 14 и изменений, внесенных в него постановлением Президиума РАН от 25 декабря 2018 г. № 208 для последующего утверждения Президиумом РАН. В соответствии с этим членам бюро НСАХ РАН было предложено подготовить предложения по структуре совета нового состава.

Разное. Председателем совета Ю.А. Золотовым внесено предложение о присвоении звания Почетного члена совета д.х.н., профессору Герману Константиновичу Будникову (Казанский (Приволжский) федеральный

университет) за большой вклад в развитие электрохимических методов анализа и д.х.н., профессору Якову Ивановичу Яшину (ООО “Интерлаб”) за большой вклад в развитие хроматографических методов анализа. Предложение было поддержано всеми членами бюро, соответствующее решение принято.

Руководство совета поздравили лауреатов премий и новых Почетных членов совета.

Заседание бюро совета нового состава

8 октября 2019 г. состоялось заседание бюро совета нового состава, который будет работать в 2019 – 2024 гг. Состав бюро: академик РАН Золотов Ю.А. (Президиум РАН) – председатель, академик РАН Карпов Ю.А. (ИОНХ РАН), член-корр. РАН Колотов В.П. (ГЕОХИ РАН), член-корр. РАН Спиваков Б.Я. (ГЕОХИ РАН), член-корр. РАН Шпигун О.А. (МГУ им. М.В. Ломоносова), д.х.н. Цизин Г.И. (МГУ им. М.В. Ломоносова) – заместители председателя; к.х.н. Киселева И.Н. (ИОНХ РАН) - ученый секретарь; члены бюро: д.х.н. Буряк А.К. (ИФХиЭ РАН), д.х.н. Вершинин В.И. (Омский ГУ), д.х.н. Евтюгин Г.А. (Казанский (Приволжский) ФУ), к.х.н. Залетина М.М.(ЭАА «Экоаналитика»), д.х.н. Карцова Л.А.(Санкт-Петербургский ГУ), д.х.н. Кучменко Т.А. (ВГУИТ), член-корр. АН республики Башкортостан Майстренко В.Н.(Башкирский ГУ), д.х.н. Москвин Л.Н. (Санкт-Петербургский ГУ), академик РАН Мясоедов Б.Ф. (Президиум РАН), д.х.н. Проскурнин М.А. (МГУ им. М.В. Ломоносова), д.х.н. Русанова Т.Ю. (Саратовский ГУ), д.х.н. Темердашев З.А. (Кубанский ГУ), д.х.н. Федотов П.С. (ГЕОХИ РАН), д.ф.-м.н. Филиппов М.Н. (ИОНХ РАН), д.х.н. Шеховцова Т.Н. (МГУ им. М.В. Ломоносова), д.х.н. Штыков С.Н. (Саратовский ГУ).

На заседании были утверждены Положение о предметной комиссии Научного совета, Положение о региональном отделении Научного совета. Утверждены секции, комиссии, рабочие группы и их председатели.

Секция общих вопросов аналитической химии включает комиссии по преподаванию (Т.Н. Шеховцова) и по хемотриметрии в анализе (Д.О. Кирсанов), рабочие группы по истории и методологии аналитической химии (Ю.А. Золотов, Г.К. Будников), по информационной поддержке совета (В.П. Колотов) и Ассоциацию аналитических центров «Аналитика» (В.Б. Барановская, И.В. Болдырев).

Секция методов анализа состоит из комиссий по методам разделения и концентрирования (Л.Н. Москвин, Г.И. Цизин), по хроматографии (О.А. Шпигун), по биохимическим методам анализа (Б.Б. Дзантиев), по электрохимическим методам анализа (В.Н. Майстренко), по спектрометрическим методам анализа (М.Н. Филиппов), по аналитической масс-спектрометрии (А.К. Буряк) и рабочих групп – по ионному обмену (В.Ф. Селеменев) и по элементному органическому анализу (В.П. Фадеева).

Секция по анализу важнейших объектов включила комиссии по анализу медицинских объектов (С.С. Бабкина), по анализу нефтей и нефтепродуктов (Т.А. Марютина), по анализу пищевых продуктов (Т.А. Кучменко) и Эколого-аналитическую ассоциацию «Экоаналитика» (М.М. Залетина).

Вопрос о региональных отделениях совета и их председателях был отложен (он решен позднее).

Председателем жюри по премиям совета утвержден М.Н. Филиппов.

Дано поручение председателям комиссии и рабочих групп сформировать и представить в совет их составы.

Премии совета за 2019 г.

В декабре 2019 г. в совет поступило 10 заявок на конкурс молодежных премий от 12 претендентов. На конкурс в номинации «За существенный вклад в развитие аналитической химии» заявок не было. Жюри по присуждению премий после тщательного рассмотрения поступивших материалов, отметив высокий уровень всех представленных работ и высокую публикационную активность претендентов, выделило три работы – к.х.н., м.н.с. кафедры органической химии Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова Дмитрия Михайловича Мазура, к.х.н., доцента кафедры аналитической химии и химической экологии Саратовского национального исследовательского государственного университета им. Н.Г. Чернышевского Алексея Викторовича Маркина и к.х.н., доцента кафедры аналитической химии и химии окружающей среды Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина Юлии Сергеевны Петровой. Малое бюро совета в составе Ю.А. Золотова, В.П. Колотова, Ю.А. Карпова, Б.Я. Спивакова, О.А. Шпигуна, Г.И. Цизина и И.Н. Киселевой утвердили предложение жюри. Хотя по положению ежегодно присуждаются две молодежные премии, в этом году, учитывая большой конкурс и высокий уровень представленных работ, были награждены три номинанта.

Дмитрий Михайлович Мазур, 1989 г.р., в 2013 году окончил с отличием Химический факультет МГУ, в 2016 г. – аспирантуру, защитил кандидатскую диссертацию на тему: «Установление структуры органических соединений в индивидуальном виде и смесях современными методами масс-спектрометрии». С 2018 г преподает органическую химию на химическом факультете. В настоящее время Д.М. Мазур занимается идентификацией неизвестных органических соединений в образцах, развивая подход, который можно назвать нецелевым анализом, осуществляемым, как правило, без стандартных образцов, что важно для поиска новых, ранее не описанных в литературе, природных веществ и экотоксикантов. По причине своей сложности, нецелевым анализом в природоохранной области в России практически никто не занимается. Поэтому развитие методологии нецелевого анализа объектов окружающей среды в ряде работ с участием Д.М. Мазура представляет большой интерес как для аналитической, так и для органической химии. Объектом исследования выступали снег и вода из различных областей (Москва, архипелаг Новая Земля, облачный конденсат с горы Пуи де Дом). Газовая хроматография – массспектрометрия (ГХ-МС), двумерная газовая хроматография – масс-спектрометрия (ГХ-ГХМС), газовая хроматография – масс-спектрометрия высокого разрешения (ГХ-МСВР), масс-спектрометрия ионно-циклотронного резонанса с преобразованием Фурье (ИЦР-ПФ МС), мягкие методы ионизации для ГХ-МСВР (ионизация в тлеющем разряде, химическая ионизация) позволили повысить надежность и достоверность идентификации и расширить диапазон анализируемых соединений. Так, например, с помощью МСВР удалось идентифицировать ряд ранее неизвестных в качестве экотоксикантов соединений, отсутствующих во всех доступных библиотеках масс-спектров. Д.М. Мазур активно участвует в разработке методик анализа промышленных препаратов в водных объектах рыбохозяйственного значения. Он является автором 35 аттестованных в Росстандарте методик. За период 2012-2019 гг. Д.М. Мазур соавтор 25 публикаций, в том числе 11 статей в высоко рейтинговых журналах (Top 25). Цитирование по данным Web of Science - 87; Scopus - 98, индекс Хирша - 6. Премия присуждена за развитие комплекса современных методов масс-спектрометрии и хромато-масс-спектрометрии для решения различных задач в области идентификации и установления строения органических веществ.

Алексей Викторович Маркин, 1988 г.р., докторант 1-го года обучения. Научное направление А.В. Маркина связано с применением наноструктурированных материалов в аналитической химии и, в частности, с

разработкой аналитических систем экспресс-анализа биологических жидкостей (кровь, моча) на основе спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) света. Основная цель его исследований состоит в развитии подходов ГКР анализа, которые позволят внедрить его в реальную практику терапевтического лекарственного мониторинга в условиях лечебно-профилактических учреждений. В рамках этого направления разрабатываются ГКР-активные твердофазные сорбенты, представляющие собой наночастицы серебра или меди, встроенные в неорганические матрицы (оксид и гидроксид алюминия, оксид кремния, карбонат кальция) (совмещение ГКР детектирования и твердофазной экстракции в одном материале позволило существенно увеличить эффективность анализа); разрабатываются методики ГКР определения антибиотиков ряда сульфаниламидов, цефалоспоринов и фторхинолонов в биологических жидкостях (моче, плазме крови, слюне) для создания более универсальных протоколов ГКР анализа. Об актуальности научного направления А.В. Маркина свидетельствует его публикационная активность: 38 публикаций, из которых 30 в журналах, индексируемых Web of Science и Scopus; среди них 3 обзора в Trends Analytical Chemistry, 2 статьи научно-методического характера в Journal of Education Chemistry, в том числе в изданиях, входящих в первый квартиль (Q1) 9 статей. Индекс Хирша – 9. А.В. Маркин - член редакционной коллегии (Associate Editor) журнала Microchimica Acta (IF 5.479, Q1, Analytical chemistry), рецензент в журналах Microchimica Acta, Sensors & Actuators B: Chemical, ACS Applied Materials & Interfaces, Environmental Chemistry Letters, Journal of Materials Science, Journal of Nanoparticle Research. Имеет благодарность от редакции журнала Sensors & Actuators B: Chemical за выдающийся вклад в рецензирование статей (2017 г). Кроме того, он руководитель гранта РНФ и грантов РФФИ, а также зарубежных индивидуальных грантов. В течение многих лет проводит активную работу по вовлечению школьников Саратовской области в научную работу. Премия присуждена за работу по применению наноструктурированных материалов в аналитической химии и, в частности, за разработку аналитических систем экспресс-анализа биологических жидкостей (кровь, моча) на основе спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния света).

Юлия Сергеевна Петрова в 2011 г. закончила магистратуру Уральского федерального университета, получив звание «Лучший выпускник УрФУ 2011 г.», в 2014 г. защитила кандидатскую диссертацию «Физико-химические свойства и аналитическое применение сульфозтилированного хитозана для

определения меди и серебра». С 2018 г. она доцент кафедры аналитической химии и окружающей среды института естественных наук и математики УрФУ. Темой научной работы Ю.С. Петровой является изучение аналитических и физико-химических свойств новых функционализированных сорбентов на основе сульфоэтилированных аминополимеров (хитозана, полиэтиленимина, полиаллиламина, полиаминостирола и др.), синтезированных в институте органического синтеза УрО РАН, для избирательного концентрирования отдельных ионов металлов (в том числе благородных) из сложных по составу матриц. Ю.С. Петровой выявлены закономерности влияния различных факторов на сорбцию ионов металлов, определены условия селективного концентрирования ионов металлов: отделения серебра (I) и меди (II) от ионов переходных и щелочноземельных металлов, разделения хлоридных комплексов палладия (II), платины (IV) и золота (III), их отделения от двухзарядных ионов переходных металлов. Исследование свойств сорбентов в зависимости от степени их сульфоэтилирования и природы матрицы позволило выбрать производные с совершенно определенными свойствами для решения конкретных аналитических задач. Разработаны методики сорбционно-атомно-абсорбционного определения ионов металлов в различных объектах. Ю.С. Петровой с соавторами по этой теме опубликовано 23 статьи в ведущих российских и зарубежных журналах, в том числе входящих в первый квартиль Q1 (Separation and Purification Technology (IF 5,107), Carbohydrate Polimers (IF 6,044), Journal of Hazardous Materials (IF 7,65)). Индекс Хирша – 8. Работы Юлии Сергеевны поддержаны грантом РФФИ (конкурс «Мой первый грант»), отмечены стипендиями Правительства РФ и Губернатора Свердловской области.

Премия присуждена Ю.С. Петровой за изучение аналитических и физико-химических свойств новых функционализированных сорбентов на основе сульфоэтилированных аминополимеров (хитозана, полиэтиленимина, полиаллиламина, полиаминостирола и др.) для избирательного концентрирования отдельных ионов металлов из сложных по составу матриц.

Научный совет поздравляет лауреатов и желает им дальнейших творческих успехов.

XI Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды (Экоаналитика-2019).

Школа молодых ученых по анализу объектов окружающей среды

С 27 мая по 01 июня 2019 г. на курорте Усть-Качка Пермского края на базе Пермского государственного национального исследовательского университета прошла XI Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика–2019». Конференция была организована Министерством науки и высшего образования РФ, Российской академией наук, Научным советом РАН по аналитической химии, Эколого-аналитической ассоциацией «Экоаналитика», Институтом общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, и Пермским государственным национальным исследовательским университетом. Председатель Оргкомитета конференции – академик Ю.А. Золотов, заместители председателя – д.х.н. М.И. Дегтев, к.х.н. М.М. Залетина, член-корр. РАН О.А. Шпигун, ученый секретарь – к.х.н. Ю.Б. Ельчищева.

В работе конференции участвовали 120 человек, в том числе 40 докторов наук. Были представлены 44 университета, 26 академических и 19 отраслевых научно-исследовательских институтов. В конференции принимали участие представители 31 города, самые многочисленные группы из Москвы и Московской области, Санкт-Петербурга и Ленинградской области, а также из Перми, Саратова и Новосибирска.

Согласно научной программе конференции в течение пяти дней проходили пленарные заседания, в течение двух дней проводились стендовые сессии.

Было заслушано 36 устных докладов, представлено 78 стендовых докладов.

Пленарные доклады были посвящены общим и методологическим аспектам анализа объектов окружающей среды, проблемам экоаналитического мониторинга, новым возможностям в развитии методов, приборов и систем анализа, наиболее часто применяемым в эколого-аналитических исследованиях.

Конференция прошла при высокой активности участников. Все заседания собрали большую аудиторию, доклады были заслушаны с вниманием и интересом. Были представлены доклады, отражающие взгляды представителей смежных областей экоаналитической химии. Многие из них вызвали вопросы и научную дискуссию



Фото 1. Открытие конференции, вступительное слово академика Ю. А. Золотова

Конференция открылась вступительным словом академика Ю.А. Золотова, обрисовавшего актуальные проблемы и направления развития аналитической химии объектов окружающей среды и обратившего внимание слушателей на соответствие присылаемых на конференцию докладов заявляемой тематике.

Первым прозвучал доклад заведующего кафедрой аналитической химии и экспертизы Пермского государственного национального исследовательского университета М.И. Дегтева, рассказавшего слушателям о развитии аналитической химии в г. Перми и Пермском крае. С интересом был воспринят доклад С.И. Рогожникова (Пермский государственный национальный исследовательский университет, г. Пермь) об основателе кафедры аналитической химии Пермского университета, первооткрывателе целебных свойств воды курорта Усть-Качка Г.Г. Кобяке.

Доклад О.В. Родинкова и Л.Н. Москвина (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, г. Санкт-Петербург) был посвящен хроматомембранному выделению аналитов как общему принципу пробоподготовки в анализе объектов окружающей среды. Тенденциям развития хроматографических методов при анализе объектов окружающей среды был посвящен доклад А.В. Пирогова и О.А. Шпигуна (Московский

государственный университет имени М. В. Ломоносова, Химический факультет, г. Москва). В докладе Т.Ю. Русановой (Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н. Г. Чернышевского, г. Саратов) «Оптические сенсоры на основе наноматериалов в анализе объектов окружающей среды» рассмотрены типы наноматериалов, применяемых в оптических сенсорах для анализа объектов окружающей среды; способы их получения и формирования сенсорного слоя; механизмы возникновения аналитического сигнала; метрологические характеристики разработанных сенсоров и их сравнение с таковыми при использовании традиционных аналитических реагентов; примеры применения оптических сенсоров на основе наноматериалов для анализа объектов окружающей среды. Большое внимание в настоящее время уделяется развитию иммуноаналитических методов экспрессного определения токсичных соединений в объектах окружающей среды. Доклад Б.Б. Дзантиева (Институт биохимии им. А. Н. Баха, Федеральный исследовательский центр «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН, г. Москва) «Определение токсикантов на основе функционализированных наночастиц» вызвал большой интерес слушателей. В сообщении были представлены разработки аналитических систем с использованием наночастиц, функционализированных биорецепторными молекулами, и результаты их применения для определения токсикантов разных химических классов – пестициды, микотоксины, ветеринарные препараты, поверхностно активные вещества, тяжелые металлы.

В аналитической химии существует класс задач, в которых необходим анализ элементов-супертоксиантов с ПДК меньше 1 ppb, причем они подлежат обнаружению независимо от того, в каких химических соединениях они представлены для анализа. Этой проблематике был посвящен доклад А.А. Дьяченко, Л.Н. Галль и Н.Р.Галль (Институт аналитического приборостроения РАН, г. Санкт-Петербург; Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург) «Сочетание метода Эриад с концентрированием раствора в режиме on-line». В докладе П.С. Федотова (Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН, г. Москва) «Наночастицы пыли и пепла как аккумулятор и носитель токсичных элементов: проблемы исследования и количественного анализа» были рассмотрены методология разделения, исследования и количественного элементного анализа НЧ окружающей среды. Живые организмы могут служить индикаторами загрязнения почв и других объектов окружающей среды, в также характеризовать источники

загрязнения. В случае стойких органических загрязнителей (СОЗ), особенно ПХДД/ПХДФ, присутствующих в чрезвычайно низких концентрациях, выделить их вклад в реакцию живых организмов практически невозможно. В этом случае анализ адекватно отражающих загрязнение окружающей среды биологических материалов с помощью высокочувствительных и надежных инструментальных методов, таких как газовая хроматография/масс-спектрометрия высокого разрешения, может служить эффективным методом биоиндикации загрязнения. Этой проблеме был посвящен доклад А.Д. Кудрявцевой., А.А.Шелепчикова, Е.С. Бродского (ФГБУ Институт проблем экологии и эволюции им. А. Н. Северцова РАН, г. Москва) «Инструментальный (ГХ/МС) биомониторинг и биоиндикация стойких органических загрязнителей».

В докладе К.Г. Боголицына, А.С. Дружининой, А.Э. Паршиной, Д.В. Овчинникова (Северный (Арктический) федеральный университет имени М. В. Ломоносова, г. Архангельск) «Эколого-аналитические исследования арктических сред» рассмотрено применение эколого-аналитического подхода к решению задач Арктики на примере Баренцева и Белого морей Европейской части Западного сегмента Арктики РФ. Доклад М.Я. Каменцева, Л.Н. Москвина, Н.М.Якимовой, Ю. Малининой (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, г. Санкт-Петербург) «Новые возможности метода капиллярного электрофореза при определении органических аминов в водных средах с off line и on-line концентрированием» посвящен решению одной из актуальных экоаналитических задач в атомной энергетике - определению содержания коррозионно-активных микропримесей, в частности, хлорид- и сульфат-ионов, в воде высокой чистоты (ВВЧ). В докладе Т.С. Папиной (ФГБУН Институт водных и экологических проблем Сибирского отделения Российской академии наук (ИВЭП СО РАН), г. Барнаул) «Применение методов определения изотопного состава природных вод и атмосферных осадков в экологических исследованиях» был представлен критический обзор существующих методов определения стабильных изотопов воды (^{18}O , ^2H), а также исторический экскурс становления и развития изотопных методов анализа (включая приборное оснащение) и их использование в современных и палео климатических и гидрологических исследованиях.

Представленный С.С. Гражулене, Н.И. Золотарёвой, Н.Н. Шилкиной, А.Н. Редькиным, А.А. Митиной (ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН), п.

Черноголовка Московской обл.) доклад «Магнитные композиты на основе углеродных нанотрубок в анализе объектов окружающей среды» был посвящен использованию высокодисперсных сорбентов, имеющих большую площадь поверхности, перспективных для предварительного концентрирования токсикантов из объектов окружающей среды с их последующим анализом. В докладе А.Г. Горшкова (ФГБУН Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск) «Система мониторинга СОЗ в водной экосистеме Байкала – веяние времени или насущная необходимость?» рассказано о разработанном способе определения фталатов, заключающемся в экстракции СОЗ н-гексаном, прямом анализе экстрактов или их концентратов методом ГХ-МС/МС, обеспечивающим высокую чувствительность и степень надежности получаемых результатов. Доклад В.И. Вершинина (Омский государственный университет им. Ф. М. Достоевского, г. Омск) «Алгоритмы отбора однотипных веществ, совместно определяемых в виде интегральных показателей в ходе экологического мониторинга» посвящен разработке общего алгоритма отбора веществ для их совместного определения.

В работе группы специалистов ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Института нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН, (г. Москва) А.А. Курганова, А.А. Королева, В.Е. Ширяевой, Т.П. Поповой, А.Ю. Канатьевой «Мембранные полимеры в качестве стационарных фаз в газовой хроматографии», представленной на конференции, приготовлены капиллярные колонки для газовой хроматографии, содержащие в качестве неподвижной фазы мембранные полимеры различного типа. Большое внимание слушателей привлек доклад А.М. Воронцова и М.Н. Никаноровой (Балтийский институт экологии, политики и права, г. Санкт Петербург) «Развитие биологических методов экоаналитики». Методология экоаналитики, считают авторы, должна начинаться с того, чтобы взглянуть на классификацию органического вещества водных экосистем не только глазами химика-аналитика, но и глазами биолога, то есть, с учетом происхождения органического вещества, его автохтонности или аллохтонности.

В исследовании Д.О. Кирсанова, В.А. Беликовой., В.В. Панчука, Е.А. Легина, А.В. Легина (Институт химии СПбГУ, г. Санкт-Петербург, Самарский государственный технический университет, г. Самара) «Непрерывный мониторинг качества водоочистки на станции аэрации с помощью потенциометрической мультисенсорной системы» изучалась возможность непрерывного мониторинга качества водоочистки с помощью

мультисенсорной системы по двум основным параметрам: содержание нитратного и аммонийного азота.

В работе Е.В. Жмаевой, С.В. Орлова, Б.В. Шнейдера (ООО «Объединенный центр исследований и разработок», г. Москва) «Особенности совместного применения методов атомной спектроскопии для элементного анализа нефтезагрязненных природных вод, грунтов и донных отложений» авторы провели сравнительные исследования различных способов пробоподготовки грунтов и донных отложений для последующего определения в них элементов методами атомной спектроскопии. В работе М.С. Ермолина (Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН, г. Москва) «Оценка поведения и миграции наночастиц в почвах» при помощи проточной системы на основе микроколоники изучено влияние процессов смачивания/высыхания на поведение и подвижность в почве НЧ CeO_2 , ZnO и Cu , наиболее часто используемых в качестве потенциальных нанодобавок.

Доклад С.А. Еремина, И.А. Шанина, М.А. Козловой, Е.С. Кострикиной, Ю.С. Лебедина (Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, Химический факультет, г. Москва; ФГБУН Институт водных проблем РАН, г. Москва; ООО «ХЕМА», г. Москва) был посвящен созданию иммунохимических тест-систем для определения антибиотиков. Развитию метода газо-хромато-масс-спектрометрии в реконструкции состава микробного сообщества донных отложений был посвящен доклад Л.Д. Раднаевой и Е.Ц. Пинтаевой (ФГБУН Байкальский институт природопользования Сибирского отделения Российской академии наук, г. Улан-Удэ). Методом газо-хромато-масс-спектрометрии проведена реконструкция качественного и количественного состава микробных сообществ донных отложений озера Гусиное.

В докладе В.В. Панчука, А.А. Гойденко, Д.О. Кирсанова, В.Г. Семенова (Институт химии СПбГУ, г. Санкт-Петербург; Институт аналитического приборостроения РАН, г. Санкт-Петербург) «Определение следовых содержаний металлов в водных средах методом рентгенофлуоресцентного анализа в полном внешнем отражении с волноводом-рефлектором» показано, что применение планарных волноводов, которые представляют собой трехслойные системы, состоящие из отполированных твердых поверхностей с воздушным зазором между ними, позволяет увеличить плотность потока рентгеновских квантов без увеличения мощности источника излучения. В докладе М.А. Запелова, Д.Л. Самсонова, А.И. Кочеткова, Е.М. Пасынковой, Е.Г. Богачевой (ФГБУ «НПО

«Тайфун», г. Обнинск Калужской обл.) «Мониторинг стойких органических загрязнителей в атмосферном воздухе российской Арктики (2015–2017 гг.)» было рассказано об организации в 2015–2017 годах мониторинга СОЗ на двух полярных станциях Амдерма и Тикси.

Основное внимание в докладе Т.Н. Ермолаевой, О.В. Фарафоновой., Н.А. Карасевой (ФГБОУ ВО «Липецкий государственный технический университет», г. Липецк) «Возможности и перспективы иммуносенсорики для высокочувствительного определения пестицидов в объектах окружающей среды» было акцентировано на применении иммуносенсоров для анализа водных объектов окружающей среды и почвы, рассмотрены перспективы создания высокочувствительных и селективных сенсоров, показано, что характеристики сенсоров в значительной степени определяются структурой распознающего слоя. В докладе Ю.П. Турова, М.Ю. Гузьяевой, Д.А. Лазарева (БУ ВО «Сургутский государственный университет», г. Сургут) «Идентификация источников нефтяных разливов по составу выветренных образцов нефтяного загрязнения» были приведены результаты и продемонстрирована возможность идентификации источника реального нефтяного разлива по углеводородному составу выветренного (разложившегося под действием природных факторов) почвенного загрязнения двухгодичной давности в природно-климатических условиях Ханты-Мансийского округа. Г.Б. Слепченко и О.Л. Мезенцева (ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск) в докладе «Вольтамперометрический контроль ряда лекарственных препаратов в сточных водах фармацевтических производств» предложили алгоритм методик вольтамперометрического определения ряда лекарственных препаратов в сточных водах фармацевтических производств.

Целью работы, представленной А.Н. Алексеенко, Т.А. Елфимовой, В.А. Вокиной (ФГБНУ «Восточно-Сибирский институт медико-экологических исследований», г. Ангарск) «Процедура хромато-масс-спектрометрической идентификации летучих органических соединений в воздушной среде при ландшафтных пожарах», была разработка процедуры идентификации методом газовой хромато-масс-спектрометрии летучих органических соединений, выделяющихся в воздушную среду на примере тлеющего горения лесной подстилки в лабораторных условиях. В докладе С.В. Дрогобужской, А.И. Новикова, И.П. Кременецкой, М.В. Слуковской (Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева ФИЦ КНЦ РАН, г. Апатиты) «Оценка фазового состояния токсичных металлов (ТМ) в почвах в импактной зоне медно-никелевого

комбината с применением метода масс-спектрометрии» для оценки фазового состава ТМ определяли не только валовый состав, но и кислоторастворимые, водорастворимые и подвижные формы.

Мидии и устрицы являются удобными биологическими индикаторами для оценки содержания ТМ в прибрежных водах. Содержание ТМ в биологических объектах обычно определяют атомно-спектральными и масс-спектрометрическими методами (ИСП-АЭС и ИСП-МС). В докладе А.В. Волженина, Т.В. Скиба, Н.И. Петровой, А.Р. Цыганковой, Н.С. Медведева, В.Ф. Кукарина, А.И. Сапрыкина (ФГБУН Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск; ФГАОУ ВО Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, г. Новосибирск) «Определение тяжелых металлов в мидиях для экологической оценки состояния водных экосистем» рассмотрены и сопоставлены аналитические возможности атомно-спектральных и инверсионно-вольтамперометрических (ИВА) методик определения тяжелых металлов в тканях мидий из различных районов Тихого океана. В докладе Т.С. Улановой, Т.Д. Карнажицкой (ФБУН «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, г. Пермь) «Определение фталатов в атмосферном воздухе методом ВЭЖХ-МС» были представлены результаты исследований по определению 8 фталатов в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС). С.И.Метелицей, О.В. Буйко, С.Л.Дидух-Шадриной, Ю.Д.Хилло (Сибирский федеральный университет, г. Красноярск) «Сорбционно-люминесцентное определение РЗЭ с использованием кремнезема, послойно модифицированного полигуанидином, ферроном или тайроном в природных водах» представлен доклад о разработке методик сорбционно люминесцентного определения Тб(III) с использованием сорбента SiO₂-ПГМГ-Тайрон и Y(III) с использованием сорбента SiO₂-ПГМГ-Феррон.

Большой интерес вызвал доклад И.А. Родина, Т.М. Байгильдиева, А.Н. Ставрианиди, А.В. Браун, И.В. Рыбальченко (Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, Химический факультет; 2 ФГБУ «27-й научный центр Министерства обороны РФ», г. Москва) «Способы обнаружения и определения продуктов деструкции отравляющих веществ и других токсичных соединений методом жидкостной хроматомасс-спектрометрии». Был представлен широкий спектр подходов, позволяющих

всесторонне решить проблему установления факта применения нервно-паралитических и кожно-нарывных отравляющих веществ. Чувствительность разработанных ВЭЖХ МС/МС подходов превосходила или была сопоставима с существующими наиболее чувствительными ГХ-МС/МС подходами и в большинстве случаев не требовала дериватизации, что сокращало время анализа и количество ложноотрицательных результатов.

Плодотворно прошла работа стендовых сессий. Было представлено 78 стендовых сообщений, посвященных важнейшим достижениям и перспективам развития анализа объектов окружающей среды. В стендовых докладах затрагивались общие и методологические аспекты, рассматривалось развитие методов анализа природных объектов, в том числе экспрессных и мобильных, приборы и системы анализа, мониторинг и обобщенные показатели оценки состояния объектов, вопросы обеспечения качества анализа и контроля.

Был организован конкурс работ молодых ученых, представленных стендовыми докладами (фото 2). Победителям были вручены дипломы, подписанные председателем оргкомитета конференции академиком Ю. А. Золотовым. Их обладателями стали: Погорельцев Эдуард Владимирович, аспирант Института технической химии УрО РАН, г. Пермь, автор доклада «Определение 1- и 2-нафтиламинов в сточных водах»; Новиков Андрей Игоревич, м. н. с. исследовательского центра «Кольский научный центр РАН, Апатиты, сделавший сообщение «Элементный анализ взвешенных частиц атмосферного воздуха в черте города методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» и Богачева Анна Михайловна, с. н. с. Уральского НИИ метрологии, Екатеринбург («Обеспечение качества измерений состава воздушных сред»).

В рамках конференции прошла выставка фирм-производителей аналитического оборудования.

Для участников конференции были организованы экскурсии по городу Пермь, территории курорта Усть-Качка и в знаменитую Кунгурскую пещеру.

Успешной работе, высокой активности и хорошему настроению участников способствовали также солнечная погода, теплый прием и успешная организация конференции сотрудниками Пермского государственного национального исследовательского университета.



Фото 2. Награждение победителей конкурса молодых ученых на лучший стендовый доклад

Участники отметили, что конференция «Экоаналитика-2019» внесла существенный вклад в развитие исследований в области анализа объектов окружающей среды, в укрепление связей вузовской и академической науки, в повышение уровня подготовки молодых специалистов в указанной области. Участники признали конференцию успешной, отметили высокий уровень докладов и выразили благодарность оргкомитету, Пермскому университету и ЗАО «Курорт Усть-Качка» за организацию и проведение конференции, а также признательность организациям, оказавшим финансовую поддержку конференции – Российскому фонду фундаментальных исследований (РФФИ), Министерству науки и высшего образования РФ, Министерству образования и науки Пермского края, Российской академии наук, ООО «Аналит Продактс», ЗАО «Леко-Центр-М».



Фото 3. Экскурсия участников конференции по территории курорта Усть-Качка

*По материалам статьи – хроники
М. И. Дегтева и М. М. Залетиной*

**XXI Менделеевский съезд
по общей и прикладной химии**

**Секция 7. «Аналитическая химия: новые методы и приборы для
химических исследований и анализа» (Санкт-Петербург, 9 – 13 сентября
2019 г.)**

С 9 по 13 сентября 2019 г. в Санкт-Петербурге прошел XXI Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, посвященный 150-летию создания Д.И. Менделеевым периодической системы элементов. Съезд проводился под эгидой ИЮПАК и стал одним из основных мероприятий Международного года периодической таблицы химических элементов, провозглашенного ООН в декабре 2017 г. Организаторами съезда явились Российская академия наук, Российское химическое общество им. Д.И.

Менделеева, Министерство науки и высшего образования РФ, Правительство Санкт-Петербурга, Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербургский горный университет, Российский союз химиков, Российский фонд фундаментальных исследований, Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН. В работе съезда участвовало более 3 тысяч специалистов из 60 стран, в том числе около 300 иностранных ученых (фото 1).



Фото1. Участники съезда

На открытии съезда было зачитано поздравление президента Российской Федерации В.В. Путина, с поздравлением выступил председатель правительства РФ Д.А. Медведев. Научная программа съезда была очень насыщенной: 17 пленарных докладов, два из которых были сделаны лауреатами Нобелевской премии по химии Жаном-Пьером Саважем (J.P. Sauvage, Франция, был награжден в 2016 г. за конструирование молекулярных машин) и Уильямом Мёрнером (W.E. Moerner, США, получил премию в 2014 г. за разработку флуоресцентной микроскопии); 10 параллельных секций, 6 сателлитных симпозиумов, несколько круглых столов, стендовые сессии. Тематики секций охватывали основные направления химической науки, технологии и промышленности: фундаментальные проблемы химической науки; химия и технология материалов; физико-химические основы металлургических процессов; энергоресурсоэффективность, экологическая безопасность и управление рисками химических производств; химические аспекты современной

энергетики и альтернативные энергоносители; химия ископаемого и возобновляемого углеводородного сырья; аналитическая химия: новые методы и приборы для химических исследований и анализа; химическое образование; периодическая таблица и новые элементы; медицинская химия: фундаментальные и прикладные аспекты. На стендовую сессию было представлено более 100 докладов. Ниже дан краткий обзор научной программы секции.

В качестве ключевых докладчиков оргкомитетом были приглашены А.А. Макаров (Thermo Fisher, Германия), Нобухико Ики (Nobuhiko Iki, Tohoku University, Japan), П.Н. Нестеренко (МГУ им. М.В. Ломоносова) и К.В. Григорович (ИМЕТ РАН). В докладе “Measuring mass of molecules: from atoms to molecular machines” А.А. Макаров рассказал о 20-летней истории развития предложенного им метода Орбитрэп-масс-спектрометрии, об особенностях, возможностях, областях его применения в настоящее время и в будущем.

Секция “Аналитическая химия: новые методы и приборы для химических исследований и анализа” работает уже на нескольких менделеевских съездах. В этот раз в течение четырех рабочих дней было сделано 40 устных докладов (4 ключевых, 10 приглашенных и 30 устных) (фото 2).

На стендовую сессию было представлено более 100 докладов. Ниже дан краткий обзор научной программы секции.

В качестве ключевых докладчиков оргкомитетом были приглашены А.А. Макаров (Thermo Fisher, Германия), Нобухико Ики (Nobuhiko Iki, Tohoku University, Japan), П.Н. Нестеренко (МГУ им. М.В. Ломоносова) и К.В. Григорович (ИМЕТ РАН). В докладе “Measuring mass of molecules: from atoms to molecular machines” А.А. Макаров рассказал о 20-летней истории развития предложенного им метода Орбитрэп-масс-спектрометрии, об особенностях, возможностях, областях его применения в настоящее время и в будущем.

Н. Ики (“Capillary electrophoresis as a versatile tool to investigate complexes in aqueous solutions”) на примере исследования диссоциации двух систем – комплексов металл–лиганд, поглощающих свет в ближней ИК-области и обладающих люминесцентными свойствами и подвижным водородом, и биомолекулярных комплексов, таких как ДНК–белок, фермент–ингибитор и т.д., показал новые возможности метода капиллярного электрофореза. П.Н. Нестеренко (“Аддитивные технологии в аналитической химии. Новые возможности”) остановился на применении трехмерной печати

для создания новых высокотехнологичных аналитических устройств, имеющих сложную внутреннюю пространственную структуру, например, компактных хроматографических колонок для ВЭЖХ, проточных реакторов и кювет для детекторов и ряда других устройств.



Фото 2. На заседании секции

К.В. Григорович в докладе “Определение форм присутствия газообразующих примесей в металлах, сплавах и градиентных материалах” проанализировал направления развития методов определения газообразующих примесей в металлах и сплавах, обсудил их возможности в определении диффузионно-подвижного водорода, растворенного и связанного в соединения азота, а также вещественного состава оксидных включений в различных покрытиях сталей и сплавов.

Темы приглашенных и устных докладов можно разделить на несколько направлений, все они вписываются в тренды развития мировой аналитической химии.

В.И. Вершининым (Омский ГУ) предложен новый более простой алгоритм интервальной оценки суммарного содержания однотипных аналитов, который можно применить в анализе нефтепродуктов, пищевых продуктов и природных вод. Обсуждались способы повышения точности интервальных оценок. М.Г. Токмачев (МГУ) рассказал о кинетической

модели набухания полимерных гелей, которая описывает этапы этого процесса в водных растворах разного состава и концентраций, и с помощью которой можно определять концентрацию раствора.

Много докладов было посвящено **химическим сенсорам**. В Казанском (Приволжском) ФУ (Г.А. Евтюгин) созданы новые электрохимические сенсоры, включающие незамещенный пиллар[5]арен и его производные с кислотными и основными группами, формирующие агрегаты с биомолекулами, в частности, с ДНК, с помощью которых достигнуты субнаномолярные пределы обнаружения лекарственных препаратов, интеркалирующих ДНК. Предложены сенсоры для определения окислительного и термического повреждения ДНК. Группа С.С. Ермакова (Санкт-Петербургский ГУ) разработала новые электродные наноструктурированные материалы для бесферментного определения биологически значимых аналитов. Энантиоселективные вольтамперометрические сенсоры на основе хиральных супрамолекулярных и каркасных металлоорганических соединений и их композитов успешно применены для определения энантиочистых лекарственных препаратов (В.Н. Майстренко, Башкирский ГУ). Две электрохимические сенсорные системы по два электрода (оба электрода покрыты мембраной, пропитанной медиатором $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}/[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$) разработаны для *on site* и *insitu* оценки антиоксидантной активности (АОА) твердофазных объектов, в том числе для оценки АОА кожи человека (Н.Ю. Стожко, Уральский ГЭУ) (фото 3). Для определения природных антиоксидантов – фенольных, ванилина и α -липоевой кислоты – предложены электроды, модифицированные наночастицами диоксидов церия и олова и поверхностно-активными веществами. Последние обеспечивают стабилизацию дисперсной наночастицы и концентрируют молекулы аналита на поверхности электрода (Г.К. Зиятдинова, Казанский (Приволжский) ФУ). В МГУ (И.А. Веселова) в качестве основы твердофазных сенсорных элементов использовали био- и хемираспознающие пленочные покрытия на основе хитозана и наноструктур серебра. Эти системы применены для экологического мониторинга, контроля качества растительного сырья и биомедицинской диагностики. Электрохимические иммуносенсоры, использующие антитела в качестве селективно распознающего агента и электрохимический детектор для регистрации сигнала, разрабатывают в Уральском ФУ (А.Н. Козицына). Благодаря уникальному сочетанию ультраселективности иммунорецептора и высокой чувствительности, точности, экспрессности электрохимических методов анализа, эти системы применены для иммунодиагностики

патогенных микроорганизмов и вирусов, превосходя возможности методов иммуноферментного и ПЦР-анализа.



Фото 3. Выступает Н.Ю. Стожок

В докладе М.А. Пешковой (Санкт-Петербургский ГУ) дан обзор новых областей применения оптических сенсоров (оптодов). Это пространственно-временная (био)визуализация с оптодными пленками и наночастицами; одновременный мониторинг ряда аналитов с помощью миниатюрных оптодных массивов; применение многокомпонентной оптодной цветовой шкалы для бескалибровочного определения ионов в водных образцах. Т.Ю. Русанова (Саратовский ГУ) рассмотрела условия формирования нановолокон для создания подложек оптических сенсоров и тест-систем, способы включения в них аналитических реагентов, особенности их функционирования, метрологические характеристики разработанных устройств, области применения в оптических и тест-системах. Т.А. Кучменко (ВГУИТ) рассказала о разрабатываемом группой исследователей методе определения легколетучих соединений, выделяемых кожей человека, для оценки состояния, раннего выявления заболеваний, контроля эффективности терапии с применением портативного газового анализатора “электронный нос”, работающего на основе 8 газовых сенсоров. В Институте нефтехимии и катализа УФИЦ РАН обнаружена хемилюминесценция в новой редокс-системе, реакционноспособный состав которой делает ее перспективной для создания датчиков обнаружения сверхмалых количеств кислорода в газах и

растворах (С.М. Якупова). Разработан метод понижения вероятности ложноположительного результата при селективном определении метана с помощью единичного полупроводникового сенсора на основе допированного палладием нанодисперсного диоксида олова (А.В. Шапошник, Воронежский ГАУ).

В области **спектральных методов анализа** было представлено несколько новых приборов и рассматривались возможности различных методов в анализе. В ВМК “Оптоэлектроника” (В.А. Лабусов) на базе спектрометра Гранд-2 с анализатором МАЭС создан отечественный атомно-абсорбционный спектрометр с источником непрерывного спектра и электротермическим атомизатором для одновременного определения элементов. Около 60 тыс. измерительных каналов одновременно регистрируют спектры поглощения в спектральных областях 190–350 и 350–780 нм с разрешением 10 и 30 пм соответственно и быстродействием 500 спектров в секунду с диапазоном прямого определения металлов в многоэлементных растворах до 4 порядков при пределах обнаружения до сотых долей мкг/мл. В МГУ (М.А. Проскурнин) разработан термооптический спектрометр для обнаружения и анализа множественных и единичных объектов нанометрового диапазона. Прибор позволяет оценивать температуропроводность объекта в целом и тепловые характеристики дисперсных частиц, что важно для использования наночастиц в медицинских технологиях. В МФТИ разработан акустический спектрометр нового поколения для измерения двух размеров цилиндрических нанообъектов в коллоидных растворах с использованием двух измерений спектров затухания: при ориентации наноцилиндров параллельно фронту волны и при их хаотической ориентации (Н.И. Сапронова). М.В. Кузнецовым (Институт химии твердого тела УрО РАН, МГУ, СПбГУ) сделан обзор возможностей методов фотоэлектронной дифракции и голографии в исследовании некоторых структурных свойств 2D систем. Особенно впечатляет их использование для изучения интеркаляционных соединений и допированного графена. В будущем можно ожидать достижения субмикронного разрешения, что позволит преодолеть ограничения, касающиеся монокристаллических субстратов. В.В. Апяри (МГУ) обобщил результаты исследований аналитических возможностей наночастиц золота, основанных на уникальных оптических свойствах, обусловленных явлением поверхностного плазмонного резонанса. В Нижегородском ГТУ (Т.С. Сазанова) метод атомной силовой микроскопии применен для изучения особенностей

структурирования поверхности блок- и привитых сополимеров хитозана с полиакрилонитрилом и полистиролом, модифицированных ионными жидкостями. О тенденциях и перспективах развития рентгеноспектрального приборостроения рассказал Е.М. Лукьянченко (ООО “Полус”, Санкт-Петербург). Реализация физических эффектов взаимодействия рентгеновского излучения с веществом позволит повысить контрастность аналитического сигнала на один–два порядка и соответственно снизить предел обнаружения РФА.

Масс-спектрометрия. В.И. Козловский (ИОФ РАН, ИЭПХФ РАН, Россия; Jinan University, China) в докладе “Лазерная масс-спектрометрия одиночных частиц” представил новый тип масс-спектрометра, способного измерять размеры и определять химический состав аэрозольных частиц, в том числе атмосферных. Применение задержанной экстракции ионов и корреляционного анализа масс-спектров позволило получить высокое разрешение по массам, когда масс-спектры нестабильны из-за флуктуаций положения частиц в ионном источнике. И.Г. Зенкевич (Санкт-Петербургский ГУ) предложил совместное использование масс-спектрометрических и хроматографических параметров в ГХ–МС-идентификации органических соединений, что позволяет оценивать молекулярные массы соединений, не дающих в масс-спектрах надежно регистрируемых сигналов молекулярных ионов. Рассмотрен математический аппарат, позволяющий представлять масс-спектрометрические и хроматографические данные в единой шкале. В МГУ совместно с 27 НЦ МО РФ (И.А. Родин) разработали методы определения метаболитов боевых отравляющих веществ (иприта, люизита, фосфорорганических и ряда других соединений) в биологических и других природных объектах на уровне 1–10 нг/мл и ниже, используя ВЭЖХ–МС, ВЭЖХ–МС/МС, что важно для обнаружения факта применения химического оружия. За эту работу авторы получили в 2018 г. премию памяти митрополита Московского и Коломенского Макария. В.М. Грузнов (ИНГГ СО РАН) представил обзор существующих методов обнаружения взрывчатых веществ: газохроматографическим методом с отбором паров или конденсированных следов; масс-спектрометрическим методом; с использованием люминофоров и фотодетектирования, газовых сенсоров на основе нанопроволочных полевых транзисторов. По мнению автора, будущее за полупроводниковыми сенсорами, позволяющими за 1 с достигать чувствительности в сотые доли пг. А.Г. Терентьевым (РХТУ) предложено применять масс-спектрометрию отрицательных ионов резонансного захвата электронов, дающую хорошую воспроизводимость масс-спектров даже при

низких концентрациях, для идентификации взрывчатых веществ в пробах различного происхождения. А.К. Буряк (ИФХЭ РАН) представил результаты исследования поверхности неорганических катализаторов – галогенидов серебра, меди, железа, алюминия, оксидов этих металлов и других соединений, методом масс-спектрометрии с мягкой лазерной ионизацией, что важно для оценки каталитической активности материалов, а также для понимания процессов, происходящих на поверхности в процессе катализа. В докладе И.В.Рыбальченко (27 НЦ МО РФ) был обобщен опыт совместных работ лабораторий научного центра и химического факультета МГУ в области масс-спектрометрического определения природных пептидных биотоксинов. В Нижегородском ГТУ (А.В. Воротынцев) разрабатываются высокоселективные катализаторы диспропорционирования трихлорсилана для экологически безопасного производства высокочистого поликристаллического кремния. Представлены приемы экспресс анализа каталитической активности катализаторов на основе имидазолия с использованием методики совмещенного анализа *operando insitu* ИК-Фурье-спектроскопии и ГХ–МС. Для определения приоритетных загрязнителей воздуха, воды и почвы методом ГХ–ДЭЗ/МС (И.В. Груздев, Институт биологии Коми НЦ УрО РАН) предложена их дериватизация в бром- или иодпроизводные с последующей жидкостной экстракцией и этерификацией галогенопроизводных в экстракте. Диапазон определяемых концентраций составляет 0.01–10 мкг/л с s_r 10–30%.

Хроматографические методы анализа. Истории открытия хроматографического метода – жидкостно-газовой хроматографии – и его аналитическим приложениям был посвящен доклад одного из авторов метода Л.Н. Москвина (Санкт-Петербургский ГУ). При поиске методик определения газов, растворенных в воде, было обнаружено существование стационарной газовой фазы (СГФ) в микро- и мезопорах гидрофобных полимерных носителей, удерживающей летучие вещества из водных растворов за счет распределения между подвижной жидкой фазой и СГФ. Существование СГФ в порах гидрофобных сорбентов заставило по-новому взглянуть на механизм удерживания летучих органических соединений в обращенно-фазовой жидкостно-адсорбционной хроматографии и явилось существенным фактором для оптимизации метода. В Самарском национальном исследовательском университете (И.А. Платонов) разработан портативный комплекс на основе газохроматографических микрофлюидных систем, который может быть использован при анализе атмосферного воздуха и природного газа как в лабораторных, так и в полевых условиях. В ГЕОХИ

РАН (Е.А. Зайцева) предложена математическая модель, основанная на представлении энергии межмолекулярного взаимодействия в виде суммы трех членов: энергий неполярной, полярной и водородной связей. Составлена карта селективности в координатах полярность–гидрофильность, которая позволяет выбрать наиболее подходящую для разделения аналитов фазу согласно принципу “подобное в подобном”.

Ведутся работы по созданию новых полимерных сорбентов. А.Ю. Канатьева (ИНХС РАН) обсудила свойства ряда новых неподвижных фаз, представляющих собой полимеры норборненового ряда с внутренней пористостью, отличающиеся уникальной селективностью и хорошей эффективностью. В ИНХ СО РАН (С.С. Волынкин) применяют в ВЭЖХ и твердофазной экстракции металлоорганические координационные полимеры – новый перспективный класс соединений, благодаря их высокой пористости, большой площади поверхности, наличию однородных упорядоченных полостей и однородному размеру пор. Изучены возможности применения соединений циркония с терефталевой кислотой в качестве неподвижной фазы в ВЭЖХ и твердофазной экстракции для концентрирования и разделения форм химических элементов (на примере соединений ртути).

Биохимические методы анализа. Б.Б. Дзантиев (ИНБИ РАН) представил разработки аналитических систем с использованием наночастиц, функционализированных биорецепторными молекулами, и результаты их применения для определения низкомолекулярных токсикантов – мико- и фикотоксинов, антибиотиков и бактериостатиков, пестицидов в различных видах сельскохозяйственной продукции и продуктах питания. Е.А. Бессонова (Санкт-Петербургский ГУ) обсудила примеры использования характеристических профилей органических и неорганических аналитов, полученных методами ВЭЖХ-УФ, ГХ–МС, ВЭТСХ-УФ из образцов биологических жидкостей (мочи, плазмы и сыворотки крови) с последующей хемометрической обработкой, для экспресс-диагностики ряда онкологических заболеваний, туберкулеза, эндокринных заболеваний, для контроля проводимой лекарственной терапии, а также рассмотрела возможности предложенного подхода для выявления фальсификации пищевых продуктов. С.А. Еремин (МГУ, ООО “ХЕМА”) рассказал о путях повышения чувствительности определения антибиотиков в продуктах питания методом иммуноферментного анализа (ИФА): об использовании хемилюминесцентной детекции ферментной метки, применении магнитных частиц с иммобилизованными антителами. Создан экспериментальный образец автоматического анализатора для проведения ИФА на магнитных

частицах и хемилюминесцентной детекции. Чувствительность определения антибиотиков достигает 0.2 нг/мл. И.Ю. Горячева (Саратовский ГУ) сделала обзорный доклад о применении люминесцентных квантовых точек как меток для иммуноанализа. В последние годы применение квантовых точек для иммуноанализа является одной из наиболее интенсивно развивающихся областей биоанализа.

Разделение и концентрирование. К этому направлению относился доклад М.А. Статкуса (МГУ) о сорбционном концентрировании и ВЭЖХ-определении веществ с использованием пористого графитированного углерода Huregarb и субкритической воды (нагретой свыше 100°C под давлением в несколько десятков атмосфер) в качестве десорбирующего раствора. О.А. Писарев (ИВС РАН) рассказал о новом способе осуществления сорбционных процессов, согласно которому разделение веществ определяется эффектом кинетической селективности сорбции (КСС). В кинетически селективной хроматографии эффективность разделений может регулироваться за счет изменения соотношений между коэффициентами распределения и эффективными коэффициентами диффузии. На важных для биотехнологии и фармацевтики системах (противоопухолевые антибиотики, гидролитические ферменты и др.) продемонстрированы возможности практического применения эффекта КСС для оптимизации селективной сорбции биологически активных веществ.

Локальный анализ. М.Н. Филиппов (ИОНХ РАН) рассмотрел возможности развития электроннозондового метода для анализа нанообъектов: преимущества и ограничения метода при низкой энергии электронов зонда, возможности использования специальной геометрии эксперимента, влияние нагрева на состав анализируемой матрицы, возможности достижения локальности на уровне единиц нанометров и пределов обнаружения, соответствующих счетному числу атомов определяемого элемента. Ю.В. Рублинецкая познакомила присутствующих с разработанным в Самарском ГТУ методом контроля фазового состава и толщины оксидных слоев, образующихся на поверхности цинка и его сплавов в щелочной среде, с помощью циклической локальной вольтамперометрии (ЦЛВА).

Анализ нефтей и нефтепродуктов. Ю.П. Туров (Сургутский ГУ) рассказал об источниках погрешностей в анализе нефтей как следствии термодинамической неравновесности нефтяной системы. Самым надежным методом метрологического контроля качества результатов анализа нефти является определение ее элементного и изотопного состава. И.И. Занозина

(ПАО СВНИИ НП) остановилась на аналитическом контроле в процессе переработки сырья до экологически чистого топлива, представив линейку анализаторов и методическое обеспечение по показателям – “массовая доля общей серы” и “содержание групп серосодержащих соединений”. Автор констатировал, что актуальная и непростая задача унификации и совершенствования аналитического контроля нефти и нефтепродуктов требует совместных усилий аналитиков и приборостроителей.

Большинство работ, представленных в виде устных докладов секции, были поддержаны грантами РФФИ, РНФ, программами РАН и Минобрнауки.

По материалам статьи-хроники И.Н.Киселевой

III Всероссийская конференция по аналитической спектроскопии с международным участием

С 29 сентября по 05 октября 2019 г. в поселке Агой Туапсинского района Краснодарского края проходила III Всероссийская конференция по аналитической спектроскопии с международным участием. Конференция была организована Министерством науки и высшего образования РФ, Российской академией наук, Научным советом РАН по аналитической химии, Московским государственным университетом имени М.В. Ломоносова, Институтом спектроскопии РАН и Кубанским государственным университетом. В работе симпозиума участвовали 231 человек, из них 112 молодых ученых. Были представлены 35 вузов, 19 академических, отраслевые научно-исследовательские институты, предприятия и организации из реального сектора экономики. Самые многочисленные делегации ученых были из Москвы, Санкт-Петербурга, Саратова, Казани, Самары и Краснодара. На симпозиуме были аккредитованы редакции “Журнала аналитической химии”, журналов “Аналитика и контроль”, “Заводская лаборатория. Диагностика материалов”, “Аналитика” и “Лаборатория и производство”.

Свои экспозиции представили 13 фирм-производителей и поставщиков аналитического оборудования. Конференция проводилась при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, ООО «Аналит-Продакте», ООО «НКЦ “ЛАБТЕСТ”», ООО «ПрофЛаб», ООО «Троицкий инженерный центр», «ИНТЕРТЕК ТРЕЙДИНГ КОРПОРЕЙШН», ООО «НПО «Спектрон», ООО «ВМК-Оптоэлектроника», ООО «ЦТС “Наука”»,

группа компаний «Интераналит», ООО «Термо Техно Инжиниринг», ООО «НПО “Спектроприбор”», АО «МС-АНАЛИТИКА», ООО НТЦ «БиАСеп», компании «Spellman High Voltage Electronics Corp».

В рамках конференции работали секции масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, молекулярной масс-спектрометрии, молекулярной спектрометрии, атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой, рентгеновской спектрометрии, отбора и подготовки проб в спектрометрическом анализе, анализа различного вида объектов, метрологии спектрального анализа. Также было проведено две стендовых сессии.

Заслушано 8 пленарных лекций, 12 приглашенных главных секционных и 40 секционных докладов, сделано 189 стендовых сообщений. Можно отметить приветствие председателя Оргкомитета д.ф.-м.н. М.А. Большова, доклады Почетного Председателя – председателя НСАХ РАН академика РАН Ю.А. Золотова “ Современные тенденции развития аналитической химии”, к.х.н. В.К. Карандашева «Современное состояние метода масс-спектрометрии индуктивно связанной плазмой», д.т.н. В.А. Лабусова, д.х.н. А.В. Бехтерова, И.А. Зарубина «Новые оптические спектрометры для атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного анализа», д.т.н. Д.А. Кацкова «Многоэлементный атомно-абсорбционный анализ – terra incognita», д.х.н. А.Т. Лебедева «Комбинированные методы масс-спектрометрического анализа образцов окружающей среды», д.ф.-м.н. М.Н. Филиппова ««Безэталонный» рентгеноспектральный анализ: реальность или миф», д.х.н. А.А. Гречникова «Лазерные методы в масс-спектрометрии с ионизацией при атмосферном давлении», д.ф.-м.н. М.А. Большова «Лазеры в аналитической спектроскопии», к.х.н. И.Ф. Серegiной, д.ф.-м.н. М.А. Большова, к.х.н. К. Осипова, д.х.н. Р.Х. Хамизова и д.х.н. В.А. Даванкова «Учет и устранение матричных влияний при МС-ИСП анализе растворов сложного состава», д.х.н. С.Н. Штыкова «Роль спектроскопических методов в анализе наночастиц и наноматериалов», к.х.н. О.В. Бояркина «Спектроскопия – масс-спектрометрия холодных биологических ионов для идентификации изомеров», д.т.н. А.И. Сапрыкина «Способы расширения аналитических возможностей инструментальных атомно-спектральных и масс-спектрометрических методов», д.х.н. В.Б. Барановской, к.х.н. В.В. Еськиной, к.х.н. Е.С. Кошель и академика РАН Ю.А. Карпова «Актуальные аспекты атомно-спектральных методов анализа чистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья», д.х.н. И.В. Рыбальченко

«Комплексное использование хроматографических и спектрометрических методов анализа для идентификации физиологически активных веществ в сложных матрицах», д.т.н. А.Г. Ревенко «Рентгенофлуоресцентный анализ биологических материалов», д.х.н. В.И. Бехтерова и С.Н. Гаврилова «Совместное применение экстракционного вымораживания и газовой хромато-масс-спектрометрии в химико-токсикологическом анализе», чл. кор. РАН В.П. Колотова, к.х.н. А.М. Зыбинского и к.х.н. А.В. Жилкина «Компьютерная система обработки и контроля результатов анализа методом КМС-ИСП с использованием возможностей реляционных СУБД», к.х.н. К. Осипова и д.х.н. Т.А. Марютиной «Особенности выбора способа пробоподготовки различных нефтепродуктов для последующего анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой».

В рамках конференции проведен круглый стол на тему: "Совершенствование инструментальной базы химического анализа в России - проблемы и перспективы" (председатель – д.т.н. В.А. Лабусов). Были отмечены следующие основные проблемы:

- узкий и дорогой российский рынок аналитических приборов из-за малого количества активно работающих предприятий и стагнации экономики;
- необходимость больших финансовых вложений и затрат времени на разработку новых аналитических приборов при полном отсутствии государственной поддержки (снижение налогообложения, софинансирование, упрощение отчетности и пр.);
- постоянное появление новых и не всегда обоснованных требований к разработчикам и производителям приборов от существующих или вновь возникающих административных структур;
- ориентированность фондов поддержки инноваций на публикации в высокорейтинговых журналах, а не на реальную разработку и внедрение новых приборов в России;
- затрудненность выхода на зарубежный рынок приборов.

Обсуждая эти и другие вопросы, участники круглого стола подчеркивали, что без участия государства решение этих проблем невозможно.

На заключительном заседании выступающие отмечали, что конференция внесла большой вклад в развитие фундаментальных и прикладных исследований в области аналитической спектроскопии, в укрепление связей промышленности с вузовской и академической наукой, в повышение уровня подготовки специалистов в области химико-аналитического контроля. Участники признали конференцию успешной, научную программу выполненной полностью; отметили высокий уровень

докладов; выразили благодарность оргкомитету, Кубанскому университету и ОАО “Санаторий ”Автотранспортник России” за организацию и проведение симпозиума; признательность организациям, оказавшим финансовую поддержку симпозиуму, – Министерству науки и высшего образования РФ, ООО «Аналит-Продактс», ООО «НКЦ “ЛАБТЕСТ”», ООО «ПрофЛаб», ООО «Троицкий инженерный центр», «ИНТЕРТЕК ТРЕЙДИНГ КОРПОРЕЙШН», ООО “НПО “Спектрон”, ООО «ВМК-Оптоэлектроника», ООО «ЦТС “Наука”», группе компаний «Интераналит», ООО «Термо Техно Инжиниринг», ООО "НПО Спектроприбор», АО «МС-Аналитика».

По материалам статьи-хроники А.А. Пупышева, М.А. Большова и З.А. Темердашева

Работа комиссий и отделений совета в 2019 г.

Комиссия по информационной поддержке постоянно обновляет информацию на сайте совета, касающуюся событий и мероприятий в области аналитической химии в России, мероприятий совета; публикаций ЖАХ.

Подготовлена информация об участии российских ученых в редколлегиях международных журналов по аналитической химии и близких областях;

| Журнал | Российский ученый |
|---|-------------------|
| Analytica Chimica Acta | Нестеренко П.Н. |
| Analytical Letters | Егоров А.М. |
| Analytical Sciences | Мясоедов Б.Ф. |
| Electrochemistry Communications | Карякин А.А. |
| Electrophoresis | Темербаев А.Р. |
| International Journal of Environmental Analytical Chemistry | Золотов Ю.А. |
| International Journal of Polymer Analysis | Филиппова О.Е. |
| Journal of Chemometrics | Родионова О.Е. |

| | |
|---|---------------------------------|
| Journal of Electroanalytical Chemistry | Цирлина Г.А. |
| Journal of Separation Science | Курганов А.А. |
| Mass Spectrometry Reviews | Николаев Е.Н. |
| Rapid Communications in Mass Spectrometry | Горшков М.В., Николаев Е.Н. |
| Separation and Publication Reviews | Федотов П.С. |
| Solvent Extraction and Ion Exchange | Калмыков С.Н. |
| Spectrochimica Acta A | Камнев А.А. |
| Spectrochimica Acta B | Львов Б.В. |
| X-Ray Spectrometry | Ревенко А.Г. |
| Bioelectrochemistry | Евтюгин Г.А. |
| Microchimica Acta | Евтюгин Г.А., Дзантиев Б.Б. |
| Talanta | Булатов А.В. |
| Current Chromatography | Нестеренко П.Н., Штыков С.Н. |

Комиссия по метрологии. В части информирования научной общественности о метрологической прослеживаемости в аналитической химии опубликованы две статьи: «Нерешенные проблемы метрологии химического анализа», авторы Карпов Ю.А., Филиппов М.Н., Барановская В.Б. - Журн. аналит. химии. 2019. Т.74. № 9. С.643-651 и о первом опыте разработки государственных первичных референтных методик «Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье», авторы Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Крашенинина М.П., Шохина О.С. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т.85. № 6. С. 70-80.

ААЦ «Аналитика». В 2019 году продолжался переход российских аккредитованных лабораторий на новую редакцию **международного стандарта для испытательных лабораторий (ИСО/МЭК 17025)**. Около 30% лабораторий уже оформили этот переход. Остальным предстоит сделать

это в 2020 году. В 2019 году ААЦ «Аналитика» в связи с внедрением новой редакции стандарта особое внимание уделила подготовке специалистов аналитических лабораторий и переходу аккредитованных лабораторий на новые требования этих стандартов. В 2019 году было проведено 12 обучающих семинаров, участие в которых приняли около 500 специалистов лабораторий различного профиля. Специалистами ААЦ «Аналитика» была разработана учебная программа, которая включила в себя такие вопросы как система менеджмента испытательной лаборатории, метрологическая прослеживаемость результатов измерений, неопределенность измерений, оценка рисков беспристрастности и рисков, связанных с лабораторной деятельностью.

В октябре 2019 года на Генеральной ассамблее ИЛАК ААЦ «Аналитика» получила признание от ИЛАК в области аккредитации провайдеров проверок квалификации. Был проведен 1 обучающий семинар для специалистов, работающих в области проведения проверки квалификации, на котором рассматривались вопросы организации системы менеджмента провайдеров проверок квалификации, подходы и методы статистической обработки данных в свете стандарта ИСО 13528:2015. (Болдырев И.В., Ерошина О.А.)

В 2019 году закончился назначенный международной организацией по аккредитации ИЛАК и ее региональными представительствами (АПАК, ЕА) трехлетний переходный период на международный стандарт ИСО 17034:2016, регламентирующий требования к **производителям стандартных образцов**. В условиях того, что национальная версия стандарта так и не появилась, ААЦ «Аналитика» подготовила перевод стандарта и проводит аккредитацию производителей стандартных образцов на соответствие ИСО 17034:2016. В настоящее время аккредитовано 8 производителей СО и ещё три заявки находятся в стадии рассмотрения.

Итогом деятельности ААЦ «Аналитика» как органа по аккредитации явилась аккредитация

- испытательных лабораторий – 313;
- провайдеров проверок квалификации – 12;
- производителей СО - 8.

Комиссия по применению хемометрики в анализе совместно с кафедрой общей и неорганической химии Института химии Саратовского национального исследовательского государственного университета готовили 12 Зимний симпозиум по хемометрике (Саратов, 24 – 28 февраля 2020 г.)

ЭАА «Экоаналитика» совместно с кафедрой аналитической химии Пермского государственного университета организовала и провела XI Всероссийскую конференцию по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика 2019» (Пермь, 27 мая – 01 июня 2019 г.)

Комиссия по методам разделения и концентрирования принимала участие в подготовке научной программы выставки «АналитикаЭкспо 2020»

Комиссия по хроматографии совместно с кафедрой аналитической химии Кубанского государственного университета готовили проведение IV Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» с международным участием (Краснодар – Туапсе, 27 сентября - 3 октября 2020 г.)

Комиссия по электрохимическим методам анализа совместно с кафедрой аналитической химии Казанского (Приволжского) государственного университета занималась подготовкой X Юбилейной всероссийской конференции по электрохимическим методам анализа «ЭМА 2020» (Казань, 16 – 20 ноября 2020 г.)

Комиссия по оптическому спектральному анализу совместно с кафедрой аналитической химии Кубанского государственного университета организовали и провели 3-ю Всероссийскую конференцию по аналитической спектроскопии (Краснодар - Туапсе, 29 сентября – 5 октября 2019 г.)

Комиссия по масс-спектрометрии – Всероссийское масс-спектрометрическое общество совместно с Институтом физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН и Институтом нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН провели

- семинар «Практические аспекты применения методов газовой хроматографии/ масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии / масс-спектрометрии» (Москва, 26 февраля – 01 марта 2019 г.). Число участников – 40 человек;

- VIII Всероссийскую конференцию с международным участием «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы» (Москва, 14 – 18 октября 2019 г.). Число участников – 252 человека.

Северо-Западное отделение

Санкт-Петербургский государственный университет, Центр дополнительных образовательных программ (ЦДОП) по направлению химия

на базе кафедры аналитической химии в 2019 г. провели курсы повышения квалификации по направлениям:

- Атомный оптический спектральный анализ;
- Техника и практика хроматографического анализа;
- Физические и физико-химические методы и средства количественного химического анализа;
- Методы контроля качества нефти и нефтепродуктов;
- Метрологическое обеспечение аналитических работ.

Северо-Кавказское отделение

- совместно с Комиссией по оптическому спектральному анализу организовали и провели 3-ю Всероссийскую конференцию по аналитической спектроскопии (Краснодар - Туапсе, 29 сентября – 5 октября 2019 г.)

- совместно с Комиссией по хроматографии готовили проведение IV Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» с международным участием (Краснодар – Туапсе, 27 сентября - 3 октября 2020 г.)

Уральское отделение

Уральский федеральный университет им. первого Президента РФ Б.Н.Ельцина. провел XXIX Российскую молодежную научную конференцию с международным участием «Проблемы теоретической и экспериментальной химии», работала секция аналитической химии; Ответственная Волкова Надежда Евгеньевна, (343)251-79-27: E-mail ConferenceUSU@yandex.ru (Екатеринбург, 23-26 апреля 2019 года). 400 участников.

Удмуртский государственный университет, Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, Институт естественных наук УдГУ, Уральское отделение Научного совета по аналитической химии РАН, Удмуртское региональное отделение РХО им.Д.И.Менделеева, Молодежное отделение РХО им.Д.И.Менделеева, Удмуртская региональная общественная организация «Союз научных и инженерных общественных отделений» организовали и провели региональную конференцию по фундаментальной и прикладной химии «ХИМИЯ-XXI ВЕК» (Ижевск, 9-11 декабря 2019 г.).

В конференции приняли участие ученые, специалисты, аспиранты и студенты из гг. Москвы, Екатеринбурга, Нижнего Новгорода, Самары,

Кирова, Ижевска, Сарапула, представлявшие ВУЗы, академические институты и промышленные объединения России, в т.ч. Московский государственный университет, Уральский федеральный университет, Нижегородский государственный университет, Самарский государственный университет, Вятский государственный университет, Удмуртский государственный университет, Ижевский государственный технический университет, Институт химии твердого тела УрО РАН, Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, ОАО «Элеконд» и др., всего участников – 80 человек.

На конференции были обсуждены вопросы развития химических исследований в регионе, применения современных процессов химической технологии в промышленном производстве, «зеленой химии» и защиты окружающей среды, а также проблемы химического образования и пропаганды химических знаний по следующим направлениям: химия координационных соединений и ее практические приложения; химическое материаловедение и защита от коррозии; нано-, супрамолекулярные физико-химические системы и процессы с их участием; современные методы аналитической химии в науке и технологии и их метрологическое обеспечение; экохимия и современные технологии защиты окружающей среды; химия в технологии производства современных промышленных изделий, материалов и продуктов; химическое образование и значение химических знаний для современного специалиста. Результаты конференции будут способствовать дальнейшему развитию фундаментальных и прикладных химических исследований, укреплению связи науки и производства, повышению значимости химических знаний и уровня подготовки специалистов-химиков. По материалам конференции издан сборник научных трудов «Региональная конференция по фундаментальной и прикладной химии ХИМИЯ-XXI ВЕК» (Ижевск: Издательский центр «Удмуртский университет», 2019. – 204 с. ISBN 978-5-4312-0737-2).

Участники конференции высказали пожелание о регулярном проведении в Удмуртском государственном университете конференций по актуальным проблемам химии и химической технологии, выразили благодарность преподавателям, сотрудникам, аспирантам и студентам кафедры фундаментальной и прикладной химии Института естественных наук Удмуртского государственного университета за высокий уровень организации, слаженность в работе конференции и оказанное внимание ее участникам.

Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии в 2019 г. провела

- Демонстрационный экзамен по компетенции «Лабораторный химический анализ» в виде промежуточной аттестации студентов по дисциплине «Аналитическая химия» по методикам World Skills. (июнь 2019 г.) Число участников – 18;

- Профессиональную переподготовку для специалистов ВПК и Водоканала Удмуртской Республики (280 часов) по программе «Аналитический контроль качества веществ и материалов».(01.06.19. – 31.09.2019). Число слушателей – 12.

Сибирское отделение

Готовило XI Всероссийскую научную конференцию и школу «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященную 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича (Новосибирск, 31 августа – 4 сентября 2020 г.)

План работы совета

Конференции 2020 г.

24 – 28 февраля 2020 г., Саратов: The 12th Winter Symposium on Chemometrics. Организаторы – Комиссия по хемометрике, Институт химии Саратовского национального исследовательского государственного университета. Ответственная – д.х.н., вед.н.с. Монахова Юлия Борисовна: тел.: +7 8452 516 960; E-mail: yul-monakhova@mail.ru

21 – 24 апреля 2020 г., Москва, Крокус-Экспо: 18-я Международная выставка лабораторного оборудования и химических реактивов «АналитикаЭкспо» (в связи с коронавирусом перенесена на 2021 г.)

22 – 26 июня 2020 г., Казань: X Всероссийская конференция по рентгеновским методам анализа (перенесена на 2021 г.)

31 августа – 04 сентября 2020 г., Новосибирск: XI Всероссийская научная конференция и школа «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященную 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича Организаторы: Сибирское отделение НСАХ РАН, ИНХ СО РАН, ИК СО РАН, НИОХ СО РАН, Новосибирский государственный университет (в связи с коронавирусом перенесена на 2021 г.)

27 сентября - 3 октября 2020 г., Краснодар – Туапсе, VI Всероссийская конференция «**Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез**» с международным участием. Организаторы: НСАХ РАН, ГЕОХИ РАН, МГУ им. М.В.Ломоносова; Кубанский государственный университет, ООО НТЦ «БиАСеп». <http://analytconf.ru>; E-mail: info@biasep.ru

29 сентября 2020 г., Краснодар – Туапсе: 44-я Годи́чная сессия НСАХ РАН (в рамках конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез»)

16 – 20 ноября 2020 г., Казань: X Юбилейная всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа «**ЭМА-2020**». Организаторы: НСАХ РАН, Республиканское химическое общество им. Д.И. Менделеева Татарстана, Казанский федеральный университет. <https://ema2020.kpfu.ru>; E-mail: ema2020kazan@gmail.com

2021 г.

Москва, МВЦ Крокус-Экспо: 18-я Международная выставка лабораторного оборудования и химических реактивов «**АналитикаЭкспо**». Москва, Крокус-Экспо.

Новосибирск: XI Всероссийская научная конференция и школа «**Аналитика Сибири и Дальнего Востока**», посвященную 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича

Москва, осень: IV СЪЕЗД АНАЛИТИКОВ РОССИИ

Санкт-Петербург: Международная конференция «**Eurosensor 2021**», **Eurosemsors School:** (Алексей Андреевич Васильев, Курчатовский институт)

2022 г.

Самара: Всероссийская конференция «**Современная хроматография и родственные методы**»

Комиссии и отделения совета (2020 г.)

Комиссия по аналитической масс-спектрометрии планировала организовать и провести

3 – 6 марта 2020 г., Москва, ИФХЭ РАН: Семинар «Практические аспекты применения методов газовой хроматографии/ масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии / масс-спектрометрии». Ответственный: Уклеина Алина Николаевна, +7-916-460-68-96 ; E-mail: mail@vmsso.ru

26 апреля – 02 мая 2020 г.; Hotel Agari Beach Resort, Crete, Greece: **XII International Mass Spectrometry Conference on Petrochemistry, Environmental and Food Chemistry «Petromass 2020»** (12-ая Конференция по масс-спектрометрии в нефтехимии, химии окружающей среды и экологии, Петромасс 2020). Ответственные: Лебедев Альберт Тарасович, Буряк Алексей Константинович. Тел. +7-985-442-00-46; E-mail: mocehops@gmail.com
<https://www.petromass2020.com/>

Северо-Западное отделение

Санкт-Петербургский государственный университет, Центр дополнительных образовательных программ (ЦДОП) по направлению **химия** на базе кафедры аналитической химии в 2020 г. планировал организовать для групп от 6 до 10 человек курсы повышения квалификации по направлениям:

- Техника и практика хроматографического анализа (12 - 22 мая; 21 сентября – 02 октября);
- Методы контроля качества нефти и нефтепродуктов (12 -23 октября);
- Метрологическое обеспечение аналитических работ (09 – 16 ноября);
- Атомный оптический спектральный анализ (22 июня- 03 июля; 07 – 18 декабря);
- Физические и физико-химические методы и средства количественного химического анализа (26 октября – 06 ноября);
- Рентгеноспектральный анализ (06 – 17 апреля; 09-13 ноября),

а также по направлениям, связанным с радиационной безопасностью, спектроскопией ЯМР, электронной спектроскопией и др. Обращаться: Ольга Николаевна Якушева, Тел.: 7(812)324-12-52; E-mail: cdopchem@spbu.ru

Уральское отделение

Уральский федеральный университет им. первого Президента РФ Б.Н.Ельцина планируют провести XXX Российскую молодежную научную конференцию с международным участием **«Проблемы теоретической и экспериментальной химии»**. В программу включена секция аналитической химии **(6 – 9 октября 2020 г, Екатеринбург, УрФУ)**. Ответственная Волкова Надежда Евгеньевна, (343)251-79-27;
E-mail ConferenceUSU@yandex.ru; <https://insma.urfu.ru/science/conf/ruten>

КНИГИ

1. Российские книги по аналитической химии. XXI век. Библиографический справочник. Составители и авторы комментариев Золотов Ю.А. и Попова О.И. М.: Спутник+. 2019.

Аннотация из книги. Справочник включает книги, изданные в 2001-2017 гг. и частично - в 2000 и 2018 гг. Это монографии, справочники, учебники и учебные пособия, практические руководства для работающих аналитиков, материалы конференций, биографические материалы, научно-популярные книги, частично стандарты и другие издания. Имеются предметный указатель, а также указатель авторов книг, составителей и редакторов. Для ряда книг приводятся аннотации, комментарии и фотографии обложек. Книга полезна химикам, особенно имеющим дело с химическим анализом, а также студентам и аспирантам химических и многих других вузов.

2. Золотов Ю.А. Делаящие науку. Кто они? Из записных книжек конца 1980-х – начала 2000-х. Изд. 2-е, стереот. М.: URSS. 2019. 160 с.

ISBN 978-5-9710-5968-4.

Аннотация из книги. Автор настоящей книги, академик Юрий Александрович Золотов --- известный химик, крупнейший ученый в области химического анализа. Он всегда интересовался общими вопросами науки и делал записи на эту тему. Теперь часть этих записей собрана и классифицирована. Читатель найдет здесь заметки об организации научных исследований, о восприятии науки обществом, о людях, которые создавали науку, о проблемах их нравственности, о книгах.

3. Золотов Ю.А. Человек-феномен, ученый-фейверк... Универсальный химик Ю.А. Клячко. М.: Ленанд. 1920. 208 с. Серия Наука в СССР. Через тернии к звездам. ISBN 978-5-9710-5968-4.

Аннотация из книги. Теория происхождения водорода в алюминии при его, алюминия, производстве и обработке (и откуда бы водороду здесь взяться?); так называемая макромолекулярная теория строения металлов; методы определения содержания газов и неметаллических примесей в тех же металлах и, совсем уж издаека, новые приемы анализа пищевых продуктов — все это Юрий Аркадьевич Клячко (1910–2004). Инженер-полковник, в тяжелое для страны время войны (1941–1942) возглавлял Военную академию химической защиты, профессор, заведующий многими кафедрами и лабораториями, редактор журналов, автор учебников, человек с абсолютной памятью, яркий оратор с завораживающим голосом — это все он. Похоже, еще и стихи писал...

4. Золотов Ю.А., Шеховцова Т.Н., Осколок К.В. Основы аналитической химии. Учебное пособие. 3 изд., исправл. и доп. М.: Лаборатория знаний. 2020 г.

Аннотация из книги. Задачник составлен в соответствии с действующей программой по аналитической химии для химических факультетов университетов. Содержит решения типовых задач по основным разделам курса: теоретическим основам, методам разделения, а также химическим, хроматографическим,

электрохимическим и спектроскопическим методам анализа. Отдельная глава посвящена обработке результатов измерений и правильному представлению результатов вычислений. Каждый раздел начинается с теоретического введения, содержащего необходимую информацию для решения задач. В конце каждого раздела приведены задачи для самостоятельного решения и контрольные вопросы, облегчающие подготовку к сдаче коллоквиумов.

Для студентов (бакалавров, специалистов, магистров) классических, химико-технологических, медицинских, педагогических и сельскохозяйственных университетов и академий.

5. Аналитический контроль благородных металлов. Коллективная монография. Под ред. Карпова Ю.А., Барановской В.Б., Житенко Л.П. М.: «Техносфера», 2019. 400с.

Аннотация из книги. В монографии рассмотрены современные методы анализа (атомно-спектральные, рентгеноспектральные, физико-химические и другие), методы пробирного концентрирования, методики аналитического контроля конкретных объектов, стандарты на методы анализа и проблемы развития аналитической химии благородных металлов.

6. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. М.: Техносфера, 2019. 317 с.

В монографии дано комплексное рассмотрение теории и практики измерений в аналитической химии. Даются элементы общей теории измерений и методы обработки экспериментальных данных, наиболее важные для аналитической химии, метрология и способы обеспечения качества химического анализа (химическая метрология). Особое внимание обращено на контроль качества химического анализа по конечному результату - внутрилабораторный контроль и межлабораторные эксперименты, включая внешнюю оценку качества (МСИ).

7. Грузнов В.М., Балдин М.Н., Науменко И.И. Физические основы газового анализа и геохимической съёмки: учебное пособие. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2019. 163 с. (Серия «учебники НГТУ»)

Рассмотрена общая теория газовой хроматографии, в том числе газо-жидкостной, газоадсорбционной, капиллярной и поликапиллярной. Приведены расчетные модели сорбционного концентрирования паров из воздуха и экспрессного термодесорбционного ввода пробы с концентратора в газохроматографическую колонку. Кратко изложены общие понятия масс-спектрометрии. Даны геологические и методические основы поверхностной геохимической съёмки углеводородов при поиске залежей с использованием естественных и искусственных пассивных концентраторов с анализом проб на портативном газовом хроматографе ЭХО в полевых условиях.

Учебное пособие адресовано студентам, аспирантам и специалистам в области газового анализа, портативных газовых хроматографов для поиска залежей углеводородов и геоэкологии.

8. Аналитическая химия - дополнительные главы (лекции по спецкурсу)

Часть 1. В. И. Вершинин, Г. А. Евтюгин, В. Н. Майстренко,
Проскурнин М.А., Пупышев А.А., Шеховцова Т.Н. Омск.: Изд.
Омского у-та, 2018. 340 с.

Первая часть пособия содержит краткий обзор принципов и возможностей методов анализа, не изучаемых в рамках бакалавриата (рентгеноспектральные и ферментативные методы, применение биосенсоров и хемометрических алгоритмов). Кратко рассмотрены новые достижения в развитии оптических и электрохимических методов анализа. Подготовлено ведущими специалистами ряда университетов РФ в соответствии с ФГОС ВО подготовки магистров по направлению 04.04.01- Химия (направленность – Аналитическая химия) и ФГОС ВО подготовки кадров высшей квалификации по направлению 04.06.01 – Химические науки (научная специальность 02.00.02 – Аналитическая химия). Учтены рекомендации Научного совета РАН по аналитической химии.

Для магистрантов и аспирантов классических университетов. Может быть использовано для профессиональной ориентации и повышения уровня подготовки студентов бакалавриата (направление 04.03.01–Химия), а также преподавателями и специалистами- аналитиками.

Часть 2. Под ред. Вершинина В.И. Омск.: Изд. Омского ГУ, 2019.

Учебника предназначен для магистрантов и аспирантов. Пособие включает главы по новым вариантам ГЖХ и ВЭЖХ, капиллярному электрофорезу, масс-спектрометрии, групповому анализу органических объектов сложного состава без их разделения. Подробно рассмотрено применение химического анализа в медицине.

9. Методы и достижения современной аналитической химии. Редактор - составитель Вершинин В.И. СПб.: Лань. 2020.

Подготовлен и передан в издательство «Лань» дополненный и переработанный вариант той же книги («Аналитическая химия – дополнительные главы», 40 печ. листов, без разделения на 2 части). Авторский коллектив включает 12 ведущих специалистов-аналитиков из 7 университетов России. Книга будет издана в 2020 г. как учебник для магистрантов и аспирантов. Получен рекомендательный гриф Федерального УМО по направлению «Химия».

10. Москвин Л.Н., Булатов М.И., Ганеев А.А., Дробышев А.И. и др. Аналитическая химия. Методы идентификации и разделения веществ. Учебник для вузов. СПб: Лань. 2019. 584 с.

Учебник охватывает методы непосредственного определения и идентификации аналитов независимо от природы объектов анализа: традиционные химические методы гравиметрии и титриметрии, кинетические и термодимические методы. В отдельные разделы выделены электрохимические методы и методы, основанные на взаимодействии веществ с электромагнитным излучением и корпускулярными потоками. В число рассматриваемых электрохимических методов входят их

равновесные и неравновесные варианты. Последний раздел охватывает все многообразие спектральных методов анализа: оптическую атомную спектросметрию, рентгеновские спектральные методы, молекулярную спектросметрию в различных областях спектра, колебательную спектросметрию, радиоспектроскопические методы и методы, основанные на рассеянии, преломлении и поляризации света. Учебник рассчитан на студентов, обучающихся по программам специалитета, магистратуры и аспирантуры направлений подготовки и специальностей, входящих в УГС: "Химия" и "Химические технологии". Книга так же будет полезна магистрам и аспирантам, специализирующимся в области аналитической химии.

11. Зенкевич И.Г., Карцова Л.А., Ганеев А.А., Москвин Л.Н., Родинков О.В. Аналитическая химия. Методы разделения веществ и гибридные методы анализа. Учебник для вузов. СПб: Лань. 2019. 332 с.

Учебник посвящен методам разделения, применяемым в аналитической химии и созданным на их основе гибридным методам анализа — методам, в которых в одной аналитической процедуре сочетаются методы разделения и методы определения разделенных веществ. Рассмотрению отдельных методов разделения и концентрирования аналитов предпослана их общая классификация, а рассмотрение методов в рамках отдельных групп, выделяемых согласно этой классификации, начинается с внутригрупповых классификаций, что позволяет легко сориентироваться во всем многообразии методов разделения, увидеть взаимосвязь между ними и подходы к выбору адекватных решений различных аналитических задач.

В число гибридных методов, рассматриваемых в данной книге, входят в первую очередь хроматографические и масс-спектральные методы, являющиеся в настоящее время одними из основных методов химического анализа. Здесь также значительное внимание уделено систематизации методов и общим физико-химическим закономерностям, лежащим в основе предлагаемых схем классификации. При этом четко расставлены акценты между хроматографическими методами разделения и хроматографическими методами анализа. Обоснована целесообразность выделения масс-спектрометрии из раздела, посвященного спектральным методам, и рассмотрение ее в разделе, посвященном гибридным методам.

Учебник рассчитан на студентов, обучающихся по программам специалитета, магистратуры и аспирантуры направлений подготовки и специальностей, входящих в УГС: «Химия» и «Химические технологии». Книга также будет полезна магистрам и аспирантам, специализирующимся в области аналитической химии.

12. Аналитическая химия. В 3-х томах. Редактор: Ищенко А.А.

В трёх томах учебника представлены важнейшие разделы современной аналитической химии.

Т.1. Химические методы анализа. Авторы: Гармаш А. В., Глубоков Ю. М., Ищенко А. А. Изд.: Физматлит, 2019 . С. 456 с. ISBN: 978-5-9221-1863-7

Т.2. Инструментальные методы анализа. Часть 1. Авторы: Ищенко А. А., Гольдштрах М. А., Алов Н. В. Изд: Физматлит, 2019 г. 472 с.. ISBN: 978-5-9221-1866-8

Т.3. Инструментальные методы анализа. Часть 2. Авторы: Баландин С., Гречников А., Грибов Л., Ефимова Ю. и др. Изд: Физматлит, 2020 г. 504 с.. ISBN: 978-5-9221-1867-5

В первом томе изложены теоретические основы аналитической химии, рассмотрены химические методы анализа, включая гравиметрические и титриметрические, методы разделения и концентрирования, хроматография, тест-методы химического анализа. Рассмотрены основы качественного химического анализа и производственный аналитический контроль. Особое внимание уделено вопросам статистической обработки результатов анализа, метрологии аналитических измерений.

Во втором томе рассмотрены основы инструментальных методов анализа: электрохимических методов, атомной и молекулярной спектроскопии, масс-спектрометрии, ЯМР, рентгеновских, ядерно-физических, кинетических методов и электронной микроскопии, термогравиметрии и дифференциальной сканирующей калориметрии.

В третьем томе рассмотрены инструментальные методы анализа: микроспектроскопия и микрофлюидные методы, наноаналитика, экспертные системы и спектральный анализ без использования стандартных образцов состава, химические и биохимические сенсоры, полимеразная цепная реакция, электрофоретические методы анализа белков, определение наркотических и допинговых веществ, иммуноферментный анализ, методы локального анализа и анализа поверхности, ультрабыстрая электронная микроскопия, синхротронное излучение и его применение в аналитической диагностике.

Для студентов учреждений высшего образования, обучающихся по химико-технологическим направлениям. Может быть полезен аспирантам, преподавателям и научным работникам.