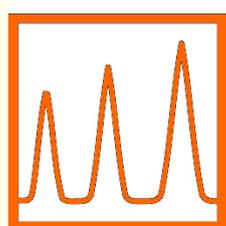


**Российская академия наук
Отделение химии и наук о материалах**

Отчет НСАХ РАН 2012 г.



**НАУЧНЫЙ СОВЕТ РАН
по аналитической химии**

www.rusanalytchem.org

Отчет за 2012 год

Москва 2013

Бюро совета благодарит членов комиссий, отделений совета и организации, представившие материалы в отчет за 2012 г.

Поздравления

Научный совет РАН по аналитической химии поздравляет

Лауреата премий НСАХ РАН 2012 г.

«За существенный вклад в развитие аналитической химии»

Игоря Александровича Ревельского

доктора химических наук, профессора кафедры аналитической химии
Московского государственного университета

за существенный вклад в развитие хромато-масс-спектрометрии

Лауреата премий НСАХ РАН для молодых ученых за 2012 г.

Гузель Камилевну Зиятдинову

кандидата химических наук, старшего преподавателя кафедры аналитической
химии Казанского (Приволжского) федерального университета

за цикл работ в области электроаналитической химии

Научный совет РАН по аналитической химии поздравляет

академика

Юрия Александровича Золотова

с получением медали им. Хануса (The Hanus Medal)

Чешского химического общества

и почетной грамоты Отделения аналитической химии Европейской ассоциации химических и молекулярных наук (EuChemS)

за выдающиеся заслуги в области аналитической химии

Научный совет РАН по аналитической химии поздравляет

академика

Бориса Федоровича Мясоедова

с получением медали им. Хевеши (The Hevesy Medal)

международного научного журнала

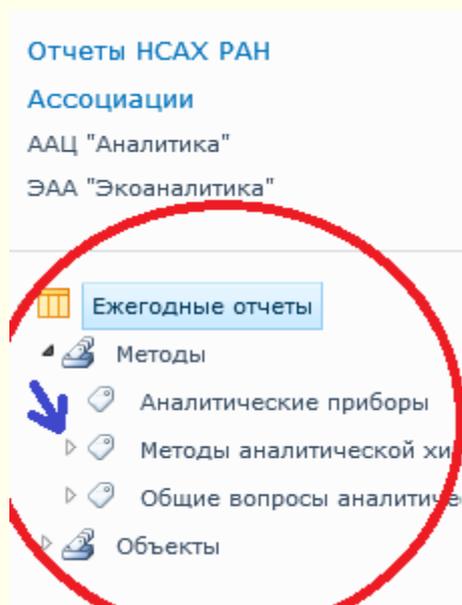
«Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry»

за выдающиеся заслуги в области радиоаналитической химии, радиохимии, включая фундаментальные исследования химических свойств актинидов, в том числе в необычных степенях окисления, разработку методов быстрого разделения актинидов и продуктов деления, а также методов переработки радиоактивных отходов

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

До 2012 года все отчеты НСАХ РАН готовились в традиционном печатном варианте (формат pdf), с определенной структурой. Часто отчет по одной и той же теме от одной и той же организации направлялся в разные разделы отчета (методы, объекты) с определенной адаптацией текста (перестановкой акцентов) к тематике раздела отчета. Это приводило к дублированию информации. Начиная с 2012 года, статьи отчетов, присылаемые организациями, размещены в базе данных, где

каждая статья отчета снабжена тегами (бирками), привязывающими информацию к соответствующим рубрикам отчета НСАХ РАН. Это позволяет избежать дублирования информации, а система тегов обеспечивает гибкую мета навигацию по отчету и возможность его представления в желаемом виде. Мета навигация доступна при открытии отчета (одного из его представлений). Открыть отчет можно по одной из гиперссылок, приведенных ниже. Мета навигация размещена внизу меню, левая часть окна, как приведено на приведенном рисунке. Белый треугольник (показанный синей стрелкой) означает возможность открытия вложенного пункта меню.



Текущие отчеты НСАХ РАН (от 2012 года) можно просмотреть по приведенным ниже гиперссылкам, одновременно данные можно отфильтровать по рубрике отчета (меню мета навигации) или использовать меню Ключевые фильтры.

[Открыть отчет НСАХ РАН \(представление в виде карточек- статей отчета\)](#)

[Открыть отчет по городам-организациям](#) (2-х уровневая группировка)

[Открыть отчет по городам-организациям](#) (по алфавиту)

Двух-уровневая группировка при наложении мета навигации позволяет определить количество статей отчета для соответствующего пункта рубрики отчета (мета навигации).

С использованием **Ключевых фильтров** мета навигации вы можете вывести на экран только те статьи отчета, которые привязаны к тому или иному тегу. Для этого надо выбрать тег, нажав одну из кнопок (изображение бирок, показаны синими стрелками), относящихся к **Методу анализа** или/и **Объекту анализа**. Откроется древоподобная структура тегов Отчета НСАХ РАН, где надо выбрать желаемый пункт для фильтрации выводимой на экран информации.

В другом поле **Ключевых фильтров** можно задать год отчета (в 2013 году доступен только отчет за 2012 год).

Для обеспечения полноты функциональности сайта в ряде случаев необходимо войти на сайт в качестве пользователя (гиперссылка Вход, правый верхний угол. Используйте кнопку **Windows Authentication** для запуска окна запроса логина и пароля) и указать гостевые параметры для аутентификации: логин **radel\ns.visitor** пароль **ns.visitor**

Текст в разделе «Научные достижения в 2012 г» содержит печатную компиляцию электронного отчета, выведенную из базы данных.

АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ

Атомные материалы

Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты

Биологические и медицинские объекты

Изучена экстракция новокаина из водных сред растворителями разных классов (спиртами, простыми и сложными эфирами, алканами, хлорсодержащими соединениями) и их бинарными смесями. Предложены эффективные экстракционные системы для практически полного извлечения новокаина из плазмы крови и мочи. Обоснованы возможности применения сольватропных реагентов для увеличения количественных характеристик экстракции

Автор(ы): Коренман Я.И. Чибисова Т.В. korenman@vgta.vrn.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ); Военно-воздушная академия им. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина

Воронеж

Методы анализа:

Экстракция

Отработаны методики масс-спектрометрического определения (с ИСП) Al, Cr, Mn, Co, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd и Pb в биологических жидкостях. Проведено сравнение двух способов пробоподготовки образцов – МВ разложение и разбавление. Обнаружено, что при стандартном режиме МВ разложения крови содержание аналитов, определяемых методом ИСП-МС, оказывается заниженным. Изучена кинетика связывания 8-гидроксихинолината галлия (КР46) с сывороткой и белками крови, определены условные константы связывания этого препарата с альбумином и трансферрином.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Продемонстрирована возможность видовой дифференциации родственных видов амфибий методом масс-спектрометрии

Автор(ы): Лебедев А.Т., Самгина Т.Ю.

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Разработан способ определения тяжелых элементов в медико-биологических объектах без отделения органической составляющей с использованием комплекса методов: рентгенофлуоресцентного микроанализа (РФМА), электроннозондового рентгеноспектрального микроанализа (ЭЗРСМА) и CHNS-анализа. Исследованы возможности получения наиболее полного состава таких проб при отсутствии адекватных образцов сравнения и простой подготовке проб (высушивание на воздухе, без напыления проводящего слоя). Показано, что относительное стандартное отклонение sr при определении элементов методом РФМА ниже, а для ряда элементов существенно ниже (S, Cl, K, Ca, Fe), чем методом ЭЗРСМА. Показано, что учет результатов CHNS-анализа при нормировке результатов РФМА существенно улучшает их правильность. Методом ЭЗРСМА проведено исследование однородности проб по содержанию кислорода. При соблюдении условий выбора для измерений

локальных участков пробы сыворотки крови получено $sr = 0.08$, что дает возможность считать пробу однородной с достаточной степенью надежности. Получены количественные содержания H, C, N, O, Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca, и Fe в образцах крови и ее составляющих.

Автор(ы): Филиппов М.Н. fil@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Методы анализа:

Рентгеновские методы; Элементный анализ органических соединений

Исследована сорбция сульфаниламидов, окситетрациклина, неомицина и ампициллина на пенополиуретане и сверхшитом полистироле (ССПС) в статических условиях. Даны объяснения особенностей сорбции соединений в зависимости от природы сорбента, кислотности раствора, природы и концентрации соединений. Показано, что сверхшитый полистирол можно использовать для группового концентрирования сульфаниламидов и окситетрациклина в динамическом режиме. Разработана методика динамического концентрирования сульфаметоксипиридазина, сульфаклорпиридазина, сульфаметоксазола и сульфаметазина и окситетрациклина на микроколонке, заполненной ССПС, с последующим определением соединений в элюате методом ВЭЖХ.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Методы анализа:

Сорбция

Проведена количественная оценка перекрестного влияния ионов натрия и pH на функцию ионоселективных оптода (оптического сенсора на основе сочетания ионофора и хромоионофора) в физиологическом диапазоне концентраций этих ионов. Создан Na/pH-селективный оптод, с составом мембраны, оптимизированным для функционирования в диапазоне pH цельной крови и сыворотки при близком к норме уровне натрия.

Автор(ы): Михельсон К.Н.

СПбГУ (Санкт-Петербургский государственный университет)

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Химические сенсоры

Предложен способ концентрирования производных фенотиазина (аминазина, дипразина, тизерцина) на сверхшитом полимере Стиросорб. Изучено влияние кинетических факторов на извлечение гетероциклических соединений из водных растворов, рассчитаны соответствующие значения коэффициентов диффузии. Показано влияние pH среды и ионной силы на сорбцию аналитов. Рассчитаны коэффициенты распределения и значения предельной адсорбции данных веществ на Стиросорбе. Аналиты десорбировали ацетоном, ацетонитрилом, этанолом. Найдено, наиболее высокий выход получен для аминазина при использовании 96%-го этанола.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Сорбция

Проведена количественная оценка перекрестного влияния ионов натрия и pH на функцию ионоселективных оптода (оптического сенсора на основе сочетания ионофора и хромоионофора) в физиологическом диапазоне концентраций этих ионов. Создан Na/pH-селективный оптод, с составом мембраны, оптимизированным для функционирования в диапазоне pH цельной крови и сыворотки при близком к норме уровне натрия.

Автор(ы): Михельсон К.Н. konst@km3241.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработана процедура пробоподготовки биологических жидкостей (сыворотка крови и моча) с использованием твердофазной экстракции на сверхшлитором полистироле Puroser 270 – для мочи и обращенно-фазового сорбента С18 – для сыворотки крови (степени извлечения 75-95 %) при ВЭЖХ и ВЭТСХ определении стероидных гормонов, нестероидных противовоспалительных препаратов и β -блокаторов.

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Экстракция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Тонкослойная хроматография

Разработан метод выявления генов и мутаций в них методом гибридизационного анализа на кремниевых микрочипах с использованием наночастиц золота в качестве метки. В результате взаимодействия олигонуклеотидных зондов и ДНК меченой биотином на поверхности микрочипа образовывались дуплексы ДНК, которые затем выявляли конъюгатом стрептавидина с наночастицами золота. Наночастицы на поверхности выявляли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Определение числа дуплексов ДНК на поверхности проводили подсчетом числа наночастиц золота в зонах микрочипа. Площадь фрагмента зоны ячейки микрочипа для подсчета наночастиц составляла от 1,7 до 30 μm^2 .

Проведено сравнительное изучение методов АСМ и СЭМ для исследования поверхностей кремния, последовательно заполнявшихся слоями модифицирующего реагента, олигонуклеотидов и дуплексов ДНК. Были получены сопоставимые данные по определению высоты слоев, образующихся в результате модификации поверхности в процессе гибридизационного анализа. Для контроля процессов, происходящих на поверхности кремния в процессе последовательного наращивания слоев, был впервые применен метод анализа сколов образцов кремния методом СЭМ. При анализе поверхности образцов кремния этот метод характеризовался преимуществом как при определении высоты слоя, так и с точки зрения простоты метода определения профиля биослоя.

Впервые разработан метод идентификации генов и определения мутаций в них на основе гибридизационного анализа с использованием наночастиц золота в качестве метки и регистрации методом СЭМ. Особенностью метода является регистрация числа дуплексов ДНК на поверхности носителя по числу наночастиц золота, выявляемых методом СЭМ. Метод характеризуется высокой чувствительностью и специфичностью, а также высоким отношением аналитический сигнал/фон. Данный метод был применен для идентификации генов бактериальных ферментов бета-лактамаз СТХ-М типа и мутаций в них. Эти ферменты являются основной причиной развития устойчивости микроорганизмов-возбудителей инфекционных заболеваний к бета-лактамам антибиотикам. Разработан прототип микрочипа для идентификации нескольких типов бета-лактамаз молекулярного класса А.

Автор(ы): Рубцова М.Ю. mrubtsova@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Микрочипы в аналитике; Наноаналитика

Впервые выполнен кинетический и термодинамический анализ взаимодействия пептидного и непептидного ингибиторов димеризации с мономером протеазы ВИЧ с помощью метода поверхностного плазмонного резонанса. Обнаружено, что ведущую роль во взаимодействии играет энтропийный фактор.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru
НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН
Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Микрочипы в аналитике; Наноаналитика

Проведено экспериментальное моделирование процесса прямого молекулярного фишинга белков на поверхности парамагнитных нано- и микро-частиц с валидацией с помощью метода поверхностного плазмонного резонанса. Показано, что парамагнитные наночастицы обладают крайне высокой неспецифической сорбцией в отношении белков, что крайне затрудняет их использование для решения задач белковой интерактомики.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru
НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН
Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Микрочипы в аналитике; Наноаналитика

Систематизированы экспериментальные данные и выявлены факторы, оказывающие влияние на эффективность переноса энергии в хелатах лантанидов (Ln) европия и тербия, и предложена совокупность подходов к улучшению чувствительности определения и снижению предела обнаружения биологически активных веществ (БАВ) методом сенсibilизированной флуоресценции. В качестве критериев эффективности переноса энергии использованы следующие параметры: изменение интенсивности собственной флуоресценции БАВ; интенсивность возникающей при образовании хелата сенсibilизированной флуоресценции лантанида; квантовый выход этой флуоресценции, наблюдаемое время затухания флуоресценции; скорости излучательных и безызлучательных переходов в хелатах. Дано теоретическое обоснование основных эффектов и закономерностей в системах Ln-БАВ, Ln-БАВ-лиганд2, Ln-БАВ-лиганд2-Ln2, основанное на связи между интенсивностью аналитического сигнала и скоростью безызлучательной потери энергии возбуждения, сопоставленные с изменением числа молекул воды, координированных лантанидом. Экспериментально показано, что результатом влияния второго лиганда является уменьшение числа остаточных молекул воды, координированных металлом в исходном бинарном хелате Ln-БАВ, и скорости безызлучательных переходов в бинарных и разнолигандных хелатах. Получены экспериментальные зависимости, показывающие, что на интенсивность сигнала влияют также липофильность, основность лиганда и кислотность среды. Определены и сопоставлены времена жизни возбужденных состояний, скорости безызлучательных и излучательных процессов в присутствии и в отсутствие второго лиганда. Приведено несколько экспериментальных доказательств переноса энергии и "эффекта антенны" (появление флуоресценции европия при 615 нм при возбуждении лиганда-доксициклина (ДЦ) при 380 нм, рост интенсивности этой полосы при увеличении концентрации Ln и уменьшение интенсивности собственной флуоресценции лиганда, линейная зависимость тушения флуоресценции I/I_0 донора от обратной концентрации европия). Показано, что время затухания флуоресценции системы Eu^{3+} -ДЦ остается постоянным, независимо от концентрации и соотношения компонентов системы, т.е. природа центра излучения не изменяется. Перенос энергии электронного возбуждения наблюдается только при условии $E_d > E_A$, когда энергия триплета донора близка к энергии резонансного уровня акцептора и их разница находится в диапазоне 500-2500 см⁻¹. Указанный факт может лежать в основе увеличения селективности определения БАВ, основанной на различном соотношении энергий их триплетных уровней и излучательных уровней ионов лантанидов. Выявлено несколько схем переноса энергии с лиганда на металл: лиганд1-Ln; (лиганд1 и лиганд2)-Ln и последовательный - лиганд1-лиганд2-Ln. Показано, что дополнительный рост интенсивности флуоресценции при использовании второго лиганда определяется как вытеснением остаточных молекул воды из координационной сферы лантанида, так и дополнительного лиганда.

Автор(ы): Штыков С.Н., Смирнова Т.Д. shtykovsn@mail.ru

Саратовский государственный университет,

Саратов

Методы анализа:

Люминесцентные методы

Написан обзор об исследовании межмолекулярных взаимодействий с помощью технологии поверхностного плазмонного резонанса:

А.С. Иванов Исследование межмолекулярных взаимодействий с помощью оптических биосенсоров, работающих на эффекте поверхностного плазмонного резонанса. Современные технологии в медицине, 2012, 4, 142-153.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАН

Москва

Методы анализа:

Микрочипы в аналитике; Наноаналитика

Разработан ДЛС комплекс для скрининговой медицинской диагностики, обеспечивающий измерения содержания NH_3 , H_2O , H_2S , CO_2 и CH_4 с ладони пациентов и в их выдохе. Проведены испытания работы комплекса на группе из 78 пациентов с различными заболеваниями в Городской клинической больнице №12 совместно с РГМУ им. Н.И.Пирогова.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики им А.М.Прохорова РАН

Москва

Методы анализа:

Использование лазеров

Разработаны импедиметрические и вольтамперометрические аптасенсоры для определения тромбина на основе полислоистых покрытий электрополимеризованного тионина и гиперразветвленных полиололов Bolthorn с включением наночастиц золота, получаемых путем самосборки на стеклоглеродных электродах. В качестве аналитического сигнала использовали изменение сопротивления переноса заряда и тока восстановления феррицианид-иона в присутствии тромбина, образующего комплексы с аптамером на поверхности преобразователя сигнала. Оценена эффективность электронного переноса в зависимости от состава модифицирующего покрытия и сделан вывод об отсутствии электронообменных процессов между наночастицами металлов, электрополимеризованным слоем и редокс-индикатором. Разработанные аптасенсоры позволяют определять до 0.1 нМ тромбина в присутствии 10 000-кратных избытков сывороточных белков.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

Предложены новые амперометрические биосенсоры для определения микотоксина зеараленена на основе планарных платиновых электродов, модифицированных накомпозиатами (много- или однослойные углеродные нанотрубки – хитозан) и иммобилизованной тирозиназы разного происхождения (из кожуры банана, грибов), позволяющие расширить диапазон определяемых концентраций, улучшить коэффициент корреляции, получить более воспроизводимые результаты.

Установлено, что зеараленон является обратимым ингибитором тирозиназы. Это позволяет определять его с помощью модифицированных биосенсоров в следующих рабочих концентрационных интервалах: при использовании МУНТ - от 8 фММ до 10 мкМ, сн - 5 фММ; ОУНТ – от 10 фММ до 5 мкМ; сн – 8 фММ. Разработаны методики определения зеараленена с помощью предлагаемых электродов в зерновых (пшеница, ячмень,

кукуруза) и кормовых культурах (отруби зерновых культур) разных стран, позволяющие определять микотоксин на уровне и ниже ПДК с Sr не более 0.072.

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Вольтамперометрия и полярография

Методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной аргонной плазмой АЭС-ИСП определено содержание 28 химических элементов в волосах. Разработана программа проведения гидролиза волос в микроволновой системе Speedwave MWS-3+

Автор(ы): Евгенийев М.И., Ле Фьюк Кюннг, Евгеньева И.И. evgenev@ksu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Показано, что методики ИК-спектроскопического определения могут быть успешно адаптированы для термолинзовой–оптоакустической микроспектроскопии в ИК-области (ТОМ). Это дает возможность использовать методологию, предложенную для спектрофотометрических методов анализа и исследования в видимой и УФ-областях, для разработки оптоакустических и термооптических методик. Предложены условия термолинзового определения гемоглобина в плазме крови без предварительного концентрирования. Предел обнаружения — 10 мкг/мл (абсолютные количества 10 пг), относительное стандартное отклонение в диапазоне концентраций 10–50 мкг/мл не превышает 0.1, объем измеряемого раствора 100 мкм³. Показано, что импульсное облучение приводит к локальному перегреву жидкости вокруг крупных белковых молекул, что вызывает дополнительный рост чувствительности термолинзовых измерений на полпорядка.

Автор(ы): Проскурнин М.А.. proskurnin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Получены характеристические стероидные профили образцов сыворотки крови и мочи здоровых пациентов и больных с первичным гиперальдостеронизмом (ПГА) и синдромом Иценко-Кушинга (СИК) с последующей обработкой результатов методами главных компонент (МГК) и формального независимого моделирования аналогий классов (SIMCA). Надежность классификации на изученной выборке ВЭЖХ про-фи-лей составила 96 % (1 образец из 24 ошибочно классифицирован как образец без патологий).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Выполнен комплекс работ по исследованию свойств тромбоцитов крови при длительном хранении в условиях консервации ксенонном. Разработан инновационный метод консервации тромбоконцентрата путем насыщения препарата газовой смесью, содержащей ксенон, при повышенном давлении. Изучена динамика изменения остаточного содержания ксенона внутри пакета с тромбоконцентратом на разных сроках операции расконсервирования. Разработанный метод позволяет не только увеличить сроки его хранения с 5 – 7 дней до 3-х недель, но и сохранить функциональность тромбоцитов на высоком уровне. Кроме того, изучение условий

расконсервирования тромбоконтрата позволило определить временной диапазон, необходимый для его выдержки при нормальных условиях с целью обеспечения безопасности препарата для пациента, поскольку ксенон используется при проведении анестезии и его остаточные концентрации в тромбоконтрате, предназначенном для переливания, должны быть надежно установлены.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» совместно с ООО "Алгоритм"

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Другие методы определения

Проведены теоретические работы, связанные с развитием методов математического моделирования электрофоретических процессов разделения компонентов пробы в микрофлюидном устройстве при разных условиях разделения, стохастического моделирования случайных факторов различного происхождения. Осуществлена модернизация детектора микрофлюидной аналитической системы для увеличения чувствительности измерений. В качестве актуального объекта анализа, перспективного для реализации на микрофлюидной платформе, выбран транскрипт онкомаркера цитокератина-19 (СК-19), содержащийся в периферической крови больных раком молочной железы. Микрофлюидные устройства могут использоваться как для проведения полимеразной цепной реакции (ПЦР), так и для контроля качества проведения амплификации. Сочетание реакционной камеры для ПЦР и микрофлюидного устройства для электрофореза амплифицированного продукта позволяет создать аналитическую систему для современных методов молекулярной диагностики. В работе продемонстрирована принципиальная возможность реализации ПЦР при обнаружении онкомаркера СК-19 и последующей оперативной оценки качества продуктов амплификации методом электрофореза за время менее 200 секунд на микрофлюидной платформе.

Автор(ы): Евстрапов А.А. evstra@iai.rssi.ru

Институт аналитического приборостроения РАН

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы; Микрочипы в аналитике

Предложен способ сверхкритической флюидной экстракции и хромато-масс-спектрального определения хлор- и фосфорорганических пестицидов из волос человека. Проведено атомно-эмиссионное определение с индуктивно-связанной плазмой содержания химических элементов в волосах. Хемометрически выявлено влияние времени и места проживания человека на содержание токсикантов в организме.

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Экстракция; Хромато-масс-спектрометрия; Атомно-эмиссионный анализ

Разработаны прямые методики атомно-эмиссионного анализа с возбуждением в дуговом плазматроне (АЭС-ДДП) органов и тканей животных (после леофильной сушки и обугливания при температуре 400°C). Выполнен ДДП-АЭС анализ 40 образцов тканей экспериментальных крыс. Обнаружено повышение содержания Zn, Cu, Mn и Mo в тканях легкого и печени крыс с аллоксановым диабетом по сравнению со здоровыми животными. Изучено влияние внутривенного введения суспензии частиц SiO₂, индуцирующей воспаление, на их содержание в органах. Показано, что через сутки после введения суспензии содержание Zn, Cu и Mn в печени больных крыс снижается в 1,8-2,7 раза, в то время как у здоровых крыс не обнаружено значительных изменений их концентраций.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Разработана методика определения антипирина в плазме крови методом ВЭЖХ с пределом обнаружения 0,5мкг/мл и погрешностью методики $\pm 8\%$. Полученные данные могут быть использованы для оценки метаболизирующей функции печени больных с ИБС.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН совместно с НИИПК им. Е.Н.

Новосибирск

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Предложен способ разделения кверцетина и (+)-катехина на мезопористом материале МСМ-41, модифицированном триметилхлорсиланом композите, и материале с молекулярными отпечатками флавоноидов. Экспериментально установлено, что хроматографирование смеси флаван-3-олов и флавонолов с использованием мезопористых композитов на основе МСМ-41 и наноструктурированных аналогов МСМ-41 с молекулярными отпечатками полифенольных веществ позволяет концентрировать вещества и выделять фракции индивидуальных компонентов для их дальнейшего определения методами ВЭЖХ, ТСХ, УФ-спектрофотометрии

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Тонкослойная хроматография; Спектрофотометрия

Предложен способ экспресс диагностики травм роговицы с использованием ИК-спектроскопического анализа слезной жидкости. Отмечена корреляция между тяжестью травм глаз и характером инфракрасных спектров слезной жидкости. На основе данных ИК-спектроскопии представлена дифференциальная диагностика проникающих, непроникающих ранений роговицы при отсутствии клинических данных.

Автор(ы):

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Изучены спектральные характеристики фосфатидилхолина (ФХ) при различных рН. Также произведено сопоставление ИК спектров ФХ при использовании различных техник изготовления образцов (таблетирование с KBr или нанесение в виде тонкой пленки на пластину из монокристаллического кремния). Установлено, что при получении спектров фосфатидилхолина (ФХ), таблетированных с KBr, характеристические полосы проявляются лучше, на спектрах заметно меньше шумов и лучшее разрешение полос. Также методом ИК-спектроскопии подтвержден механизм сорбции фосфатидилхолина (ФХ) на неионогенных сорбентах за счет гидрофобных взаимодействий остатков жирных кислот и матрицы сорбентов.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Выполнен цикл исследований по оптимизации операций пробоподготовки при определении тяжелых металлов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией и Зеемановской коррекцией неселективного поглощения. Найден ряд конкретных методических решений для определения микроэлементов в биологических жидкостях методами ААС-ЭТА и масс-спектрометрии.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Методы анализа:
Атомно-абсорбционный анализ

Предложен способ расширения диапазона определяемых концентраций лактата в область высоких концентраций, необходимых для измерения в неразбавленных образцах пота с помощью лактатных датчиков. Учитывая положительный заряд участка активного центра фермента, отвечающего за связывание лактата, аффинность лактатоксидазы к лактату удаётся изменить путём включения фермента в иммобилизующую матрицу отрицательно заряженного перфторсульфонируемого полимера. Созданы лактатные биосенсоры на основемодифицированных берлинской лазурью планарных электродов с иммобилизованной лактатоксидазой в смешанной мембране следующего состава: 0,1% γ -аминопропилсилоксана и 0,4% перфторсульфонируемого полимера. Датчики позволяют определять лактат в диапазоне концентраций: 1 мМ – 0,5 М с чувствительностью: $(18,3 \pm 0,2)$ мкА/(М·см²). После 50 измерений (2 ч работы) датчик сохраняет $(95 \pm 5)\%$ от первоначального отклика, предел обнаружения составляет 0,8 мМ, время отклика менее 30 с. Путём интеграции лактатного биосенсора и тонкослойной ячейки разработана система определения лактата в малых объёмах пробы (1,5 мкл). Новая ячейка апробирована для амперометрических определений лактата в неразбавленных образцах пота.

Автор(ы): Карякин А.А. aak@analytchem.msu.ru
МГУ им. М.В. Ломоносова
Москва
Методы анализа:
Биохимические и биологические методы

Доказано микробное происхождение фенолкарбоновых кислот (ФКК), которые преобладают в метаболическом профиле сыворотки крови больных, находящихся в критическом состоянии. Доказано участие ФКК микробного метаболизма в патогенезе и тяжести критических состояний. Методом ГХ-МС выявлены ключевые метаболиты, такие как фенилуксусная, фенилмолочная, гидроксифенилмолочная и гидроксифенилуксусная кислоты, доказана их клиническая значимость в оценке тяжести состояния и прогнозе летального исхода.

В лаборатории разрабатываются ГХ-МС технологии метаболического профилирования, ведутся исследования по разработке и адаптации методов детекции ароматических гидроксированных и негидроксированных микробных метаболитов для практического применения в условиях клиники. Проводится анализ сыворотки крови с целью диагностики сепсиса, мониторинга критических состояний и объективной оценки эффективности проводимой терапии методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД).

Автор(ы): Гецина М.Л. mgetsina@mail.ru Руководитель лаборатории д.м.н., проф. Белобородова Н.В.
Научно-исследовательский институт общей реаниматологии имени В.А.Неговского» РАМН
Москва
Методы анализа:
Газовая хроматография; Хромато-масс-спектрометрия

Разработан новый способ получения гидрофильных частиц нанокремния, позволяющий получать массовые количества наноматериала, что открывает возможности его применения в медицине и биологии для флуоресцентной диагностики, фотодинамической и фототермической терапии. Получены наночастицы, дающие золи в воде, обладающие устойчивой яркой люминесценцией с максимумами интенсивности в области 650 нм и 730 нм, средними размерами 2-3 нм и узкой функцией распределения по размерам – от 1.3 до 4.0 нм, без использования токсичных веществ в процессе их гидрофиллизации. Квантовый выход фотолюминесценции достигает 15%. Исследована деградация люминесцентных свойств синтезированных наночастиц в воде. Обнаружено наличие двух спектроскопически различных типов центров (с соотношением концентраций 2:1) со стабильной фотолюминесценцией и максимумом в области 700 нм, и с деградируемой в воде фотолюминесценцией (за время около 100 часов) с максимумом вблизи 780 нм. Рассмотрена возможная структура наночастиц на основе кремния, а также модели двух типов флуоресцентных центров.

Автор(ы): Ищенко А.А., Дорофеев С.Г. Дядченко В.П., Кононов Н.Н., Баграташвили В.Н.

Московский государственный университет тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, ИПЛИТ РАН, ИОФ им.А.М. Прохорова РАН
Москва

Методы анализа:

Наноаналитика

Методом зонального электрофореза на целлюлозной поддерживающей среде изучено поведение 20 α -аминокислот в диапазоне pH 1,6-8,5. Показано, что избирательность разделения определяется величиной и знаком заряда ионов аминокислот, а также фактором Z/Mr. Оценены параметры эффективности электрофоретического отделения основных (pH = 1,6) и кислых (pH = 4,6) аминокислот от бинарных и многокомпонентных смешанных растворов других α -аминокислот.

Автор(ы): Чернова Р.К. chernov-ia@yandex.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Выбраны условия определения фенилкарбоновых кислот (биомаркёров при диагностике сепсиса) в сыворотке крови человека методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Газовая хроматография

Синтезировано более 20 новых фосфорорганических производных четырех координированного фосфора: аминоксфорильные соединения (α -, β -, γ -аминофосфиноксиды и аминоксфоронаты, аминоксфороновые кислоты), содержащие различные по природе функциональные группы, в том числе и природные аминокислоты, дифосфорилированные производные азаподандов, фосфорилированные бетаины. Структура полученных соединений доказана комплексом методов ЯМР¹H, ³¹P и ИК – спектроскопии. Для всех аминоксфорильных соединений получены значения констант диссоциации в водно-2-пропанольной среде. Выявлены закономерности в изменении кислотно-основных свойств при переходе от моно – к бисфосфорилированным аминокслотам. Изучены процессы пассивного и активного транспорта через импрегнированные жидкие мембраны с участием моно – и бисаминоксфорильных соединений. Оптимизированы условия проведения экспериментов, с помощью варьирования концентрации субстрата и переносчика, концентрации

вспомогательных реагентов и тд. Изучены мембранно-транспортные свойства аминифосфиноксидов по отношению к ионам Sc(III), Al(III), Sm(III), Gd(III), Nd(III) и Mg(II) и показана возможность использования моно- и бисфосфорилированных аминов в качестве переносчиков в условиях мембранной экстракции ионов редкоземельных элементов. Высокие значения потоков последних предоставляют возможность отделения этих элементов от сопутствующих ионов магния и алюминия. Установлено, что мембранный транспорт скандия из нитратных сред по механизму симпорта. Изучены экстракционные свойства квазижидких парафиновых эмульсий на основе дипентадецилфосфорной кислоты, а также эмульсий, содержащих бинарные смеси ДПДФК – N,N-бисдигексилфосфинил-метилоктиламин, ДПДФК – N,N'-бис(диоктилфосфорилметил)-1,8-диамино-3,6-диоксаоктан и натриевая соль гексадецилсульфо-кислоты – N,N'-бис(диоктилфосфорилметил)-1,8-диамино-3,6-диоксаоктан. Исследованные эмульсии эффективно извлекают UO₂²⁺ и Sc³⁺ и PЗЭ в широкой области pH, при этом достигаются коэффициенты концентрирования более 103.

Автор(ы): Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Экстракция

Созданы лактатные биосенсоры на основе модифицированных берлинской лазурью планарных электродов с иммобилизованным ферментом лактатоксидазой в смешанной мембране. Путём интеграции лактатного биосенсора и тонкослойной ячейки разработана система определения лактата в малых объёмах пробы (1,5 мкл). Ячейка апробирована для амперометрических определений лактата в неразбавленных образцах пота.

Автор(ы): Карякин А.А. karyakin@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Химические сенсоры

Организован серийный выпуск и поставкановых типов стандартных образцов для обеспечения лечебно-диагностического процесса:

- СО массовой концентрации холестерина в крови для контроля метрологических характеристик биохимических анализаторов крови;
 - СО состава искусственной мочи для калибровки и поверки биохимических анализаторов, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний и контроля точности методик определений.
- Это позволило впервые обеспечить комплектную первичную и периодическую поверку биохимических анализаторов отечественного и зарубежного производства.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева совместно с ЗАО «Медлакор» и ЗАО «Витал-диагностик»

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Метрология. Стандартные образцы состава

+ Природные, технологические и питьевые воды; + Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.); + Пищевые продукты и корма

Проведена экологическая оценка содержания селена в экосистеме (почва, вода, продукты питания, человек) с целью улучшения качества продуктов питания, производимых на территории Оренбургского региона. Показан гипоселеноз для всех выделенных половозрастных групп населения. Установлены границы центильных

интервалов по Se для жителей Оренбургской области. Константирован факт двухкратного снижения его уровня в сравнении с среднероссийским.

Автор(ы): Скальный А.В., skalny3@microelements.ru

Оренбургский государственный университет

Оренбург

Методы анализа:

Масс-спектрометрия; Атомно-эмиссионный анализ

+Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны методики экспрессного ионометрического определения амоксициллина в жидкости ротовой полости (диапазон определяемых содержаний: $1 \cdot 10^{-4}$ – $1 \cdot 10^{-2}$ М), и исследована фармакокинетика препарата «Флемоксин-солютаб» (действующее вещество - амоксициллин) у больных с инфекцией верхних дыхательных путей, получающих перорально 500 мг препарата. Показано, что $St_{max}=(21,5 \pm 1,5)$ мкг/мл, стационарный объём распределения – $(13,1 \pm 0,3)$ л, общий клиренс – (133 ± 5) мл/мин, период полувыведения – $(1,1 \pm 0,1)$ час. Массивы сенсоров и метод ИНС применены для оценки качества лекарственных препаратов «оксамп-натрий», представляющих смесь оксациллина и ампициллина различных сроков хранения. Средняя погрешность определения составила 5-7%.

Автор(ы): Кулапина Е.Г., kulapinaeg@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных, нанокompозитами: многостенные или одностенные углеродные нанотрубки – хитозан для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афобазол» обладает свойствами обратимого ингибитора MAO, что было использовано для его определения. Согласно значениям кинетических параметров (K_m (каж.) и V_{max}), в системах субстрат – моклобемид, имипрамин, афобазол и тианептин с участием дофамина наблюдается двухпараметрически согласованное или рассогласованное ингибирование для всех видов биосенсоров, для тирамина и серотонина - псевдоингибирование (ГЦФН).

Специфичные сочетания субстрат-антидепрессант, позволяющие достичь лучших аналитических характеристик для определения антидепрессантов афобазола, тианептина и имипрамина разработанными биосенсорами - это адреналин и дофамин. Для определения моклобемид, судя по 50% ингибирующей способности, антидепрессанта рассматриваемых биосенсоров, лучше использовать серотонин.

Наиболее широкий линейный диапазон концентраций выявлен для систем серотонин – моклобемид, афобазол и тианептин – адреналин - от 1×10^{-4} (-5) до $(1-5) \times 10^{-9}$ моль/л, что связано с природой используемого модификатора. Нижняя граница определяемых концентраций составляет $(5-9) \times 10^{-9}$ моль/л для биосенсоров, модифицированных гексацианоферратом никеля, $(5-9) \times 10^{-10}$ для биосенсоров, модифицированных МУНТ и ОУНТ.

Использование электрокаталитического эффекта, наноструктурированных материалов, позволило увеличить область рабочих концентраций, снизить нижнюю границу определяемых содержаний по сравнению с немодифицированными аналогами биосенсоров. Использование модификаторов разной природы позволило улучшить аналитические и операционные характеристики биосенсоров: повысить устойчивость фермента к вымыванию, сохранить более высокую каталитическую активность фермента, расширить диапазон определяемых концентраций, снизить сн, уменьшить погрешность определения. Разработаны методики определения

активного компонента, обладающего антидепрессивным действием, в лекарственных препаратах «Мелипрамин», «Аурорикс», «Афабазол» и «Коаксил» с с Sr не более 0.06-0.09 с помощью разработанных биосенсоров.

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru или Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Химические сенсоры; Вольтамперометрия и полярография; Амперометрия

На примере антибиотика офлоксацина охарактеризовано иммунохимическое детектирование энантиомерных форм целевого соединения. Для реализации экспрессного (10-15 мин.) иммунохроматографического определения офлоксацина определены оптимальные условия проведения реакции антиген-антитело с использованием различных конъюгатов и мембранных носителей. Изучены факторы, влияющие на пороговый уровень различения положительных и отрицательных проб. Порог детектирования офлоксацина с помощью разработанной тест-системы составляет 30 нг/мл, что соответствует его контролируемому уровню при оценке безопасности продуктов питания. Длительность определения – 10 мин.

Показана возможность использования в иммунохромато-графическом анализе конъюгатов нанодисперсного золота, получаемых адсорбционной иммобилизацией не очищенной фракции иммуноглобулинов, а нативных антисывороток. На примере иммунохроматографического определения офлоксацина показано совпадение характеристик тест-систем с использованием конъюгатов, полученных по разработанной и традиционной методике. Предложенный подход позволяет упростить методики изготовления иммунохроматографических тест-систем для контроля содержания различных соединений.

Предложен подход к усилению сигнала в иммуноаналитических системах с нанодисперсными маркерами, основанный на разделении стадий иммунохимического взаимодействия и связывания метки с иммунным комплексом. За счет разделения стадий становится возможным обеспечить соотношение коллоидный наномаркер – специфический иммунный комплекс, близкое к 1:1, регистрируя таким образом взаимодействие всех специфических антител и снижая предел обнаружения аналита. Экспериментальная реализация предложенного подхода для иммунохроматографического детектирования афлатоксина В1 с использованием свободных антител к афлатоксину и конъюгатов коллоидного золота с антивидовыми антителами характеризовалась в 10 раз меньшим пределом обнаружения по сравнению с традиционной тест-системой.

Методом адсорбционной иммобилизации получены конъюгаты магнитных частиц со специфическими антителами, пригодные для достоверного определения микотоксинов в реакционной среде (разведении экстракта пробы), содержащей до 40% метанола. Предложена методика проведения иммуноферментного анализа, в которой конъюгат магнитных наночастиц со специфическими антителами используется сначала для концентрирования аналита из большого объема пробы, а затем – в качестве носителя при проведении конкурентного иммуноанализа в лунках микропланшета. Разработанная методика позволяет снизить в 10 раз предел обнаружения афлатоксина В1 и сократить продолжительность иммуноферментного анализа до 30 мин.

Автор(ы): Дзантиев Б.Б. dzantiev@inbi.ras.ru

Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН

Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Полифенолоксидаза экстракта из банана использована для ферментативного определения кофейной кислоты и дофамина. Разработаны методики кинетического определения кофейной кислоты в лекарственных препаратах и твердофазно-спектрофотометрического определения кофейной кислоты и дофамина в моче.

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Кинетические методы

Отработаны методики масс-спектрометрического определения Al, Cr, Mn, Co, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd и Pb в биологических жидкостях. Проведено сравнение двух способов пробоподготовки образцов – МВ разложение и разбавление. Обнаружено, что при стандартном режиме МВ разложения крови содержание аналитов, определяемых методом ИСП-МС, оказывается заниженным. Изучена кинетика связывания 8-гидроксихинолината галлия (КР46) с сывороткой и белками крови, определены условные константы связывания этого препарата с альбумином и трансферрином. Также определены коэффициенты распределения 6 новых противоопухолевых препаратов (КР1352, КР1351, КР1698, КР1711, КР1699, КР1765) и изучена кинетика их связывания с альбумином.

Автор(ы): Большов М.А. mbolshov@mail.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

В продолжение работ, посвящённых развитию потенциометрического метода определения антиоксидантной активности разработана методика измерения оксидантной/антиоксидантной активности (ОА/АОА) семенной жидкости. Получены корреляции антиоксидантного состояния эякулята с патологическими состояниями пациента. Показано, что снижение антиоксидантной активности, т.е. дисбаланс между антиоксидантной и прооксидантной системами, играет важную роль в возникновении мужского бесплодия. Оценка АОА семенной жидкости может иметь важное прогностическое и диагностическое значение при изучении патогенеза мужской инфертильности, а также ее терапии. Проведены потенциометрические определения АОАв профилактических напитках производства компании «Таитиан Нони Интернэшнл Ю-Кей Лимитед» («Tahitian Noni Extra Bioactive», «TahitianNoniExtraBioactive», «TahitianNoniMaxBioactive») и исследовано влияние употребления этих напитков на АОА плазмы крови и эритроцитарной массы респондентов, ОА/АОА кожи разработанным раненееинвазивным потенциометрическим методом. Показано, что употребление напитков, содержащих антиоксиданты, вызывает увеличение их содержания в исследованных биологических объектах и этот эффект тем заметнее, чем выше антиоксидантная активность напитка. При этом действие профилактических напитков на АОА фракций крови проявляется более заметно, чем на кожу. Обнаружено не описанное ранее в литературе явление возникновения окислительного стресса как результата голода и болевых эффектов. Продолжается набор данных для установления референтных норм и критериев наличия патологических состояний кожи.

Автор(ы): Брайнина Х.З. baz@usue.ru Стожко Н.Ю. sny@usue.ru

Уральский государственный экономический университет

Екатеринбург

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Проведена сравнительная оценка методов и протоколов экспериментальной белковой интерактомики, основанных на технологии молекулярного фишинга на поверхности оптических чипов и парамагнитных наночастиц.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН

Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Микрочипы в аналитике; Наноаналитика

Благородные металлы

Благородные металлы

Для концентрирования платины(IV) и палладия(II) предложены полимерные сорбенты – сополимеры 1-винил-1,2,4-триазола с акрилонитрилом и метилен-бис-акриламидом (сшивающим агентом). Найдено оптимальное соотношение компонентов в сополимере, обеспечивающее лучшие сорбционные свойства. На основании зависимости сорбционного извлечения комплексов от кислотности растворов, данных элементного анализа, ИК-, КР-спектроскопии установлено доминирующее ионообменное взаимодействие хлоридных комплексов платины

и координационное – палладия с атомом азота гетероцикла. Высокие коэффициенты распределения (1,5-2,0) 105 элементов свидетельствуют об эффективности предложенного сорбента. Сорбент применен для сорбционно-атомно-абсорбционного определения палладия из тиомочевинных растворов, содержащих черные и цветные металлы.

Автор(ы): Шаулина Л.П. dekanat@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет

Иркутск

Методы анализа:

Сорбция

Разработан метод цифровой активационной автордиографии по короткоживущим радионуклидам, отличающийся повышенной селективностью и возможностью проведения картирования радионуклидов по поверхности аншлифа большого размера (десятки кв.см.) для задач скринингового детектирования микровключений элементов платиновой группы. Метод основан на использовании математической обработки серии автордиографических изображений, полученных в процессе выдержки (охлаждения) образца. Разработана специальная методика получения серии автордиограмм, отвечающая требованиям количественной денситометрии при обработке временной серии автордиограмм. Для визуализации полученных результатов разработан способ генерации серии метаизображений, характеризующих пространственную локализацию пикселей в заданном интервале значений периода полураспада (картирование радионуклидов). Разработан способ частотного анализа выборки периодов полураспада, что обеспечивает разрешение зон радионуклидов различающихся по периоду полураспада не менее, чем 0.5 часа. Разработан новый метод и алгоритм контрастирования метаизображений, обеспечивающий автоматизированный поиск микровключений. Разработан обширное программное обеспечение в виде интегрированного пакета. На Рисунке показано сравнение результатов, полученных СЭМ и автордиографией для некоторых элементов при анализе аншлифа полиметаллической руды Норильского месторождения.

Автор(ы): Колотов В.П. kolotov@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Методы анализа:

Ядерно-физические и радиоаналитические методы

Предложены способы изготовления электрохимических электродов на основе пучка углеродных волокон и композита «графит спектральной чистоты - полистирол». Благодаря использованию пластификатора электроды хорошо сохраняют форму и могут быть использованы многократно. Электроды позволяют получать методом ВА аналитические сигналы (АС), пропорциональные концентрации, для различных металлов (Cu, Cd, Bi и Pb) без использования солей ртути. Изучена особенность формирования аналитического сигнала Pt и Pd на электродах из углеродного волокна и композиционных электродах. В фоновом электролите, содержащем соляную кислоту и бромид натрия, площади пиков на инверсионных вольтамперограммах пропорциональны содержанию платины в диапазоне концентраций Pt: 0,1-1,2 мг/л. и Pd: 0,1 - 3 мг/л.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Химические сенсоры; Вольтамперометрия и полярография

Другие объекты анализа

Другие объекты анализа

Проведены хроматографические (ТСХ и ВЭЖХ) исследования образцов чернил различных цветов (шариковых ручек с чернилами на спиртовой и масляной основах) и производителей для выявления их

классификационных признаков. В составе чернил синих и черных цветов основными окрашенными соединениями являются красители ксантенового (родамин В, родамин 6G и др.) и триарилметанового (Метилвиолет, Кристаллвиолет, Виктория голубой и др.) рядов. Разработана схема пробоподготовки для идентификации компонентов чернил методом ВЭЖХ, обеспечивающая эффективное извлечение целевых соединений и воспроизводимость результатов. Изучено влияние различных условий (температура, объем и тип экстрагента, ультразвуковая обработка, продолжительность) на степень извлечения целевых соединений. Обоснованы граничные требования к размеру испытуемой пробы из штриха. Разработана методика идентификации красителей и растворителей в составах чернил шариковых ручек методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием. Подобраны оптимальные условия хроматографирования (сорбент, состав элюента, режим элюирования, влияние на разделение органических добавок, рН, температура). На основе данных о компонентном составе чернил методом главных компонент проведена дифференциация 17 произвольно выбранных образцов и показана возможность использования спектральной идентификации для групповой классификации и дифференциации.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru . Киселева Н.В.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Тонкослойная хроматография

Разработана методика оценки эмиссии мономеров и остаточных растворителей из полимерных изделий бытового назначения с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических сенсоров сложной подготовки пробы.

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработан способ оценки эмиссии летучих растворителей лакокрасочных материалов из текстильных изделий с применением массива пьезосенсоров. Значительно упрощает существующие способы определения с сохранением информативности, правильности результатов

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru , Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработана экспрессная циклическая инъекционная методика определения карбамидов в строительных материалах, основанная на реакции образования оснований Шиффа при взаимодействии карбамидов с п-диметиламинобензальдегидом. Диапазон определяемых концентраций составил от 20 до 400 мг/кг. Производительность – 20 определений в час.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Анализ в потоке

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

Проведено сравнение метрологических характеристик методов оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда с различными источниками возбуждения плазмы – источником постоянного тока и высокочастотным источником переменного тока. Определена зависимость времени стабилизации параметров плазмы тлеющего разряда с высокочастотным источником возбуждения как функция мощности и напряжения. Показано, что минимальное время стабилизации параметров плазмы при количественном послойном анализе на спектрометре тлеющего разряда GDS 850A с источниками постоянного и переменного тока составляет 0,10 - 0,30 сек., что соответствует глубине травления металлического образца на 0,003 - 0,005 мкм. Показано, что толщина покрытия менее 0,003 мкм является критической при количественном послойном анализе на спектрометре тлеющего разряда. Показано, что линейность калибровочных зависимостей характерна для обоих источников возбуждения плазмы тлеющего разряда. На конкретных примерах продемонстрирована возможность применения одной калибровочной функции в широком диапазоне концентраций большинства определяемых элементов (от 10⁻⁴ до 100 %).

Разработана методика послойного анализа для составов токопроводящих градиентных материалов на спектрометре тлеющего разряда GDS 850A фирмы LECO рассчитанная на широкий диапазон концентраций легирующих элементов в различных матрицах. Проведена калибровка метода по глубине при помощи образцов с известной толщиной покрытия, получена хорошая воспроизводимость результатов. Проведен анализ метрологических характеристик разработанной методики количественный послойного анализа. На значительном экспериментальном массиве количественных послойных анализов жестких дисков для блоков памяти компьютера были определены параметры послойного разрешения методики, воспроизводимость и точность результатов определения. Результаты исследований показали преимущества высокочастотного источника переменного тока, при количественном послойном анализе. Результаты показали лучшее послойное разрешение, меньшую зависимость от фона и шумов различного типа аналитических кривых изменения концентраций элементов по сравнению с источником возбуждения постоянного тока.

Автор(ы): Григорович К.В., Спрыгин Г.С. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

Москва

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ; Методы локального анализа и анализа поверхности

Элементный анализ проб кориума и продуктов взаимодействия расплава с конструкционными материалами проводили рентгеноспектральным флуоресцентным методом на рентгеновском спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV». Использовали два основных метода количественного анализа - регрессионный и способ фундаментальных параметров - СФП. Для приготовления градуировочных образцов использовали наплавленные в индукционной печи с холодным тиглем малого масштаба (до 100 г) слитки кориума из смесей оксидов урана, циркония и железа в различных соотношениях. Слитки полностью измельчали до размера частиц менее 50 мкм и из полученных порошков прессовали двухслойные таблетки-излучатели. Эти же градуировочные образцы, а также прессованные таблетки из чистых оксидов UO₂, ZrO₂, FeO использовали в качестве эталонов для повышения точности анализов методом ФП.

Результаты РСФА контролировали химическим анализом на уран, цирконий, железо и кремний; расхождение результатов - в пределах 1-2%. Проверку правильности анализов проводили уже отработанным методом - составлением материального баланса введенных в исходную шихту элементов и масс элементов, рассчитанных по результатам анализа всех компонентов, полученных в эксперименте (т.е. сравнением масс того, что ввели и масс того, что получили). Дебаланс основных элементов не превышал 2% отн. Предварительно были проведены теоретические исследования по оптимизации условий рентгенофлуоресцентного анализа конструкционных материалов и кориумных систем и оценки метрологических параметров анализа: определены оптимальные режимы работы рентгеновского спектрометра; предложено использовать аналитические линии определяемых элементов, свободные от наложений; предложено использование тяжелого разбавителя (ZnO или Ho₂O₃) для улучшения метрологических параметров анализа кориумных систем и оптимизации подготовки проб.

Разработан способ определения валентного состояния урана и железа в пробах кориума.

Автор(ы): Витоль С.А. serg.vitol@gmail.com

ФГУП «НИТИ им. А.П. Александрова»

Сосновый Бор, Ленинградской обл

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Изучены условия пробоподготовки огнеупоров металлургического назначения в условиях микроволнового нагрева, искрового пробоотбора конструкционных сталей перед анализом методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Оптимизированы состав и концентрации кислот, применяемых для вскрытия пробы, параметры искрового пробоотбора (уровень мощности, частота, продолжительность предобжига).

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@stu.lipetsk.ru

Липецкий государственный технический университет

Липецк

Методы анализа:

Пробоотбор

Разработаны методики контроля чистоты рельсовых сталей по неметаллическим включениям методами количественной металлографии и фракционного газового анализа. Результаты данной работы использованы на ОАО «Нижнетагильский металлургический комбинат» при разработке нормативного документа предприятия «Методика количественного химического анализа. Сталь. Определение массовой доли кислорода в высокоглиноземистых оксидных включениях. Метод фракционного газового анализа». Разработанные критерии включены в новую редакцию ГОСТ «Рельсы железнодорожные. Общие технические условия».

Автор(ы): Григорович К.В., Арсенкин А., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А Байкова РАН,

Москва

Методы анализа:

Другие методы определения

С целью разработки методики определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциация был модернизирован прибор горячей экстракции ТС-600 фирмы LECO, с одновременным ИК-детектированием CO и CO_2 в целях проведения калибровки по газовым дозам и точного определения температуры анализа. Разработано оригинальное программное обеспечение для проведения калибровки прибора. Разработана методика калибровки прибора по стандартным образцам чистых оксидов. Разработана методика определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации (NiO , CuO , CoO , Fe_2O_3 , SnO_2) методом высокотемпературной экстракции в несущем газе. Проведена оценка правильности и неопределенности полученных результатов. Разработана методика определения содержания кислорода в германии и кремнии методом высокотемпературной экстракции в несущем газе на газоанализаторе фирмы Leco ТС-600. Показано, что данная методика имеет нижний предел определения содержания кислорода в германии менее 0,00003 % (масс.). Определено содержание кислорода в образцах германия из выставки коллекции Института химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девярых РАН. Проведено сравнение полученных результатов с данными, полученными другими методами анализа. Получена хорошая сходимость с результатами определения на тандемном лазерном масс - рефлектроне (ИХВВ РАН).

Автор(ы): Григорович К.В., Красовский П.В., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А Байкова РАН,

Москва

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

С целью разработки методики определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации был модернизирован прибор горячей экстракции ТС-600 (фирмы LECO) с одновременным ИК-детектированием CO и CO₂ для проведения калибровки по газовым дозам и точного определения температуры анализа. Разработаны оригинальное программное обеспечение для проведения калибровки прибора и методика калибровки прибора по стандартным образцам чистых оксидов.

Разработана методика определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации (NiO, CuO, CoO, Fe₂O₃, SnO₂) методом высокотемпературной экстракции в несущем газе. Проведена оценка правильности и неопределенности полученных результатов.

Разработана методика определения содержания кислорода в германии и кремнии методом высокотемпературной экстракции в несущем газе на газоанализаторе фирмы Leco ТС-600 с нижним пределом определения содержания кислорода в германии менее 0,00003 % (масс.). Определено содержание кислорода в образцах германия из выставки коллекции Института химии высокочистых веществ им. Г.Г.

Девярых РАН. Проведено сравнение полученных результатов с данными, полученными другими методами анализа. Получена хорошая сходимость с результатами определения на тандемном лазерном масс-рефлектроне (ИХВВ РАН)

Автор(ы): Григорович К.В., Красовский П.В., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А Байкова РАН,

Москва

Методы анализа:

Другие методы определения

Для улучшения коррозионной стойкости сложных металлических изделий в местах сварки применяют электроды с высоколегированным покрытием, в состав которого входит оксид церия либо другой элемент из группы лантаноидов. Церий необходимо определять на уровне 0.001% и ниже. Разработана методика отделения церия, в которой после растворения пробы макрокомпоненты экстрагируют диэтилдитиокарбаматом натрия (ДЭДТКNa) в хлороформе. Водную фазу концентрируют выпариванием и определяют церий при pH 1.8 инструментальными методами (АЭС-ИСП, МС-ИСП, спектрометрическим и др.). Преимуществом предложенной методики является практически полное (на 99.9%) отделение от 25000-кратного и более (если это основа) количества железа, 7000-кратного – марганца, 59800-кратного и более – никеля, 21000-кратном – хрома.

Автор(ы): Саввин С.Б. savvin@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия; Атомно-эмиссионный анализ

Минеральное сырье

Минеральное сырье

Разработаны основы многокомпонентного (до 30 элементов) рентгенофлуоресцентного анализа сульфидных руд с учетом широкого разнообразия их состава; разработаны методики количественного определения U, Th, W, Mo в диапазоне концентраций п.10 - п.10 в почвах и горных породах; методика определения высоких концентраций редкоземельных элементов в щелочных горных породах..

Автор(ы): Рощина И.А., Кузьмина Т.Г., Хохлова И.В., Ромашова Т.В.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Разработана методика РФА с полным внешним отражением (РФА ПО) для определения содержаний элементов в суспензиях из порошковых геологических образцов. Процедура приготовления излучателей в форме суспензии проста и не требует использования реактивов, которые могут вносить дополнительные погрешности в подготовку проб. В качестве подложки выбраны кварцевые отражатели. Проведены исследования по выбору оптимальных условий приготовления и измерения излучателей. Для выбранных условий значения пределов обнаружения в суспензиях СО горных пород для спектрометра S2 PICOFOX составили 1-6 ppm, что сопоставимос C_{min} , полученными для спектрометра с волновой дисперсией Pioneer. Выполнен эксперимент по схеме однофакторного дисперсионного анализа для оценки отдельных составляющих погрешности методики анализа. Погрешность приготовления излучателей (ВПП) оказалась незначимой на фоне погрешностей измерения и обработки спектров. Коэффициент вариации, характеризующий воспроизводимость измерения интенсивностей аналитических линий составляет 2-12 % для Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Sr, Y, Ce, Pb, Th, U.

Автор(ы): Пантеева С.В., panteeva@crust.irk.ru

Институт земной коры СО РАН

Иркутск

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Разработан, аттестован и включён в Государственный реестр РФ стандартный образец состава горной породы субщелочной гранит СГ-4 (№ 10135-2012). Состав ГСО характеризуется высоким содержанием калия и низким содержанием кальция при повышенных содержаниях микроэлементов (Zr, Hf, Nb, Ta, W, Sn, La, Ce, Sm, Nd, Pr, Lu, Tb, Eu, Cs, P, F, Sr, Mo, Sc, Mn, Pb, Ag, Tl, U и Th). По результатам межлабораторного эксперимента аттестованы содержания 53 компонентов и элементов, включая 14 лантаноидов. Указаны ориентировочные значения массовых долей H₂O- и шести микроэлементов

Автор(ы): Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Методы анализа:

Метрология. Стандартные образцы состава

Создан стандартный образец предприятия состава колумбита-танталита КТ-1 для электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). Аттестованы содержания Nb₂O₅, Ta₂O₅, FeO, MnO, TiO₂, WO₃, MgO, ZrO₂ и UO₂. СОП предназначен для метрологической аттестации методик определения, градуировки средств измерений и контроля точности результатов при анализе горных пород и минералов методом РСМА.

Автор(ы):

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Методы анализа:

Метрология. Стандартные образцы состава; Рентгеновские методы

Разработана методика подготовки боратных стеклянных дисков для РФА горных пород с минимальным разбавлением пробы флюсом с применением легирующих добавок NH₄Br, NH₄F и LiF, обеспечивающих стабильное формование образцов из различных горных пород. Найдены оптимальные температурные и временные режимы сплавления на установке VULKAN 4. Установлено, что добавки антисмачивающих агентов NH₄Br, NH₄F и LiF к расплаву не только улучшают свойства сплава отделяться от Pt-Au тиглей и подложек, но изменяют поверхностное натяжение и вязкость расплавов. Изменяя количество добавки, можно изменять форму верхней поверхности стеклянного диска. Так, при его недостатке поверхность диска получается вогнутой, а при избытке - выпуклой. Получено, что для сплавления и формования проб горных пород с флюсами без прилипания к Pt-Au тиглям и подложкам необходимы добавки 0,05 г NH₄Br или NH₄F и 0,25 г LiF. Гомогенность образцов, изученная на макроуровне с помощью рентгеновских спектрометров СРМ-25 и S4Pioneer, удовлетворяет условиям рядового количественного анализа на главные и некоторые следовые элементы.

Исследование образцов на микроуровне с помощью электронного растрового микроскопа QEMSCAN–E430 показало, что гомогенность образцов в целом удовлетворительная.

Автор(ы): Борходоев В.Я., borkhodoev_v@neisri.ru

Северо-Восточный комплексный НИИ ДВО РАН

Магадан

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Разработана методика определения Rb, Sr, Cs, Ba и Pb в полевых шпатах из малых навесок массой 50 мг методом РФА с полным внешним отражением (РФА ПВО). В основу методики положен способ внутреннего стандарта, в качестве которого использовали RbK α , содержания Rb в пробе предварительно определены или известны. Правильность определения элементов оценили сопоставлением с содержанием в стандартных образцах гранитоидов и образцах калиевых полевых шпатов. Использование элемента сравнения Rb обеспечивает относительное расхождение между результатами меньше допустимого $\sigma_{D,r}$ – 18-30 % для диапазона содержаний 0.19-0.02 %. Значения C_{min} составили (мг/кг): для Rb, Sr и Pb – 1, для Cs – 15, для Ba – 7.

Автор(ы): Черкашина Т.Ю., tcherk@irnok.net; Финкельштейн А.Л., finkel@igc.irk.ru

Институт земной коры СО РАН, Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Разработана методика ИСП-АЭС и ИСП-МС определения элементного состава различных горных пород на основе автоклавного разложения. Из-за более высокой температуры и давления в автоклавах может происходить образование таких нерастворимых солей как CaAlF₅, CaMg₂Al₂F₁₂, Na_{0.88}Mg_{0.88}Al_{1.12}(F,OH)6×H₂O и AlF₃, что приводит к заметным потерям, как породообразующих элементов, так и PЗЭ, Rb, Sr, Y, Cs, Ba, Th, U и некоторых других. Также подтверждено, что образование нерастворимого фторида алюминия происходит преимущественно при автоклавном разложении образцов с высоким содержанием Al и низким содержанием щелочноземельных элементов так, что отношение (Mg+Ca)/Al < 0.1, а при разложении образцов с (Mg+Ca)/Al \geq 1 образуются в основном смешанные фториды алюминия и щелочноземельных элементов. При этом если образовавшиеся смешанные фториды Al могут быть разрушены и переведены в раствор последовательным упариванием, то разрушить AlF₃ последовательным упариванием даже с хлорной кислотой не удастся. В связи с этим в [1К, 2К] при растворении образцов с (Mg+Ca)/Al < 0.1 предложено перед автоклавным разложением для предотвращения образования нерастворимого AlF₃ добавлять соответствующее количество магния или кальция.

Автор(ы): Карандашев В.К. karan@iptm.ru

ИПТМ РАН

Черноголовка

Методы анализа:

Методы атомного спектрального анализа

Разработана методика рентгенофлуоресцентного анализа комплексных уран-ванадиевых руд Заонежского рудного узла (Карелия) на основе универсального уравнения способа стандарта-фона.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Разработана методика эмиссионного определения фтора в горных породах, рудах, рыхлых отложениях, почвах, донных осадках, шлаках и золе по способу вдвухания-просьпки в дуговой разряд и с использованием многомерной градуировки. Расширенный диапазон определяемых содержаний составил 0,006 – 5 мас. % при увеличении информативности результатов анализа более чем в 2 раза.

Автор(ы): Шабанова Е.В. shev@igc.irk.ru
Институт геохимии им. А.П. Виноградова)СО РАН,
Иркутск
Методы анализа:
Атомно-эмиссионный анализ

Разработана методика прямого атомно-эмиссионного анализа порошковых проб сложного переменного состава на F, Cl, Br, I; определение элементов группы железа в медно-никелевых рудах; определение высоких концентраций благородных металлов в рудах, отвалах и металлургических отходах.

Автор(ы): Савинова Е.Н., Сукач Ю.С., Тюрин Д.А., Черногорова С.М.
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва
Методы анализа:
Атомно-эмиссионный анализ

Разработан и апробирован на реальных объектах ряд методик анализа различных геологических проб:

- методика прямого атомно-эмиссионного анализа порошковых проб сложного переменного состава на F, Cl, Br, I; определение элементов группы железа в медно-никелевых рудах; определение высоких концентраций благородных металлов в рудах, отвалах и металлургических отходах;
- методика многокомпонентного (до 30 элементов) рентгенофлуоресцентного анализа сульфидных руд с учетом широкого разнообразия их состава; разработаны методики количественного определения U, Th, W, Mo в диапазоне концентраций $n \cdot 10^{-10}$ - $n \cdot 10^{-9}$ в почвах и горных породах; методика определения высоких концентраций редкоземельных элементов в щелочных горных породах;
- Методика АЭС-ИСП определения широкого круга элементов при экспериментальном исследовании постадийного кислотного разложения эвдиалита растворами на основе соляной и азотной кислот.

Автор(ы): Центральная аналитическая лаборатория
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва
Методы анализа:
Атомно-эмиссионный анализ; Рентгеновские методы

Разработана методика РФА комплексных уран-ванадиевых руд на основе универсального уравнения способа стандарта-фона. Методика апробирована на большом массиве проб Заонежского рудного узла (Карелия) при содержаниях урана до 77 %. Правильность результатов рентгенофлуоресцентных определений содержаний U и V на спектрометре ARL Advant'X контролировалась масс-спектрометрическим анализом MS-ICP

Автор(ы): Бахтиаров А.В., avb@ab14523.spb.edu
Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург
Методы анализа:
Рентгеновские методы

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Проведены исследования фазового состава и структурных особенностей в мультиферроиках на основе феррата висмута методом мессбауэровской спектроскопии.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Методы анализа:
Ядерно-физические и радиоаналитические методы

Разработаны новые твердофазные экстрагенты, полученные на основе углеродного наноматериала Таунит и высоко-/сверхсшитого полистирола (ВСПС/ССПС), импрегнированием фосфорсодержащими соединениями дифенил[дибутилкарбамоилметил]фосфиноксидом и триоктилфосфиноксидом. С использованием предложенных сорбентов разработаны способы концентрирования актинидных элементов из 3М HNO₃ в статических и динамических условиях с целью их определения в азотнокислых растворах.

Автор(ы): Мясоедова Г.В. Захарченко Е.А., polyorgs@mail.ru
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва
Методы анализа:
Сорбция

Предложено использовать энтеросорбент ЭТС-1 для разделения органических и неорганических форм йода и селена, а также применять ультразвуковое воздействие на стадии десорбции для повышения выхода органических форм йода и селена в водный экстракт.

Автор(ы): Слепченко Г.Б., Дерябина В.И. Umx@bk.ru
Национальный исследовательский инновационный Томский ПУ
Томск
Методы анализа:
Пробоотбор

Установлены основные закономерности формирования углеводородной пленки на поверхности анализируемого объекта в диапазоне энергий электронного зонда 1- 5 кэВ для ряда модельных объектов – монокристаллов полупроводников GaP, GaAs и GaSb,. исследованы зависимости толщины пленки от времени и дозы облучения. Показано, что при непрерывном режиме облучения начальный участок является линейным. Это обстоятельство позволило впервые в мировой аналитической практике предложить способ разделения вклада углерода, входящего в состав пробы, и углерода, обусловленного образованием пленки углеводородных загрязнений. Способ основан на линейной экстраполяции получаемой зависимости интенсивности аналитического сигнала углерода от времени к начальному моменту времени. Значение интенсивности на вертикальной оси соответствует интенсивности углерода, содержащегося в исходной пробе.

Автор(ы): Филиппов М.Н. fil@igic.ras.ru
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН
Москва
Методы анализа:
Методы локального анализа и анализа поверхности

Разработан метод анализа нанопленок на основе времяпролётной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом. Исследования проводились на времяпролетном масс-спектрометре с импульсным тлеющим разрядом Люмас-30. В качестве разрядной ячейки использовался комбинированный полый катод. Часть исследований была проведена на экспериментальной установке (с эмиссионных окончанием) Дрезденского технического университета.

Исследован механизм формирования сверхтонкого проводящего слоя на поверхности диэлектрика. Установлено, что работают два процесса – обогащение сверхтонкого поверхностного слоя атомами плохо распыляемого элемента и напыление материала вспомогательного катода на поверхность пробы с характерной толщиной слоя несколько нм. Для измерения толщины слоя использовался разряд Гримма с анодом

диаметром 2 мм.

Исследовано распределение содержания элементов в сверхтонких поверхностных слоях карбида кремния. Обнаружено обогащение поверхностного слоя SiC такими элементами как Ga, Bi и даже Hg. Величина пространственного разрешения меньше 3 нм. Контроль содержания широкого круга элементов в карбиде кремния (особенно в его поверхностных слоях), который используется для разработки новых электронных устройств, крайне необходим.

При разработке метода послойного анализа хлора в аустенитных сталях предложен и исследован новый механизм ионизации элементов в бесстолкновительной зоне, основанный на эффективной электронной ударной ионизации электронами последующего импульса атомов предыдущего. Использование этого механизма позволило увеличить чувствительность определения хлора в 160 раз.

Исследования, проведенные с сухими остатками растворов, позволили разработать методику определения содержания элементов и их изотопного состава в растворах, а также разработать метод градуировки масс-спектрометра, позволяющий использовать чувствительности, определенные при анализе сухих остатков растворов, для анализа твердотельных пробы.

Проведенные исследования востребованы как при разработке новых материалов для электроники, так и для решения задач Росатома. В настоящее время в организациях Росатома используются 2 масс-спектрометра Люмас-30, с помощью которых решаются задачи элементного и изотопного анализа различных материалов, в том числе радиоактивных.

Автор(ы): Ганеев А.А., ganeev@lumex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Масс-спектрометрия; Наноаналитика

Разработан алгоритм и предложена программа расчета критериев возможности потенциометрического титрования «Gnose». Предложенный способ анализа позволяет отдельно определять два иона металлов в их смеси в присутствии мешающих компонентов

Автор(ы): Темерев С.В., temerev@mail.ru

Алтайский государственный университет

Барнаул

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Потенциометрия (в том числе ионометрия); Титриметрия

Для создания таллийчувствительного сенсора синтезирован твердый электролит Tl_4HgI_6 , который обладает высокой ионной составляющей проводимости. Найдены основные сенсорные характеристики (угол наклона, предел обнаружения, селективность, область pH, дрейф потенциала) нового таллийселективного сенсора.

Показаны стабильность его работы во времени и различные способы его применения для определения ионов таллия в растворах

Автор(ы): Власов Ю.Г., sensor2000@vk5346.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Химические сенсоры

Изучена возможность применения некоторых ранее полученных ионных жидкостей (ИЖ) для солюбилизации водорастворимых комплексообразующих органических реагентов и извлечения ионов металлов в таких экстракционных системах. Использовали ИЖ с комплексообразующими анионами – N-лауроилсаркозинат тетраоктиламмония (TOALS) и салицилат триоктилметиламмония (TOMAS). Они не смешиваются с водой и, как было установлено ранее, содержат много воды (> 10% . масс.). Эти ИЖ извлекают из водных растворов такие

реагенты, как арсеназо I, арсеназоIII, 4-(2-пиридилазо)резорцин (ПАР), ксиленоловый оранжевый (КО), ализариновый красный С (АКС), нитрозо-Р-соль (НРС). Изучено распределение указанных реагентов между водой и ИЖ отрН, времени контакта фаз. Водорастворимые реагенты использовали для извлечения ионов металлов. Экстракцию кобальта (II) с НРС в ионные жидкости использовали для разработки методики экстракционно-фотометрического определения этого элемента. Для устранения мешающего влияния ионов металлов (Fe(III), Ni(II), Cu(II)), способных образовывать устойчивые комплексы с НРС, применяли реэкстракцию солянокислыми растворами. Предложенные методики экстракционно-спектрофотометрического определения кобальта(II) НРС и ПАР характеризуются низкими пределами обнаружения (до 0.01 мкг/мл).

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Методы анализа:

Экстракция

Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследован процесс восстановления поверхности оксида WO_3 при бомбардировке ионами He^+ с энергией 1 и 3 кэВ в условиях высокого вакуума. Обнаружено, что в результате облучения ионами He^+ в поверхностных слоях оксида WO_3 сначала образуются оксиды WO_2 и WO_x ($2 < x < 3$), а при увеличении дозы облучения – металлический вольфрам. Установлено, что степень металлизации поверхности облученного оксида повышается с увеличением энергии бомбардирующих ионов He^+ . Показано, что поверхность оксида WO_3 восстанавливается сильнее при бомбардировке ионами Ag^+ , чем при бомбардировке ионами He^+ .

Автор(ы): Золотов Ю.А., zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова,

Москва

Методы анализа:

Рентгеновские методы; Методы локального анализа и анализа поверхности

Предложен способ и разработана методика определения основного состава пленок карбонитрида кремния субмикронной толщины на поверхности кремния методом лазерной масс-спектрометрии с относительным стандартным отклонением $msr < 0,2$. В качестве образцов сравнения для определения значений коэффициентов относительной чувствительности (КОЧ) газообразующих компонентов (C, N, O) относительно кремния использовали стехиометрические соединения кремния: SiC , Si_3N_4 и SiO_2

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Методы локального анализа и анализа поверхности; Масс-спектрометрия

Разработаны новые твердофазные целлюлозные сорбенты, импрегнированные гидроксидами, содержащие в своей структуре дополнительные координирующие центры в альдегидной и гидразинной компоненте, в виде тонкослойных фильтров и порошка. Показана возможность группового концентрирования Cd^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} и Pb^{2+} при pH = 9 с использованием полученных сорбентов. Значения динамической обменной емкости фильтров варьируются в пределах 0.4 - 2.6 мг/г, а достигаемые значения коэффициентов концентрирования металлов в процессе их извлечения лежат в диапазоне 5·10³–10⁴ мл/г. Линейность градуировочных графиков при рентгенофлуоресцентном определении металлов соблюдается в пределах концентраций 5 – 70 мкг/фильтр для сорбентов в виде фильтров ($m(\text{фильтра}) = (0,050 \pm 0,005) \text{ г}$, $d = 25 \text{ мм}$, $\rho = 100 \text{ г/см}^3$) и 5 – 100 мкг в виде порошка (0,1 г). Минимально обнаруживаемое содержание элементов на фильтре составило 1,9 - 3,4 мкг, в фазе микрокристаллического сорбента – 1,6 - 2,8 мкг.

Автор(ы): Коншина Дж.Н. jfox@list.ru
Кубанский государственный университет
Краснодар
Методы анализа:
Сорбция

Обнаружен и исследован высокоэффективный механизм ударной ионизации компонентов между сэмплером и скиммером, на основе которого разработан метод определения хлора в твердотельных пробах с помощью времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Методы анализа:
Масс-спектрометрия

Разработана методика, позволяющая получить характеристики поверхностей плёнок оксидов со структурой перовскита методом РФА с полным внешним отражением первичного излучения

Автор(ы): Разномазов В.М. raznomazov_vm@mail.ru
Южный федеральный университет,
Ростов-на-Дону
Методы анализа:
Рентгеновские методы

Предложен способ концентрирования лантана и других редкоземельных элементов (РЗЭ) на неполярных сорбентах в виде гидрофобных комплексов. Для извлечения металлов использовали пиридилазонафтол, гидроксихинолин и фенилметилбензоилпиразолон; комплексы извлекали на гексадецилсиликагеле, сверхшитом полистироле, полистироле, модифицированном винилпирролидоном, а также на фторопласте. Найдены условия извлечения благородных металлов в виде ионных ассоциатов их хлорокомплексов с азотсодержащими реагентами на малополярных сорбентах. Показано, что ионные ассоциаты Pd, Pt и Au можно количественно десорбировать со сверхшитого полистирола MN-200 солянокислым этанолом. Найдены условия количественной и обратимой сорбции иридия на сорбенте StrataX-AW. Предложены и обсуждены механизмы сорбции и десорбции ПМ. Полученные результаты показывают, что пространственное строение хлорокомплексов оказывает существенное влияние на механизм сорбции платиновых металлов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru
Московский государственный университет
Москва
Методы анализа:
Сорбция

Предложен способ попутного извлечения РЗЭ из горячей промышленной экстракционной фосфорной кислоты с одновременной ее очисткой от загрязняющих примесей. Способ основан на процессе необменного сорбционного разделения кислот и солей на анионитах в фосфатной форме, в результате которого кислота удерживается, а солевые компоненты, включая РЗЭ, выходят из колонны, образуя зону концентрированных перенасыщенных растворов. Десорбция чистой кислоты (регенерация сорбционного слоя) в рабочих циклах проводится сильно разбавленной фосфорной кислотой, для чего используется небольшая доля полученной в предыдущем цикле очищенной кислоты. В лабораторных условиях и на стендовой установке в ОАО НИУИФ изучено влияние технологических параметров: температуры, скорости потока, типа анионита, диаметра зерен, продолжительности отдельных стадий, на динамические характеристики процесса (выходные кривые сорбции и десорбции фосфорной кислоты и примесных компонентов). Это позволило выбрать рациональные условия проведения процесса концентрирования и выделения РЗЭ с одновременной очисткой фосфорной кислоты. Проанализированы некоторые ограничения метода и оценены возможные потери фосфорной кислоты на стадии

сорбции и возможности ее разбавления на стадии десорбции. Получены и проанализированы образцы очищенной фосфорной кислоты, а также твердых концентратов и определены их составы, уточнены основные режимы проведения технологического процесса. Предполагается проведение заводских испытания в рамках подготовки разработанного процесса к промышленному внедрению.

Автор(ы): Р.Х. Хамизов, А.Н. Крачак, Н.С. Бастрыкина, А.Н. Груздева

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН совместно с ООО НТК «Новая химия» и ОАО НИУИФ

Москва

Методы анализа:

Сорбция

Методом КР спектроскопии впервые проведены исследования процессов воздействия непрерывного лазерного излучения с длиной волны 532 нм на частицы нанокристаллического кремния (нк-Si), полученного методом лазерного пиролиза моносилана. Установлено, что воздействие достаточно мощного излучения ($105\text{--}106 \text{ Вт/см}^2$) вызывает значительные изменения состояния нк-Si, которые связаны с развитием термоокислительных процессов на воздухе, приводящих к сложному характеру изменения параметров полосы КР, принадлежащей нк-Si. С использованием СКФ импрегнации в среде СК-CO₂ реализован процесс матричного внедрения частиц нк-Si в микрочастицы полиэтилена низкой плотности. Установлено, что воздействие лазерного излучения на частицы нк-Si в полимерной матрице начинает проявляться в виде изменения полосы КР при плотностях мощности, значительно больших, чем в случае чистого порошка нк-Si.

Автор(ы): Ищенко А.А., Рыбалтовский А.О., Кононов Н.Н.

Московский государственный университет тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, НИИЯФ ИОФ РАН им. А.М. Прохорова

Москва

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия; Наноаналитика

С целью расширения круга анализируемых объектов, повышения информативности метода и улучшения метрологических характеристик методик КХА:

-оптимизированы инструментальные условия ввода растворов при их ИСП-АЭС анализе, что позволило сократить объём раствора, снизить относительное разбавление в 10-100 раз и, в конечном счёте, снизить пределы обнаружения в 2-5 раз;

-выполнена сравнительная оценка метрологических характеристик метода АЭС с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и с дуговым возбуждением спектров (АЭС-ДПТ) для анализа концентратов микропримесей после отделения основы для растворов минеральных кислот, кремния, и оксидов кремния, висмута, вольфрама и молибдена. Показаны преимущества и ограничения АЭС-ИСП метода перед АЭС-ДПТ;

-предложен способ АЭС-ИСП анализа твердых проб с использованием искрового пробоотбора и выполнением градуировки по многоэлементным стандартным растворам («тандем-градуировка»). Показано, что для выполнения «тандем-градуировки» возможно использование в качестве внутреннего стандарта линий основного компонента с близкими к линиям аналитов значениями суммарной энергии ионизации и возбуждения. В этом случае обеспечивается высокая сходимость и правильность результатов анализа КХА. Запущен в эксплуатацию двухструйный плазмотрон (ДДП) новой конструкции в сочетании со спектрометром высокого разрешения «Гранд» (ВМК «Оптоэлектроника»). Благодаря лучшей разрешающей способности и более широкому спектральному диапазону спектрометра в 2-5 раз снижены пределы обнаружения ряда микропримесей (As, Ba, Hg и др.) при прямом анализе порошков (оксиды металлов, природные и биологические

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск, Улан-Удэ

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Разработана комбинированная методика атомно-абсорбционного спектрального с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА) анализа висмута и оксида висмута с отделением основы отгонкой висмута в виде трихлорида и концентрированием примесей. Оптимизированы температурно-временные программы определения технологически важных элементов-примесей в ЭТА. Пределы обнаружения Ag, Al, Co, Cu, Mn, Ni и Pb составляют $2 \cdot 10^{-8}$, $6 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$, $6 \cdot 10^{-9}$, $6 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$ мас. %, соответственно.

Разработаны прямая (экспрессная) и комбинированная методики АЭС-ИСП анализа высокочистого оксида висмута: - прямая методика позволяет определять содержание 46 примесей с пределами обнаружения 10^{-8} - 10^{-5} мас. %; - методика с концентрированием микропримесей отгонкой висмута в виде хлорпроизводных – 22 примеси с пределами обнаружения 10^{-9} - 10^{-6} мас. %.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ; Атомно-эмиссионный анализ

Разработаны методики определения As(V) и As(III) с использованием твердых углеродсодержащих композитных электродов, модифицированных золотом и железом в кислых средах и в присутствии ионов Mn(II) в щелочных средах

Автор(ы): Колпакова Н.А. nak@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

С использованием нового класса тозилатных солей арилдиазония созданы органо-модифицированные электроды для определения селена, йода и никеля методом инверсионной вольтамперометрии.

Автор(ы): Колпакова Н.А. nak@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

Исследовано влияние примеси карбоната на результаты титрования сильных и слабых кислот щелочью на потенциометрическом титраторе Metrohm 905. Предложена математическая модель для количественного описания карбонатной погрешности в зависимости от содержания Na_2CO_3 и концентрации кислоты. Относительная карбонатная погрешность имеет величину, равную мольной доле $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$ в титранте и не зависит от природы кислоты и ее концентрации. Предложен способ определения карбонатной погрешности с одновременным установлением титра щелочи по сильной кислоте. Предложены приемы нивелирования карбонатной погрешности анализа при релятивизации измерений на титраторе Metrohm 905.

Автор(ы): Голованов В.И. vlagolo@yandex.ru

Южно-Уральский государственный университет

Челябинск

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия); Хемометрика, математизация химического анализа

Разработана методика инструментального прямого анализа кристаллов лангасита и лангатата, основанная на использовании лазерной абляции с масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ЛА-ИСП-МС). Время анализа составляет от 1 до 2 мин (без учета калибровки масс-спектрометра). Возможно определение до 60 примесных элементов. Пределы определения составили от 30 мкг/г для Р и Fe до 5-10 нг/г для Y, Cs, PЗЭ, Th, U.

Автор(ы): Карандашев В.К. karan@iptm.ru

ИПТМ РАН

Черноголовка

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Разработан экстракционно-вольтамперометрический способ определения цинка, кадмия, свинца и меди. Способ запатентован (решение о выдаче патента РФ на изобретение от 27 августа 2012г. Авторы - Темерев С.В., Логинова(Станкевич) О.Б.) В отличие от существующих способов экстракция реализуется в легкоплавкий расплав салицилата тиопириния (ИЖ). Эффективность извлечения подтверждена независимым методом – атомно-абсорбционной спектрометрией.

Автор(ы): Темерев С.В., temerev@mail.ru

Алтайский государственный университет

Барнаул

Методы анализа:

Экстракция; Вольтамперометрия и полярография; Атомно-абсорбционный анализ

Разработан комплекс методик атомно-эмиссионного спектрального с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и атомно-абсорбционного спектрального (ААС) анализа новых оптических материалов – халькогенидных кристаллов для сверхширокополосных преобразователей лазерных частот:

- методика обзорного АЭС-ИСП анализа халькогенидных монокристаллов GaSe позволяет определять до 30 элементов-примесей с пределами обнаружения 10^{-4} - 10^{-6} % мас. и относительным стандартным отклонением 0,05-0,15. Важным преимуществом данной методики является возможность определять содержание серы;- методика прецизионного пламенного ААС анализа халькогенидных монокристаллов на содержание легирующих примесей: Cr, In и Ag позволяет определять Cr, In и Ag в диапазоне концентраций 10^{-2} - 10^{-4} мас. % и относительным стандартным отклонением не более 0,02.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ; Атомно-эмиссионный анализ

Для оперативного аналитического обеспечения технологии получения монокристаллов ортогерманата висмута (BGO) разработана экспрессная атомно-эмиссионная с возбуждением в дуговом плазматроне (АЭС-ДДП) методика прямого определения примесей в кристаллах. Пределы обнаружения 35 примесей находятся на уровне 10^{-6} – 10^{-4} мас.%. Пробоподготовка заключается в растирании и разбавлении растертой пробы графитовым порошком, содержащим добавку 10% NaCl, в 2 раза, а образцы сравнения готовят смешиванием СО на основе графитового порошка со стехиометрической смесью высокочистых оксидов висмута и германия.

Автор(ы):

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Для экспрессного контроля качества металлургического кремния разработана прямая атомно-эмиссионная с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) методика, позволяющая одновременно определять до 29 примесей: Al, Ba, Be, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Hf, In, K, La, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Pd, Pt, Sr, Ti, Tl, V, Y, Zn и Zr с пределами обнаружения 10^{-7} – 10^{-5} % мас. И sr = 2-18%.

Для анализа высокочистого (полупроводникового) кремния и оксида кремния разработана комбинированная АЭС-ИСП методика с предварительным концентрированием микропримесей парофазной отгонкой основы пробы в виде SiF₄ в микроволновой печи (МП). Предложена новая конструкция двухкамерного автоклава для МП, которая позволяет одновременно загружать до 3 образцов, и проводить процесс концентрирования при заданной температуре и давлении. Методика позволяет определять до 44 примесей с пределами обнаружения 10^{-8} – 10^{-5} мас. % и sr = 2-15%. Правильность разработанных методик проверена способом «введено-найдено» и подтверждена сопоставлением результатов анализа, полученных независимыми методами.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Показано, что воспроизводимость результатов экспресс-определения Si и Cu в металлосилоксановых пленках методом неструктивного РФА составляет 2-2,5% отн. Расхождение результатов РФА и химического анализов находится в пределах 0,05-0,2% абс. Методом РФА проведено определение Pt в гетерогенных катализаторах – нанокompозитах благородных металлов (Pt, Au) и оксидной матрицы γ -Al₂O₃, полученных с помощью флюидной технологии и металло-парового синтеза.

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Оптимизирована методика разложения по Кьельдалю различных образцов, содержащих небольшие количества серебра (0,05-0,5%), с целью его дальнейшего определения методом осадительного потенциометрического титрования непосредственно в минерализате. Показаны преимущества использования в кислой среде (pH2) тетрафенилбората натрия как титранта Ag⁺, дающего четко выраженный скачок потенциала, по сравнению с наиболее распространенными титрантами – растворами NaCl и NH₄CNS.

Автор(ы):

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработанный ДЛС комплекс контроля получения высокочистых гидридов доукомплектован в текущем году двумя ДЛС системами, измеряющими содержание метана в арсине и фосфине и этилена в силане.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики им А.М.Прохорова РАН

Москва

Методы анализа:

Использование лазеров

Методами ЭПР, волюмометрии и квантовой химии проведён анализ парамагнитных центров в допированном углеродом нанокремнии. Примеси углерода в нанокремнии, полученном при лазерно-химическом синтезе нанокремния из моносилана, образуются при контакте синтезированного материала с атмосферным воздухом. Процесс достигает насыщения при времени контакта около 60 минут при комнатной температуре. Идентифицированы три типа свободных радикалов $^{\circ}\text{Si}-\text{CH}_2$, $(^{\circ}\text{Si})_2\text{-CH}$ и $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C}$ со свободной валентностью на атоме углерода. Их структура расшифрована благодаря использованию образцов, обогащенных изотопами ^{29}Si и ^{13}C , и подтверждена результатами квантово-химических расчетов модельных систем. Обнаружена неоднородность в спектральных характеристиках отдельных групп центров, свидетельствующая о различиях в пространственной структуре группировок $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C}$ и $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C-H}$ в кремнеземе. Установлено, что зарегистрированные ранее методом ЭПР в продуктах окисления кремния парамагнитные центры (так называемые EX-центры) имеют структуру $((^{\circ}\text{Si})_3\text{C})$, т.е. представляют собой примесные, а не собственные, дефекты материала

Автор(ы): Ищенко А.А., Радциг В.А.

Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, ИХФ РАН
Москва

Методы анализа:

Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР); Другие методы определения; Наноаналитика

Тема: разработка методов получения и анализа устойчивых суспензий и эмульсий на основе нанокремния и карбида кремния.

Нанокремний или карбид кремния синтезированы в плазменном испарителе-конденсаторе, в аргоновой плазме, содержащей добавки кислорода, азота или дозированную смесь этих газов, что позволяет направленно изменять состав защитной оболочки. Наноматериалы на основе кремния были также синтезированы при разложении силана, SiH_4 , в поле CO_2 лазера. Разработаны новые химические методы, позволяющие получать нанокристаллический (НК) кремний с узким распределением частиц по размерам, обладающий устойчивой фотолюминесценцией в видимой области, и управлять спектром фотолюминесценции материала в области от ~ 500 до 750 нм. Получены устойчивые эмульсионные материалы и тонкие полиэтиленовые плёнки, содержащие нанокристаллический кремний, средний размер ядра которого лежит в области $7-10$ нм и обладающие практически полным поглощением излучения в УФ - области спектра (от 200 до 420 нм); золи, тонкие полимерные пленки и вязкие или твёрдые полимерные материалы на основе полиметилметакрилата или сополимеров метилметакрилата с бутилметакрилатом, содержащие нанокремний со средним размером ядра от 1.4 до 5.1 нм и обладающие яркой устойчивой фотолюминесценцией с регулируемым максимумом в области от 500 до 750 нм; покрытия из нанокристаллического кремния различной толщины: от 35 до 480 нм, позволяющие сдвигать край поглощения. Изучены спектрально-структурные корреляции полученных наноконкомпозитов кремния с применением спектральных и дифракционных методов, включая спектры в интегрирующей сфере, дифракцию электронов и малоугловое рассеяние рентгеновского излучения. Результаты спектральных исследований свидетельствуют о наличии заметного поглощения в полученных плёнках по сравнению с кристаллическим кремнием в области энергий перед фундаментальным краем поглощения до ~ 0.6 эВ. Обнаружено, что при прочих равных условиях уменьшение среднего размера частиц, из которых сформирована пленка, приводит к увеличению ее коэффициента поглощения. Показано, что с уменьшением размеров наночастиц в оптические характеристики плёнок начинают вносить заметный вклад поверхностные состояния, которые могут быть связаны с координацией на поверхности наночастиц атомов водорода и кислорода. Определено влияние окружающей матрицы композита на состояние поверхности НК кремния. Методами ЭПР-спектроскопии и волюмометрии получены сведения о структуре и реакционной способности парамагнитных центров $((\equiv\text{Si}-\text{O})_3\text{Si})_3\text{C}\bullet$ ($\text{R1}\bullet$), зарегистрированных в продуктах пиролиза нанокристаллов Si и SiO_2 . Источником углерода служили содержавшие его группировки, хемосорбированные на поверхности нанокристаллов, в том числе CH_3 -группы. Углерод, входящий в состав парамагнитных центров, составляет лишь небольшую (меньше 1%) часть его общего содержания в образцах, однако малая ширина (0.4 Гс) спектра ЭПР радикала $\text{R1}\bullet$ обуславливает высокую чувствительность метода ЭПР при обнаружении малых количеств примесных атомов углерода в этих материалах. Определены релаксационные характеристики центра $\text{R1}\bullet$ и влияние на них молекулярного

кислорода и температуры. Установлен характер пространственного распределения ($R1\bullet$) в приповерхностных слоях исследованных материалов. В присутствии молекул H_2 они могут выступать в качестве “генератора” атомарного водорода (дейтерия) в образце.

Автор(ы): Ищенко А.А., Дорофеев С.Г. Кононов Н.Н., Баграташвили В.Н., Крутикова А.А., Ольхов А.А., Радциг В.А. Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, ИПЛИТ РАН, ИОФ РАН, ИХФ РАН

Москва, Троицк

Методы анализа:

Спектральные методы Наноаналитика

Показана возможность АЭС-ИСП определения основного состава металлоорганических кластерных и координационных соединений на содержание Cr, Mo, W, Re, P, S с погрешностью $\sim 1\%$.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Разработана методика хромато-масс-спектрометрического определения примесей в изотопно-обогащенном германе $^{74}GeH_4$ ($^{74}Ge - 99.91, ^{70}Ge - 0.01, ^{72}Ge - 0.01, ^{73}Ge - 0.06, ^{76}Ge - 0.01\%$) высокой чистоты. Анализ проводили с использованием хромато-масс-спектрометра Agilent 6890/5973N. Примеси идентифицировали сравнением их масс-спектров с данными базы NIST. Примеси, масс-спектры которых отсутствуют в базе NIST, идентифицировали по осколочным ионам, образованным в результате диссоциативной электроударной ионизации. Установлено присутствие примесей постоянных газов, диоксида углерода, ди- и тригерманов, хлоргермана, пропена, углеводородов и хлорорганических веществ с температурами кипения выше $60^\circ C$. Впервые обнаружен бензол, обогащенный изотопом ^{13}C , и сероуглерод, обогащенный изотопом ^{34}S . Значения пределов обнаружения примесей составляют $1 \cdot 10^{-5}$ - $5 \cdot 10^{-8}$ мол. %.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Институт химии высококачественных веществ совместно с Нижегородским государственным университетом

Нижний Новгород

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия

Разработана методика криогенного концентрирования примесей в водороде методом фронтальной хроматографии. Исследованы органические адсорбенты Tenax TA, Porapak Q, сверхсшитый полистирол и неорганический адсорбент Carborak B-NT. Общий объем пропускаемого водорода составлял 15 л. Количественная десорбция арсина и фосфина наблюдалась только для адсорбента Porapak Q. Эффективность концентрирования примесей органических веществ (метан и этан) практически одна и та же для всех исследованных сорбентов. Определение примесей проводили газохроматографически с использованием пламенно-фотометрического (арсин и фосфин) и пламенно-ионизационного (метан, этан) детекторов. Хромато-масс-спектрометрическое определение проводили в режиме селективного ионного мониторинга. Достигнутые пределы обнаружения составили: фосфина – $1 \cdot 10^{-10}$; арсина – $3 \cdot 10^{-10}$; метана – $1 \cdot 10^{-10}$; этана – $8 \cdot 10^{-11}$ мол. %.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Институт химии высококачественных веществ совместно с Нижегородским государственным университетом

Нижний Новгород

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия; Газовая хроматография

Проведены экспериментальные и теоретические исследования газочувствительных свойств тонких пленок ряда металлокомплексов (II) этиопорфиринов. Разработана модель взаимодействия свободных молекул этиопорфиринов в основном и в возбужденном состояниях с молекулами электронодонорных газов: аммиака, оксидов азота (II) и (IV), воды). Конформационный анализ молекул металлокомплексов этиопорфиринов и

аддуктов присоединения показал равновероятное существование всех конформационных изомеров. Термодинамические исследования данной реакции присоединения показали возможность обратимости этого процесса. Проведен сравнительный анализ темновой и фотопроводимости тонких пленок этиопорфирина_II кобальта (II), Co(II)EP в присутствии различных газов. Показано, что в обоих случаях основной вклад в проводимость вносят молекулы кислорода, адсорбированные на поверхности газочувствительного слоя. Обнаружено, что концентрация адсорбированных молекул кислорода возрастает при фотовоздействии на поверхность пленки, что приводит к увеличению ее проводимости при данной температуре. Фотовоздействие позволяет добиться максимальной сенсорной чувствительности пленок Co(II)EP к аммиаку при комнатной температуре.

Автор(ы): Ищенко А.А., Гольдштрах М.А., Бахтин А.В., Дорофеев С.Г., Киселёв Ю.М., Кононов Н.Н., Рабалтовский А.О., Радциг В.А.

Московский государственный университет тонких химических технологий им М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, НИИЯФ, ИОФ им. А.М. Прохорова РАН, ИХФ им.Н.Н. Семенова РАН
Москва

Методы анализа:

Аналитические приборы; Химические сенсоры

Объекты окружающей среды

Объекты окружающей среды

Определены условия использования полимерного сорбента Oasis HLB в пробоподготовке нефтешламов для определения в них полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектором. Подобраны условия очистки гексанового экстракта, позволяющие улучшить метрологические характеристики результатов анализа и повысить надежность идентификации 15 ПАУ, наиболее актуальных для экологических исследований.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)
Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Методы анализа:

Сорбция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

+Природные, технологические и питьевые воды

Разработана и метрологически аттестована методика одновременного определения хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов в питьевой воде методом капиллярного электрофореза. Для косвенного детектирования аналитов при 254 нм предложен ведущий электролит на основе нитробензойной кислоты. Для снижения электропроводности пробу предварительно обрабатывают катионитом, что позволяет определять хлорит-ионы от 0,2 мг/л, хлорат- и перхлорат-ионы от 0,5 мг/л на фоне предельно допустимой для данного типа проб минерализации (1-1,5 г/л) при любом анионном составе матрицы. Время подготовки пробы менее 5 минут, анализ подготовленной пробы менее 3 минут. Предельно допустимые концентрации хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов регламентируются гигиеническими требованиями к качеству питьевой воды.

Автор(ы): Комарова Наталья Викторовна knv@lumex.ru

Группа компаний "Люмэкс"

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Воздух

Предложен список соединений, которые могут быть кандидатами в приоритетные загрязняющие вещества в атмосфере Москвы

Автор(ы): Лебедев А.Т.
МГУ им. М.В. Ломоносова
Москва
Методы анализа:
Масс-спектрометрия

Изучено влияние полупроницаемых органосилоксановых мембран на эффективность хемосорбционного концентрирования ароматических аминов из воздуха

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru И.И. Евгеньева, В.М. Копылов
Казанский национальный исследовательский технологический университет
Казань
Методы анализа:
Другие методы разделения и концентрирования

Разработаны новые методологические и методические подходы по контролю состава промышленных выбросов цементных печей с использованием традиционных и альтернативных видов топлив. Совместно с компанией ОАО «ЛАФАРЖ» в практику работ внедрены необходимые системы отбора проб на содержание стойких органических загрязнителей, включая диоксины, позволяющие проводить отбор проб и измерение в них целевых компонентов по гармонизированным с европейскими стандартами (EN) методикам измерений.

Автор(ы): Конопелько Л.А., lkonop@b10.vniim.ru
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
Санкт-Петербург
Методы анализа:
Пробоотбор

Создан гетеродинный радиометр на основе диодных лазеров ближнего ИК диапазона, в котором для получения гетеродинного сигнала от теплового излучения и локального осциллятора используется оптическое волокно. Это обеспечивает переход от уникальных установок к малогабаритным и простым системам массового использования. Система испытана при регистрации спектра поглощения углекислого газа всей толщиной атмосферы при гетеродинировании солнечного излучения.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru
Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова
Москва
Методы анализа:
Инфракрасная и КР-спектроскопия; Аналитические приборы

Разработан метод хемосорбционного концентрирования и определения следовых количеств токсичных аминсоединений в воздухе (химические дозиметры)

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru
Казанский государственный технологический университет
Казань
Методы анализа:
Аналитические приборы; Сорбция

Разработана автоматизированная методика определения водорастворимых форм меди в аэрозолях воздуха, включающая стадию автономного адгезионного выделения аэрозолей на колонке со стекловолокном в режиме «on site», с последующим фотометрическим определением выделенного на колонке аналита в условиях циклического инъекционного анализа по реакции с высокочувствительным фотометрическим реагентом на медь – пикрамино-ε-эпсилон. Диапазон определяемых концентраций меди (II) от 1,5 до 40 мкг/м³. Предел обнаружения меди составляет 0,5 мкг/м³ при объеме пробы воздуха 30 л. Время отбора пробы на адгезионную колонку – 15 мин, время анализа концентрата – 5 мин.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Анализ в потоке

Проведено определение методом цветометрии гидразина, дифениламина, N,N-диметиланилина и др. при содержании 0,05 – 30 мг/м³ в воздухе с использованием пассивных химических пробоотборников с иммобилизованным на силикагеле цветореагентом – 4-хлор-5,7-динитробензофуразаном.

Автор(ы): Евгеньев М.И., Евгеньева И.И., Белов П.Е., Николаева Н.Г. evgenev@kstu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Другие методы определения

+Природные, технологические и питьевые воды

Создан ДЛС комплекс для самолета лаборатории Росгидромета, обеспечивающий измерения содержания в атмосферном воздухе углекислого газа, метана, и водяного пара. Для водяного пара комплекс обеспечивает также измерение его изотопического состава. Начаты наземные испытания комплекса.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Методы анализа:

Использование лазеров

Установлены закономерности динамической сорбции летучих органических веществ из водных растворов и атмосферного воздуха на поверхностно-слоистых композиционных сорбентах, в которых мелкодисперсный сорбционно-активный материал удерживается за счет адгезии на поверхности относительно крупнодисперсного макропористого носителя. Показана более высокая эффективность поверхностно-слоистых сорбентов по сравнению с традиционными объемно-пористыми, применяемыми для концентрирования летучих органических веществ из водных и газовых сред.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Сорбция

+Другие объекты анализа

С помощью диодных лазеров с высокой точностью получены спектры молекул CO₂, HF, H₂O. Реализована точность определения параметров спектральных линий на уровне 0.1 %, что на порядок превосходит лучшие результаты, достигнутые в настоящее время в мире. Достигнутый уровень точности обеспечивает новые перспективы в создании стандартов газовых смесей, контроля содержания парниковых газов и т.д.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Природные, технологические и питьевые воды

Природные, технологические и питьевые воды

На примере ионоселективных электродов (ИСЭ) для определения ионов кадмия и свинца исследовано влияние ионов натрия и железа на их потенциалы в условиях оптимизированной гальваностатической поляризации. Впервые показано, что селективность поляризованных ИСЭ превосходит таковую в классических условиях нулевого электрического тока, что расширяет возможности измерений с ИСЭ в сильно разбавленных растворах.

Автор(ы): Михельсон К.Н.

СПбГУ (Санкт-Петербургский государственный университет)

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Показана возможность атомно-абсорбционного определения элементов в твердых природных образцах и концентратах с применением тигля-испарителя с двумя зонами конденсации. Пары элементов после испарения в тигле поступают в нагретую зону конденсации, в которой элементы частично конденсируются и остаточные количества элементоорганических соединений разлагаются, а затем в «холодную» зону конденсации. Для анализа конденсатов после фракционного испарения пробы предложен атомизатор с двумя зонами испарения и общей аналитической зоной. Улучшены метрологические характеристики определения металлов в органо-минеральных взвесьях, концентратах природных вод и донных осадках. Прямой электротермический атомно-абсорбционный метод адаптирован к определению элементов в водных взвесьях и сорбентах-концентратах, выделенных на мембранных ультрафильтрах. Предложены одна или две стадии термообработки – озонения образцов в системе графитовый стержень – стержень. Атомизацию продуктов термомодификации проводили в графитовом электротермическом трехкамерном атомизаторе стержень – ячейка – стержень» с двумя зонами испарения и общей изотермичной аналитической зоной. Улучшены метрологические характеристики

определения Ag, Cd, Pb, Tl в природных водах

Автор(ы): Цизин Г.И. tsisin@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ

Разработана методика получения воды с пониженным содержанием дейтерия, включающая последовательный цикл «кристаллизация–плавление». Изучено влияние изотопного состава воды на структурные особенности водной матрицы

Автор(ы): Кушнарев Д.Ф. aciu@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет

Иркутск

Методы анализа:

Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Разработана методика качественного и количественного определения элементного состава природной питьевой и минеральной воды с помощью рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО). Измерения проводили на спектрометре РФА ПВОS2PICOFOX (BrukerNanoGmbH, Германия) с использованием кварцевых подложек-отражателей. В качестве внутреннего стандарта применяли водный раствор Y с концентрацией 1000 мг/л. Объем аликвоты равен 1 мл, объем раствора внутреннего стандарта – 2мкл. Объем анализируемого раствора, осаждаемого на подложку, составил 2-5 мкл. Время набора спектра 250 с. Установлено, что элементный состав бутилированной природной питьевой воды («Архыз», «Святой источник», «Сенежская») удовлетворяет СанПиН 2.1.4.1116-02 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в ёмкости. Контроль качества». Элементный состав бутилированной лечебно-столовой («Ессентуки-4») и лечебной («Ессентуки-17») минеральной воды соответствует ГОСТ 13273-88 «Воды минеральные питьевые лечебные и лечебно-столовые». Показано, что пробы природной питьевой воды из различных регионов России и пробы минеральной воды из различных артезианских скважин имеют специфический элементный состав.

Автор(ы): Алов Н.В., alov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова,

Москва

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Для идентификации природных минеральных вод предложено использовать содержание и соотношение в них редкоземельных элементов. «Сброс матрицы» и концентрирование РЗЭ (иттрия, лантана и 13 лантаноидов) проведено дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией комплексов РЗЭ с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом хлороформом. Определение РЗЭ в концентрате осуществлено методом квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. В оптимальных условиях коэффициенты извлечения РЗЭ для проб минеральной воды составили 92 – 103 %. Градуировочные характеристики линейны в диапазоне 10(100) - 1000 нг л⁻¹, пределы обнаружения составили 3-10 нг л⁻¹.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

На примере ионоселективных электродов (ИСЭ) для определения ионов кадмия и свинца исследовано влияние ионов натрия и железа на их потенциалы в условиях оптимизированной гальваностатической поляризации. Показано, что селективность поляризованных ИСЭ превосходит таковую в классических условиях нулевого электрического тока, что расширяет возможности измерений с ИСЭ в сильно разбавленных растворах.

Автор(ы): Михельсон К.Н. konst@km3241.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработаны новые холинэстеразные сенсоры на основе стеклоглеродных электродов, модифицированных углеродными нанотрубками и наночастицами серебра. Наночастицы металла получали in situ путем химического восстановления ионов серебра, адсорбированных на углеродных нанотрубках, макроциклическими лигандами на платформе тиакаликсарена с пирокатехиновыми фрагментами в

заместителях нижнего обода. Сигналом биосенсора служил ток окисления тиохолина на наночастицах серебра, регистрируемый при 150 мВ. Биосенсор отличается высокой чувствительностью отклика на ацетилтихолин и ингибиторы холинэстеразы. Оптимизированы состав поверхностного слоя и условия иммобилизации фермента. Разработанный биосенсор позволяет определять до 0.5 нМ малаоксона, 1 нМ параоксона и 10 нМ карбарила. Показана возможность прямого определения пестицидов в виноградном соке, содержащем до 10 об.% ацетонитрила. Сопоставлены результаты электрохимической и химической «активации» тионовых пестицидов и оценена чувствительность определения паратиона и малатиона при их окислении бромной водой и в гальваностатическом электролизе. Изучен защитный эффект нового потенциального антидота – водорастворимого производного тиакаликсарена с триалкиламмонийными группами в заместителях нижнего обода, снижающий в 10-100 раз ингибирующее действие пестицидов.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Вольтамперометрия и полярография

Разработана комбинированная методика определения фенолов (незамещенный фенол, его хлор-, нитро- и метил- производные), включающая сорбцию аналитов на пористом графитированном углеродном сорбенте, десорбцию субкритической водой, вырезание зоны концентрата с помощью петли-дозатора, фокусирование на начальном участке ВЭЖХ колонки с октадецилсиликагелем и хроматографическое определение в изократическом режиме со спектрофотометрическим детектированием. Показано, что эффективность десорбции фенола и его производных субкритической водой при температуре 175 –200 °С сопоставима с эффективностью десорбции ацетонитрилом при комнатной температуре. Правильность определения фенолов в различных водах по предложенной методике подтверждена методом добавок на примере анализа водопроводной и минеральной воды; показано, что добавки извлекаются количественно, а макрокомпоненты вод не мешают определению фенолов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem/msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Методы анализа:

Сорбция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

С применением модифицированных целлюлозных материалов разработаны комбинированные сорбционно-рентгенофлуоресцент-ные схемы определения металлов в воде, включающие их предварительное концентрирование на фильтрах в динамическом режиме и микрокристаллическом порошке в статическом режиме. Минимально обнаруживаемое содержание элементов на фильтре ($m(\text{фильтра}) = (0,050 \pm 0,005) \text{ г}$, $d=25 \text{ мм}$, $\rho=100 \text{ г/см}^3$) 1,9 -3,4 мкг, в фазе микрокристаллического сорбента - 1,6 - 2,8 мкг. Разработана методика группового сорбционно-рентгенофлуоресцентного определения Cd^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} с применением предварительного их концентрирования из вод в статическом и динамическом режимах с использованием твёрдофазных сорбентов. Схемы анализа апробированы при определении Cd^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} в образцах природных вод

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Коншина Дж.Н. jfox@list.ru

Кубанский государственный университет,

Краснодар

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Предложен метод ГХ-МС определения полициклических ароматических углеводородов в водной среде в микроколичествах с ускоренной пробоподготовкой.

Автор(ы): Лебедев А.Т. .Полякова О.В.

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Разработан способ экспресс-оценки загрязнения легколетучими органическими соединениями природных и степени очистки промышленных вод по составу равновесной газовой фазы над образцами с применением анализатора газов «МАГ-8».

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Аналитические приборы

Разработаны тест-пленки для определения токсичных веществ в водных средах.

Автор(ы): Евгеньев М.И., Евгеньева И.И., Николаева Н.Г. evgenev@kstu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Тест-методы

Впервые разработана и метрологически аттестована методика одновременного определения хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов в питьевой воде методом капиллярного электрофореза. Для косвенного детектирования аналитов при 254 нм предложен ведущий электролит на основе нитробензойной кислоты. Время подготовки пробы менее 5 минут, анализ подготовленной пробы - менее 3 минут.

Автор(ы): Комарова Н.В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Изучены физико-химические характеристики и оптимизированы условия сорбции токсичных тяжелых металлов и органических соединений сорбентами на основе углеродных волокон и наночастиц с целью их концентрирования для последующего определения методами хроматографии, атомно-абсорбционного и рентгено-флуоресцентного анализа в природных и технологических водах.

Автор(ы): Майстренко В.Н., V_maystrenko@mail.ru

Башкирский государственный университет

Уфа

Методы анализа:

Сорбция; Атомно-абсорбционный анализ; Атомно-флуоресцентный анализ; Хроматографические методы

Продолжена разработка новых вариантов определения гидразинов методом жидкостной хроматографии. Предложены новые реагенты для дериватизации - глиоксаль и глиоксиловая кислота. На примере метил-, 1,1-диметил- и гидроксипропил- гидразинов показано, что в ходе реакции в условиях избытка реагента образуются с количественным выходом стабильные производные моногидразоновой структуры. Найдены условия предварительного сорбционного концентрирования гидразона НДМГ на картридже для ТФЭ Strata SDB-L с

сорбентом на основе сополимера стирола и дивинилбензола соответственно со степенью концентрирования

производного из пробы воды 50.

Разработаны методики определения НДМГ на уровне и ниже ПДК в водоемах рыбохозяйственного назначения и хозяйственно-бытового использования без концентрирования и с концентрированием соответственно.

Автор(ы): Шпигун О.А., shpigun@analyt.chem/msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Изучена сорбция рутения фосфорорганическими сорбентами (ФОР) из азотнокислых сред, в присутствии NaNO_3 .

Показано, что сорбент на основе ФОР может быть использован в хроматографическом выделении рутения из водных растворов вплоть до концентрации NaNO_3 2 моль/л, степень извлечения не ниже 87 %. Разработана методика пламенного атомно-абсорбционного спектрального (ААС) определения рутения в водах и растворах, содержащих высокоактивные отходы (ВАО) с использованием сорбции рутения фосфорорганическими сорбентами (ФОР). Методика позволяет определять рутений в ВАО в интервале концентраций от 1.0 до 40.0 мкг/мл, σ - 2 - 3%.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Сорбция; Атомно-абсорбционный анализ

Исследованы стабильность, распределение чувствительности потенциометрических сенсоров, аналитическим сигналом которых является потенциал Доннана (ПД-сенсоров), и ионоселективных электродов в многокомпонентных водных растворах, содержащих катионы лидокаина, новокаина, щелочных и щелочно-земельных металлов. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы для мониторинга сточных вод медицинских учреждений на содержание в них лидокаина и новокаина.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский ГУ

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Проведено исследование сезонного и годового изменения основных показателей качества воды (цветности и мутности). На основании выявленных закономерностей установлено наличие корреляции между этими параметрами и содержанием ионов железа и марганца в воде и разработан экономичный и экспрессный метод экомониторинга воды. Предложенный метод позволяет не только определять, но и прогнозировать содержание ионов тяжелых металлов в природной воде.

Автор(ы): Бабкина С.С., sofia-babkina@mail.ru

Московский государственный открытый университет

Москва

Методы анализа:

Спектральные методы

Предложен способ определения 17-ти гербицидов и их метаболитов в природных водах методом капиллярного зонного электрофореза с УФ-детектированием при 190 нм. Для извлечения пестицидов из воды использована дисперсионная жидкостно-жидкостной микроэкстракция трихлорметаном. Дополнительным внутрикапиллярным концентрированием обеспечена высокая чувствительность определения: пределы

определения пестицидов в воде с учетом off- и on-line концентрирования составили 0,5-3,0 мкг/л.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы; Экстракция

С использованием методов спектрофотометрии, высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) и хромато-масс-спектрометрии (ХМС) исследована структура (компонентный состав) фенольного индекса – одного из важнейших показателей качества воды. Методом ХМС идентифицированы фенольные соединения в сточных водах химических и нефтехимических предприятий РБ. Установлено, что доля собственно фенола (гидроксibenзола) в составе фенольного индекса варьирует от 3 до 72 %. Показано, что стандартная методика определения фенольного индекса, широко используемая при проведении мониторинга и государственного контроля, основанная на реакции взаимодействия фенолов с 4-аминоантипирином, не позволяет корректно оценить степень фенольного загрязнения сточных и природных вод. Научная новизна проведенного исследования заключается в предложенной методике определения вклада индивидуальных фенольных соединений в значение фенольного индекса, а также в разработке практически важной методики отдельного определения 9 фенолов методом ВЭЖХ с электрохимическим детектором в природных и сточных водах.

Автор(ы): Сафарова В.И., ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Методы анализа:

Спектрофотометрия; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Хромато-масс-спектрометрия

Предложен способ микроэкстракционного концентрирования эфиров о-фталевой кислоты и галогенорганических веществ в воде с ультразвуковым диспергированием экстрагента. Показаны преимущества разработанного способа по сравнению с капельной микроэкстракцией и экстракцией с диспергированием экстрагента вспомогательным компонентом. Капиллярный сбор экстракта упрощает отбор экстракта, имеющего меньшую, чем у воды плотность, и устраняет его потери, связанные с испарением. Применение предложенного способа позволило достигнуть пределов обнаружения аналитов 10⁻⁵ – 5·10⁻⁷ мг/л.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Нижегородский ГУ совместно с Институтом химии высокочистых веществ РАН

Нижний Новгород

Методы анализа:

Экстракция

Исследована возможность использования самоорганизующихся коллоидных наноструктур для концентрирования полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) из разбавленных водных растворов. Установлено, что образованные супрамолекулярные структуры обладают определенной анизотропией, а именно, неодинаково поглощают компоненты поляризованной флуоресценции сольубилизованных молекул ПАУ. Обнаруженное явление предполагается использовать для селективного определения ПАУ в смеси.

Автор(ы): Зуев Б.К. zubor@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Методы анализа:

Наноаналитика

В целях расширения методической базы экологического мониторинга водных объектов разработана методика определения летучих органических соединений в донных отложениях методом хромато-масс-спектрометрии в сочетании со статическим парофазным анализом. Методика позволяет определять более 50 компонентов из

одной пробы со следующими метрологическими характеристиками: повторяемость 0,13-0,19; воспроизводимость 0,21-0,28; правильность 14-18%, точность 44-60%.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)
Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан
Уфа

Методы анализа:
Хромато-масс-спектрометрия

Предложены методики определения полярных пестицидов в поверхностных и грунтовых водах после концентрирования их методом дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции и твердофазной экстракции на концентрирующих патронах Oasis® HLB 3cc/60 mg. Степень извлечения пестицидов составила 44-118 %. Выбраны оптимальные условия разделения и определения методом мицеллярной электрокинетической хроматографии пестицидов следующих классов: арилоксикарбоновых кислот, сим-триазинов, триазинонов, хлорацетамидов, производных мочевины, неоникотиноидов, карбаматов, триазолов, дитиокарбаматов, имидазолов, бензимидазолов, фосфорорганических соединений. Нижние границы определяемых содержаний пестицидов в воде с учетом концентрирования составили 0,5-20 мкг/л. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 10 %.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru
ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)
Владимир

Методы анализа:
Капиллярный электрофорез и близкие методы; Экстракция

Синтезированы новые шитые сорбенты на основе N-винилпролидона или N-винилкапролактама (функциональные мономеры, ФМ) и сшивающего агента (этиленгликольдиметакрилат, СА) при различных соотношениях ФМ и СА. Обоснован выбор полученных сорбентов для статической и динамической сорбции фенола, крезолов, нитрофенолов, нафтолов, карбарила, 2-хлор- и 2,4-дихлорфенолов, фенксиуксусной кислоты из водных сред (питьевые и прудовые воды). Установлены термодинамические параметры сорбции, интерпретирован механизм извлечения

Автор(ы): Суханов П.Т. pavel.suhanov@mail.ru . Чурилина Е.В. cdv2311@yandex.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), Воронежский государственный университет (ВГУ)

Воронеж
Методы анализа:
Сорбция

Разработана методика определения 0,3-20 мкг/л 11 гербицидов производных мочевины в воде методом ВЭЖХ с детектированием диодной матрицей при 240 нм. Для извлечения гербицидов из воды применена жидкостно-жидкостная микроэкстракция дихлорметаном с диспергированием его ультразвуком. Степени извлечения пестицидов составили 53 – 98 %, коэффициенты концентрирования 78 - 160. Продолжительность анализа составила около 1 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,06.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru
ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)
Владимир

Методы анализа:
Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Экстракция

+Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

Методом ГХ/МС идентифицированы и количественно определены в объектах окружающей среды Байкальской природной территории (поверхностные воды, донные отложения, мягкие ткани моллюсков, печень и внутренности рыб) следующие СОЗ: ПХБ, изомеры ГХЦГ, ДДЕ и его метаболиты, ГХБ, ПАУ. Выявлены некоторые закономерности поступления, распределения и аккумуляции СОЗ в экосистеме "река Селенга-дельта-озеро Байкал", идентифицированы возможные источники и пути поступления СОЗ в озеро Байкал. Для использованных биоиндикаторов рассчитаны коэффициенты биоконцентрации, сорбции и биоаккумуляции.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии СО РАН, Байкальский институт природопользования СО РАН
Новосибирск, Улан-Удэ

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия; Газовая хроматография

+Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.);+Природный газ, нефть и нефтепродукты

Разработана методика определения перренат-иона в технологических и природных объектах (растворах подземного выщелачивания) методом вольтамперометрии на границе раздела фаз электролит/электролит с применением амперометрических ионоселективных электродов.

Предложена вольтамперометрическая методика определения перхлорат-ионов в почвенных вытяжках, полученных с помощью ядерных (трековых)

фильтров. Изучено мешающее влияние нитрат-ионов и гуминовых веществ.

Продемонстрирована возможность вольтамперометрического определения катионов полигуанидиния, основы биоцидных препаратов Экосепт, Полисепт. Биопаг-Д, перспективных для применения в нефтегазовом комплексе и для обеззараживания сточных вод.

Для регистрации электрохимических сигналов использована современная микропроцессорная аппаратура отечественного производства и оригинальная ячейка.

Автор(ы): Зайцев Н.К., Ловчиновский И.Ю.

Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова
Москва

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

+Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.);+Другие объекты анализа

Разработан принцип синтеза нанокомпозитов с ионообменными свойствами и получены новые высокоэффективные аналитические колонки для катионной хроматографии НАКАТЕКС. Принцип получения таких сорбентов достаточно универсален и позволяет получить разделяющие ионообменники для ионной хроматографии с различными свойствами. Разработаны высокоселективные и чувствительные способы определения сложных ионных смесей, в том числе, смесей катионов первой группы и аммония, катионов второй группы на колонке НАКАТЕКС. На базе разработанных сорбентов и методик для метода ионной хроматографии проводились систематические исследования ионного состава природных образцов, таких как: поверхностные воды, осадки, конденсаты вулканических газов и т.п.

Автор(ы): Долгонос А.М. amdolgo@mail.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва

Методы анализа:

Общие вопросы хроматографических методов анализа; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

+Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Проведено измерение изотопического состава UF₆. Проведено измерение изотопического состава H₂O в Московской области. Обнаружена региональная зависимость изотопического состава воды.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

Установлена возможность оценки физиологической активности гуминовых кислот методом ЯМР ²H, анализируя форму контуров спектральных линий, характеризующую обменные процессы и степень распределения ²H по активным центрам, что позволит оценивать ростовую активность гуминовых кислот без проведения трудоемких полевых испытаний.

Автор(ы): Кушнарев Д.Ф. aciu@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет

Иркутск

Методы анализа:

Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

При анализе почв города Улаанбаатар (Монголия) проведено сравнение аналитических возможностей атомно-эмиссионных, атомно-абсорбционных и рентгенофлуоресцентной методик определения валовых содержаний токсичных и биофильных элементов и их подвижных форм в аммонийно-ацетатных вытяжках. Полученные данные сопоставимы между собой и свидетельствует о корректных условиях выполнения аналитических процедур.

Предложен рациональный комплекс аналитических методик для определения в почвах валовых содержаний 36 элементов и их подвижных форм с нижними границами менее кларков и ПДК. Комплекс обеспечивает снижение экономических затрат при проведении экогеохимических работ за счёт использования прямых методик атомно-эмиссионного, атомно-абсорбционного и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Выполнена оценка регионального геохимического фона токсичных и биофильных элементов по пробам почв, отобранных в заповеднике Богд-Уул (Монголия).

Автор(ы): Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ; Атомно-абсорбционный анализ

Проведено сравнительное изучение фракционирования форм тяжелых металлов, а также мышьяка, сурьмы и селена в почвах, илах и донных отложениях с использованием двух систем динамического экстрагирования – вращающихся спиральных колонок (ВСК), в которых твердый измельченный образец удерживается под действием центробежных сил, и упакованных образцом конусовидных и цилиндрических микроколонок (МК) с мембранными фильтрами. Для фракционирования форм меди, цинка, свинца и кадмия применяли разработанную авторами схему экстрагирования. При фракционировании мышьяка и сурьмы (существующих в анионных формах), и селена (присутствующего в почвах и илах в катионной, анионных и элементарной формах) использовали последовательности выщелачивающих реагентов, выбранные на основании литературных данных о селективности реагентов по отношению к растворяемым компонентам (фазам) образца. Найдена взаимосвязь между результатами фракционирования форм элементов, некоторыми физико-химическими свойствами почв, илов и донных отложений и особенностями перемешивания образца и элюента в ВСК и МК. Показано, что ВСК

обеспечивают более эффективное, по сравнению с МК, извлечение наиболее подвижных (экологически значимых) форм мышьяка, сурьмы и селена из образцов, богатых органическим веществом. Однако в большинстве случаев, несмотря на разную эффективность извлечения отдельных фракций, ВСК и МК позволяют получить сопоставимые диаграммы распределения экстрагируемых форм элементов. Сделана оценка влияния скорости потока элюента на процессы динамического экстрагирования тяжелых металлов, мышьяка и сурьмы в ВСК и МК. Показано, что низкая скорость потока (1-1.5 мл/мин) является предпочтительной, поскольку дает возможность устранить наиболее заметные противоречия между результатами экстрагирования в ВСК и МК, а также более корректно определить содержание подвижных (доступных) форм элементов. Сформулированы некоторые рекомендации по практическому применению методов динамического фракционирования различных по физико-химической подвижности и потенциальной биологической доступности форм элементов в почвах, илах и донных отложениях.

Автор(ы): Федотов П.С. fedotov_ps@mail.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Методы анализа:

Аналитические приборы; Экстракция

Выбраны оптимальные условия разделения и одновременного определения методом мицеллярной электрокинетической хроматографии пестицидов следующих классов: феноксикарбоновых кислот, сим-триазинов, триазинонов, хлорацетамидов, производных мочевины, неоникотиноидов, карбаматов, триазолов, имидазолов, бензимидазолов, фосфорорганических соединений. Предложен способ определения 27-ми полярных пестицидов в почве с использованием пробоподготовки QuEChERS. Степень извлечения пестицидов составила от 31 до 104 %. Нижние границы определяемых содержаний пестицидов в почве с учетом концентрирования составили 0,01-0,4 мг/кг. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,1.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы; Экстракция

Методом ГХ/МС определено содержание 19 ПАУ, из которых 8 являются канцерогенными, в образцах снега крупнейших промышленных центров Западной Сибири (гг. Новосибирск, Искитим, Кемерово, Барнаул, Томск) в зонах интенсивного техногенного загрязнения (автомагистрали, предприятия теплоэнергетики, коксохимической, угольной, химической, металлургической и горнорудной промышленности).

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии СО РАН, Байкальский институт природопользования СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Масс-спектрометрия; Газовая хроматография

+Воздух

Проведен цикл измерений органических и неорганических загрязнителей в атмосфере Москвы в зимний период. С этой целью отбирались керны снега вблизи различных участков МКАД. Керны выдерживались при комнатной температуре в течение суток, талая вода фильтровалась и анализировалась методом ИСП-МС (элементный состав) и молекулярным МС (органические загрязнители). Выявлены органические и неорганические токсиканты, содержание которых превышает ПДК.

Автор(ы): МА.Большов, А.Т.Лебедев mbolshov@mail.ru mocehops@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Предложен подход, позволяющий значительно повысить достоверность идентификации следовых количеств органических соединений при использовании метода ГХ/МС(ЭИ). В основе подхода лежит выбор наиболее вероятного кандидата с помощью баз данных масс-спектров ЭИ (и индексов удерживания) и последующем сопоставлении экспериментальных масс-спектров неизвестного и предполагаемого соединений (зарегистрированных при одних и тех же условиях) с помощью метода главных компонент и t-критерия Стьюдента.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Газовая хроматография

Совместно с учеными фирмы IBM (Швейцария), университета Тромсё (Норвегия) и университета Aberdeen (Великобритания) предложен принципиально новый метод установления структуры органических молекул. Совместно применены атомно-силовая микроскопия, экспертная система StructureElucidator, основанная на использовании одномерных и двумерных спектров ЯМР, и квантовохимические методы расчета геометрии и ^{13}C и ^1H ЯМР химических сдвигов. Новый метод предназначен для идентификации плоских протон-дефицитных соединений, для которых спектральные методы дают ограниченную структурную информацию. Работоспособность предложенного метода подтверждена на примере идентификации природных соединений с беспрецедентной структурой, выделенных из позвоночных, обитающих в водах Арктики. (Angew.Chem.Int.Ed., 122312241)

Автор(ы): Эляшберг М.Е. mikhail.elyashberg@gmail.com

Advanced Chemistry Development

Москва

Методы анализа:

Методы обнаружения и идентификации; Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР); Хемометрика, математизация химического анализа

Определены оптимальные условия физико-химической обработки растительных остатков для ускорения процесса их гумификации, позволяющие сократить время проведения процесса до 20 мин: оптимальный температурный диапазон - (145-155)°C, добавление катализаторов позволяет снизить температуру до 120°C. В качестве катализаторов могут применяться оксиды металлов (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3). Изучены закономерности изменения содержания гумусовых веществ в почве при ремедиации нефтезагрязненных земель, Установлено, что при попадании нефти в почву происходят разнонаправленные процессы воздействия на гуминовые и фульвокислоты, содержащиеся в почве. Количество первых сначала уменьшается на 80-83 %, а затем постепенно возрастает до первоначального уровня. Содержание фульвокислот за первый год наблюдения увеличивается на 50-55 %, а после 5 лет их количество в почве возрастает ещё на 10 % по сравнению с контрольным образцом. Идентификация гумусовых соединений, полученных при термокаталитической трансформации растительных остатков и микробиологической переработке компонентов нефти физико-химическими методами анализа, в том числе определение элементного состава, ИК-спектроскопия, электрофорез в полиакриламидном геле и капиллярный электрофорез, подтвердили близкую природу полученных при трансформации соединений нефти и растительных остатков гумусовых веществ и почвенных аналогов. Установлена эффективность применения

полученных гуминовых кислот для экстракции ионов тяжелых металлов из водных растворов. Достижимые значения степени извлечения ионов тяжелых металлов из водной фазы – 95% (Zn^{2+} , pH-8,23).

Автор(ы): Дегтев М.И., anchem@psu.ru

Пермский государственный национальный исследовательский университет

Пермь

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы; Инфракрасная и КР-спектроскопия; Элементный анализ органических соединений

Создана специальная установка и отработана техника отбора проб в инертном газе (азоте) неустойчивых на воздухе твердых и жидких ЭОС и полимеров для их последующего взвешивания на ультрамикровесах и автоматического CHN- и CHNS-анализа.

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Методы анализа:

Пробоотбор

Разработана новая методика определения примесей элементов в чистых органических веществах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с ионизацией в индуктивно-связанной плазме.

Автор(ы): Конопелько Л.А., lkonop@b10.vniim.ru

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Атомно-эмиссионный анализ

Показана возможность применения различных хемометрических методов для анализа спектроскопических данных в ИК диапазоне (4000-500 см⁻¹). Метод независимых компонент (алгоритмы MILCA, SNICA, SIMPLISMA, JADE, RADICAL, FastICA) применен для выделения спектров индивидуальных компонентов ($R=0.81-1.00$) и последующего количественного анализа ($\sigma_{\text{амар}}=0.01-0.17$, отн. погрешность до 15%) смоделированных и реальных смесей органических соединений (до 6 компонентов). С помощью метода

главных компонент (МГК) решены классификационные задачи в отношении пленок изотактического полипропилена в клейких лентах, что позволяет идентифицировать объекты по их ИК спектрам.

Автор(ы): Муштакова С.П., mushtakovasp@info.sg.ru

Саоатовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Инфракрасная и КР-спектроскопия

Разработаны системы на основе вольтамперометрического «электронного языка» для экспресс-идентификации плохо проводящих многокомпонентных растворов с использованием трубчатых и угольно-пастовых электродов, изучены электрохимические характеристики предложенных устройств, оптимизированы условия измерений при контроле качества и идентификации состава реальных объектов (моторные масла, спиртосодержащие жидкости и др.) в статических и динамических условиях.

Автор(ы): Майстренко В.Н., V_maystrenko@mail.ru

Башкирский государственный университет

Уфа

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография;#57;#Хемометрика, математизация химического анализа

Выявлено влияние природы подвижной фазы (растворитель, рН, содержание воды) на селективность разделения 5,7-динитробензофуразановых производных аминсоединений обращено-фазовой ВЭЖХ.

Автор(ы): М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Я.Р. Валитова

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Разработана система для определения и разделения жирных кислот (ЖК) методом нормально-фазовой тонкослойной хроматографии (НФ ТСХ). Оптимизированы условия хроматографического разделения смеси ЖК с учетом адсорбционных моделей удерживания. Изучено влияние количественного состава, рН водно-ацетонитрильных элюентов на удерживание ЖК в НФ варианте ТСХ. Определена оптимальная форма пластин для разделения фосфолипидного концентрата (ФЛК), рассчитаны термодинамические и кинетические параметры разделения.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Тонкослойная хроматография

Успешно проведен элементный анализ новых комплексов рения (III) с фторированными β-дикетонами состава $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{ClRe}$ с использованием нескольких аналитических методов (автоматический анализ, титриметрия, спектрофотометрия).

Автор(ы): Буяновская А.Г. analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Методы анализа:

Элементный анализ органических соединений; Титриметрия; Спектрофотометрия

Разработаны методики элементного анализа ряда трудно анализируемых объектов (мочевины, содержащей ^{13}C ; твердых и жидких кремнийорганических олигомеров – олигодиэтилсилоксандиолов; перфторированных соединениях – новых двухпалубных сэндвичевых комплексах трехртутного антикрауна ($\text{o-C}_6\text{F}_4\text{Hg}$)₃; производных перфторалкилтриметоксиборатов; кремнийорганических полимеров, содержащих CuS , и др.).

Автор(ы): Буяновская А.Г. analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Методы анализа:

Элементный анализ органических соединений

Изучена возможность применения расчета дескрипторов для прогнозирования температуры вспышки альдегидов, сложных эфиров и карбоновых кислот. Выбор указанных веществ обусловлен их использованием в производстве строительных материалов, фармацевтических и лекарственных препаратов. Для выбранных соединений рассчитаны дескрипторы, характеризующие особенности топологии (индексы Винера и Рандича) и геометрии (площадь поверхности молекулы и гравитационные индексы) молекул; проанализирован характер их изменения в зависимости от пожароопасных свойств. Получены аппроксимационные уравнения для расчета

температуры вспышки предельных альдегидов, алкилацетатов, ароматических карбоновых кислот и ароматических сложных эфиров. Апробация уравнений представлена на примере расчета температуры вспышки ароматических сложных эфиров и ароматических карбоновых кислот, не вошедших в выборку. Относительное отклонение расчетных значений от справочных не превышает 10 %. Полученные уравнения можно применять для прогнозирования температуры вспышки органических кислородсодержащих соединений.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru Калач А.В. avkalach@gmail.com
Воронежский государственный университет (ВГУ); Воронежский институт Государственной противопожарной службы МЧС России (ВИГППС МЧС)

Воронеж

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа

Разработаны спектрофотометрические методики определения селена в селеноорганических веществах с применением нового реагента – 1,2-диамино-3,4,5,6-тетрафторбензола (АФБ) и известного – 2,3-диаминонафталина (ДАН). Селеноорганические вещества сжигали в колбе, наполненной кислородом, с использованием 0,1 М раствора HCl в качестве поглотительного раствора для продуктов сгорания, в результате селен количественно переходит в форму Se(IV). С применением реагентов АФБ и ДАН селен переводится в пиасоселенолы, которые экстрагируются толуолом, после чего измеряется светопоглощение экстрактов. Градуировочные графики линейны в диапазоне концентраций селена 1-10,6 мг/л (для определения с АФБ) и 1-9,1 мг/л (для определения с ДАН). Такие элементы, как азот, хлор, бром, фтор, сера, присутствующие в селеноорганических соединениях, не мешают определению. Относительная погрешность определения не превышает $\pm 2\%$.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru
Новосибирский институт органической химии СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Спектрофотометрия

Разработаны селективные сенсоры на легколетучие алкиламины С1-С3: Селективное полимерное покрытие на основе ПДЭГС предложено для суммарного определения азотсодержащих органических соединений и аммиака; комплексное покрытие на основе МУНТ/AZr – для высокоселективного определения ТЭА/аммиака в присутствии воды.

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Применен метод матрично-активированной лазерной десорбции/ионизации (МАЛДИ) с времяпролетным масс-анализатором для оценки основных потребительских свойств пластификатора С-3 на основе олигомеров полиметиленафталинсульфоновых кислот путем определения молекулярно-массового распределения. Найдены оптимальные условия определения молекулярно-массового распределения: матрица – α -циано-4-гидроксикоричная кислота, допант – нитрат цезия. Представлены результаты определения молекулярно-массового распределения промышленных образцов смеси олигомеров полиметиленафталинсульфоновых кислот, а также результаты оценки их потребительских свойств (использование в качестве пластификатора материалов на основе портландцемента). Показана возможность предварительной оценки свойств продукта по параметрам молекулярно-массового распределения.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru
Владимирский государственный университет им. А.Г. и Н.Г. Столетовых
Владимир
Методы анализа:
Масс-спектрометрия

Найдены оптимальные условия сверхкритической флюидной экстракции пестицидов из волос. Комбинированный метод, включающий извлечение пестицидов и ГХ/МС определение, применен для анализа волос вьетнамцев, проживающих в различных регионах (в Казани и во Вьетнаме).

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru Le Phuoc (Cuong, M.I. Evgen'ev, F.M. Gumerov)
Казанский национальный исследовательский технологический университет
Казань
Методы анализа:
Экстракция

Изучены ИК-спектры ряда перспективных анионообменных материалов до и после сорбции альдегидов из водных растворов, на основе которых выявлены структурные изменения в полимерах, обусловленные протеканием хемосорбционных процессов. Экспериментально установлено, что при поглощении альдегидов анионообменниками с первичными аминогруппами в структуре сорбента происходит образование иминов за счет реакции нуклеофильного присоединения карбонильной группы к первичному амину.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru
Воронежский государственный университет
Воронеж
Методы анализа:
Инфракрасная и КР-спектроскопия

Продолжены работы по капиллярной хроматодистиляции для концентрирования следов органических соединений из органических растворов и последующего определения всего концентрата этих веществ методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru
Московский государственный университет
Москва
Методы анализа:
Другие методы разделения и концентрирования

Установлено влияние природы аминокислот на эффективность их пассивного хемосорбционного концентрирования.

Автор(ы): М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Н.Г. Николаева
Казанский национальный исследовательский технологический университет
Казань
Методы анализа:
Сорбция

Разработаны методы дериватизации гидроксил-, карбоксил- и аминокислотных аналитов (пестициды, полиалкиленгликоли, алкоксилаты) силилирующими и ацилирующими агентами для последующего исследования методами масс-спектрометрии МАЛДИ и DART. Проведено сравнительное исследование условий регистрации масс-спектров (способ пробоподготовки, использованные растворители, энергия излучения лазера) для установления числа функциональных групп. Впервые обнаружен «матричный» эффект в условиях МАЛДИ, заключающийся в переносе силилирующей защиты с молекул дериватизованного аналита на молекулы матриц с карбоксильными группами.

Автор(ы): Заикин В.Г. zaikin@ips.ac.ru
Институт нефтехимического синтеза РАН
Москва
Методы анализа:
Масс-спектрометрия

Изучено электроокисление алифатических спиртов, содержащих одну или две гидроксильные группы, на электроде из стеклоуглерода (СУ), модифицированного органическими полимерными пленками из тетрасульфоталоцианина никеля (II) (poly-NiTsPc), циклама никеля (poly-NiCyclam), а также с осадком Ni(OH)₂. Среди рассматриваемых модификаторов наибольшая электрокаталитическая активность по отношению к окислению этанола наблюдается на ХМЭ с пленкой из poly-NiCyclam и осадком Ni(OH)₂. Пропанол, бутанол и диэтиленгликоль, также как и этанол, окисляются на рассматриваемых ХМЭ по медиаторному механизму. С увеличением длины алкильного радикала в молекуле спирта увеличивается величина каталитического эффекта и каталитического тока. Каталитические эффекты, наблюдаемые при окислении пропанола-2 и бутанола на ХМЭ с полимерными пленками и осадком Ni(OH)₂, сопоставимы. При окислении диэтиленгликоля на ХМЭ наибольшее значение каталитического эффекта получено на электроде с пленкой poly-NiTsPc. Предложен механизм и рассчитаны кинетические параметры каталитического электроокисления спиртов. Найдены условия получения пленок из poly-NiTsPc и poly-NiCyclam, а также осадка Ni(OH)₂, при которых регистрируются максимальные каталитические эффекты. Разработаны способы вольтамперометрического определения рассматриваемых одно- и многоатомных спиртов на модифицированных электродах. Нижняя граница определяемых содержаний составляет 5·10⁻⁵ М для этанола, пропанола-2, бутанола на электроде poly-NiCyclam-СУ и 1·10⁻⁵ М для диэтиленгликоля на электроде poly-NiTsPc-СУ.

Автор(ы): Gennady.Evtugyn@ksu.ru
Казанский федеральный университет
Казань
Методы анализа:
Вольтамперометрия и полярография

Изучено фазовое разделение в системе ОП-10 – H₂O при температуре помутнения. Получены фазовые диаграммы в области аналитических концентраций ОП-10, применяемых для мицеллярной экстракции. Оценено содержание воды в выделенной мицеллярной фазе методом Фишера. Показана возможность экстрагирования мицеллярной фазой ОП-10 красителей бромфенолового синего и азорубина. рН-модифицированная система ОП-10 – катионный ПАВ предложена для эффективного концентрирования анионных форм азокрасителей – продуктов азосочетания моно- и двухатомных фенолов с 4-нитроанилином при температуре 20 - 25оС. Найдены условия для количественного цветометрического определения резорцина в фармпрепаратах на уровне долей ПДК с погрешностью не превышающей (5-9)%

Автор(ы): Чернова Р.К., Доронин С.Ю. Doroninsu@mail.ru
Саратовский государственный университет
Саратов
Методы анализа:
Экстракция

Изучена твердофазная экстракция гидроксиароматических соединений (фенола, п-нитрофенола) эластичным, жестким пенополиуретанами и отходами целлюлозы. Показана возможность повышения степени концентрирования и степени извлечения фенолов вследствие модификации ППУ и целлюлозы растворами ПЭГ-20000 и Tween-40 в хлороформе.

Автор(ы): Харитоновна Л.А. analitikavgta@mail.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)
Воронеж
Методы анализа:
Экстракция

Продолжена работа по установлению структуры новых органических соединений с помощью экспертной системы StructureElucidator. Показано, что компьютерные методы извлечения структурной информации существенно расширяют возможности ЯМР спектроскопии. Несмотря на существующее мнение о невозможности установления структуры двух новых органических молекул методами ЯМР, введение спектральных данных (1D и 2D ЯМР спектры) в систему StructureElucidator позволило быстро (13 мин и 0.7 сек) и однозначно установить их структуры. Использование той же системы позволило пересмотреть структуру молекул природного соединения Asprejinone. Правильность новой структуры подтвердил подструктурный поиск в базе, содержащей 425 000 структур и их спектры ЯМР. Ошибочность первоначальной структуры однозначно доказана с помощью экспертной системы без применения дополнительных экспериментов. Начата работа над книгой по установлению структуры органических соединений с помощью экспертной системы StructureElucidator, адресованной аспирантам, продвинутым студентам-химикам, научным работникам. Издание книги намечено на 2013 г

Автор(ы): Эляшберг М.Е. mikhail.elyashberg@gmail.com

Advanced Chemistry Development

Москва

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа;#45;#Методы обнаружения и идентификации;Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Продолжено изучение применимости хемометрических алгоритмов для исследования равновесий в растворах комплексных соединений. Показано, что применение метода множественной линейной регрессии (МЛР, вариант не прямой градуировки) для обработки данных, полученных в широком интервале длин волн спектрофотометрическим методом, позволяет повысить точность определения условных констант устойчивости по сравнению с традиционными методами. Это объясняется отказом от субъективного выбора единичной длины волны, снижением влияния состава модельных смесей и релятивизацией систематических погрешностей. Предложен и проверен на хорошо известных комплексных соединениях новый алгоритм вычисления констант устойчивости. Алгоритм использован для изучения комплексообразования в водных растворах, содержащих пиридилазонафтол и ионы тяжелых металлов.

Автор(ы): Власова И.В. vlaso-iri@yandex.ru

Омский государственный университет

Омск

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Спектрофотометрия

+Другие объекты анализа

Разработана методика разделения и идентификации триарилметановых, нафтилдифенилметановых, ксантеновых, тиазиновых красителей методом жидкостной хромато-масс-спектрометрии. На примере исследования 32 образцов синих и 11- черных чернил шариковых ручек показана эффективность получения информации об их составе методом ВЭЖХ-ДМД-МС, а комбинация масс-спектрометрии и спектрофотометрического детектирования обеспечивает надежную идентификацию компонентов и высокую чувствительность определения красителей. Предложена методика флуориметрического определения растворителей, наиболее распространенными из которых являются 2-феноксизтанол (в 95% образцов) и бензиловый спирт (в 83% образцов), в чернилах и экстрактах из шариковых ручек. Подобраны оптимальные параметры их детектирования (длина волны возбуждения (255нм) и эмиссии для 2-феноксизтанолола - 297нм и бензинового спирта - 284 нм), обеспечивающие максимальную чувствительность их определения. Предложена аналитическая схема идентификации и определения основных окрашенных (красители триарилметанового и ксантенового ряда) и минорных компонентов, а также растворителей, входящих в составы чернил для шариковых ручек. Схема апробирована при анализе экстрактов черных и синих чернил различных производителей.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Киселева Н.В.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия; Спектрофотометрия

Пищевые продукты и корма

Пищевые продукты и корма

Разработан и изготовлен опытный образец прибора для определения суммарного и покомпонентного содержания антиоксидантов в пищевых продуктах. Прибор представляет собой гибридный портативный жидкостный хроматограф и проточно-инжекционную систему с амперометрическим детектированием. Аналогов прибора нет. Способ определения защищен патентом: Яшин Я.И., Яшин А.Я., Рыжнев В.Ю. Способ экспрессного определения антиоксидантов в пищевых продуктах. Патент на изобретение №2468364. Зарегистрирован 27.11.2012. Приоритет 14.03.2011

Автор(ы): Яшин Я.И., yashinchrom@mail.ru

НТЦ "Хроматография НПО "Химавтоматика"

Москва

Методы анализа:

Аналитические приборы; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

На основе прибора ЦветЯуза-01-АА вышли с 1.01.2012 ГОСТы: Продукты пищевые. Определение содержания водорастворимых антиоксидантов амперометрическим методом в овощах, фруктах, продуктах их переработки, алкогольных и безалкогольных напитках; Продукты пищевые. Определение содержания водорастворимых антиоксидантов в клубнях картофеля амперометрическим методом.

Автор(ы):

НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"

Москва

Методы анализа:

Метрология. Стандартные образцы состава

Методом главных компонент получена модель, позволяющая проверять подлинность вина по результатам пьезокварцевого микровзвешивания

Автор(ы): Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru Лисицкая Р.П. lisitskaya_raisa@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа

Разработан и изготовлен опытный образец прибора для определения суммы антиоксидантов и суммы антоцианов в пищевых продуктах. Антоцианы (антоцианидины и антоцианины) – это природные красители, присутствующие в основном в окрашенных ягодах, фруктах и овощах. Выявлен 21 тип антоцианидинов (агликонов без сахарных заместителей), широко распространены 6 типов (цианидин, пеларгонидин, дельфинидин, пеонидин, петунидин, мальвидин). Антоцианины имеют в составе сахарные заместители (остатки): ксилозу, арабинозу, галактозу и глюкозу. Из растений выделено свыше 600 разных антоцианинов. Во всем мире к антоцианам как природным красителям проявляется высокий интерес. Многие производители пищевых продуктов стремятся заменить искусственные красители, зачастую вредные для здоровья, на полезные натуральные. Мировое производство антоцианов оценивается в 10 млрд. долларов в год. В связи с этим высокая необходимость обеспечения аналитического контроля антоцианов в процессе их выделения и производства.

Прибор для определения суммарного содержания антоцианов создан на базе «ЦветЯуза-01-АА», в котором последовательно установлены фотометрический и амперометрический детекторы (фотометрический на 7 длин

волн в диапазоне 450 – 550 нм, область поглощения основных антоцианов). По отношению сигналов на разных длинах волн можно достоверно идентифицировать происхождение антоцианов в разных БАДах и пищевых продуктах. Особенно это актуально для многих БАДов на основе черники разных производителей.

Получен патент: Яшин Я.И., Яшин А.Я., Рыжнев В.Ю., Пепеляев С.Г. Способ определения суммарного содержания антиоксидантов и суммарного содержания антоцианов в пищевых продуктах и напитках. Патент на изобретение №2471181. зарегистрирован 27.12.2012. Приоритет 20.06.2011. Опубликовано 27.12.2012. Бюл.№36.

Автор(ы): Яшин Я.И., yashinchrom@mail.ru

НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"

Москва

Методы анализа:

Аналитические приборы; Хроматографические методы

Выявлены основные факторы, определяющие систематическую погрешность спектроскопической оценки суммарного содержания антиоксидантов в пищевых продуктах (разная чувствительность определения индивидуальных антиоксидантов, неаддитивность светопоглощения смесей). Разработан алгоритм прогнозирования систематических погрешностей, вызванных разной чувствительностью определения аналитов при оценке их суммарных содержаний в пересчете на стандартное вещество. Установлено, что при оценке содержания антиоксидантов эти погрешности связаны с различиями в стехиометрии и скорости окисления индивидуальных соединений. Точность оценки значительно повышается при выражении суммарного содержания антиоксидантов в моль-экв/дм³, а также при теоретически обоснованном выборе стандартного вещества. Показано, что при оценке суммарного содержания антиоксидантов по методу FRAP отклонения от аддитивности вызываются конкурентным замедлением параллельно протекающих редокс-реакций, для повышения точности анализа в этих случаях следует увеличивать избыток окислителя. Значения АОА, найденные после исключения вышеуказанных систематических погрешностей, достоверно коррелируют с другими показателями состава и качества тех же продуктов. В частности, выявлена достоверная линейная корреляция величины АОА с общим содержанием фенольных соединений по Фолину-Чиокальтеу, содержанием антоцианов, флавоноидов и другими частными показателями состава, а также с оценками АОА, полученными другими известными методами.

Автор(ы): Цюпко Т.Г., tsytko@kubsu.ru

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Метрология. Стандартные образцы состава

Исследовано влияние степени свежести пива, а также концентрации сухого молока в восстановленном молоке на величину отклика, стабильность и чувствительность ПД-сенсоров на основе перфторированных сульфокатионообменных мембран в различных ионных формах, а также ионоселективных электродов. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы для контроля степени свежести пива и качества восстановленного молока.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Хеометрические алгоритмы применены для определения антиоксидантной емкости виноградных вин

Автор(ы): Султанова Г. Е., Умарова Н. Н., Герасимов М. К., Евгеньев М.И. evgenev@ksu.ru

Казанский государственный технологический университет

Казань

Методы анализа:

Хеометрика, математизация химического анализа

Разработана и метрологически аттестована методика определения карбендазима в винограде, citrusовых фруктах и соковой продукции на их основе. Метод измерений основан на извлечении карбендазима из проб хлористым метилом, дальнейшем количественном определении с использованием капиллярного зонного электрофореза. Предложен ведущий электролит на основе фосфатного буфера (рН 2,5) с ТВИН 20, для детектирования по собственному поглощению выбрана длина волны 200 нм. Диапазон измеряемых значений массовой доли карбендазима составляет 0,01-5,0 мг/кг. Методика предложена для целей контроля качества соответствующей пищевой продукции, не имеет аналогов в мире. Методика продолжает серию решений, разработанных для лабораторий аналитической службы в области контроля качества соковой продукции с использованием метода капиллярного электрофореза.

Автор(ы): Комарова Н. В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Разработана и метрологически аттестована методика определения общего диоксида серы (в форме сульфит-ионов) в винодельческой и пивоваренной продукции с использованием метода капиллярного электрофореза. Для КЭ определения сульфита с косвенным детектированием при 254 или 374 нм предложен ведущий электролит на основе хромата и триэтиламина. Подобранные условия разделения не требуют перевода сульфит-ионов в более стабильные формы - сульфаты или гидроксиметансульфоновою кислоту, что позволяет значительно упростить подготовку пробы. После щелочного гидролиза связанных форм диоксида серы в течение 15 мин и разбавления пробу используют для анализа без дополнительных операций, анализ подготовленной пробы занимает менее 3 мин. Диапазон измеряемых значений массовой концентрации общего диоксида серы составляет 5,0 - 1000 мг/л. Неорганические анионы (хлорид-, сульфат-, нитрат-, нитрит-, фторид-, фосфат-, карбонат-ионы) и органические кислоты (уксусная, винная, яблочная, лимонная и др.) в концентрациях, характерных для данного типа проб не мешают определению. Полученные результаты сопоставлены с референтными отечественными и международными методами. Методика предложена для целей контроля качества винодельческой и пивоваренной продукции. Содержание общего диоксида серы в винодельческой и пивоваренной продукции регламентируется нормативными документами РФ и ЕС.

Автор(ы):

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

В рамках исследования биологически активных компонентов растительного сырья оптимизирован процесс пробоподготовки для парофазного анализа чая «Korean Ginseng Tea» методом ГХ-МС (температура нагрева, скорость подачи пробы в хроматограф, выбор программы градиента температуры и т.д.). В выбранных оптимальных условиях идентифицированы основные вещества, входящие в состав чая с использованием библиотеки масс-спектров NIST. В ходе изучения фрагментации гинсенозидов, присутствующих в чае, методом ВЭЖХ-МС-МС обнаружены следующие тритерпеновые сапонины Rb1, Rb2, Rb3, Rc, Rf и Rd. На масс-спектрах идентифицированных соединений присутствуют молекулярные ионы, соответствующие аддуктам с натрием и

характерные фрагменты, которые образуются при отщеплении одной и более молекул воды.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Газовая хроматография; Масс-спектрометрия

Разработана и аттестована методика определения полидиметилсилоксана в алкогольной продукции методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией пробы

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ

С использованием микроэмульсий в качестве экстрагента, было осуществлено количественное выделение и последующее хроматографическое определение консервантов - бензойной и сорбиновой кислот из маргаринов. Существующие способы анализа такого рода объектов предполагают сложную и длительную пробоподготовку. В данном случае время пробоподготовки удалось сократить примерно в 20 раз.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Экстракция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Предложена схема пробоподготовки сложных матриц (на примере телятины) при определении содержания свободных аминокислот с использованием жидкостной экстракции (этанол) и получением фенилтиокарбамоильных производных и в условиях кислотного гидролиза и дериватизации для суммарного содержания аналитов (пределы обнаружения – 0.12-1.0 мкг/мл). Выявлены возможности ВЭЖХ-определения триптофана в мясе после кислотного гидролиза анализируемой пробы путем введения в нее тиогликолевой кислоты (предел обнаружения – 0.079 ± 0.004 мкг/мл). Реализован способ определения общего содержания серусодержащих аминокислот в сложных матрицах на примере мяса, включающий предварительное окисление пробы надмуравьиной кислотой, проведение кислотного гидролиза 6 М раствором HCl и последующей дериватизации (пределы обнаружения: цистеин – (18 ± 2) мкг/мл; метионин – (16 ± 2) мкг/мл).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Разработана циклическая инъекционная фотометрическая методика определения цистеина в пищевых добавках и кормах. В её основе лежит экспрессная и чувствительная реакция цистеина с 18-молибдофосфатом аммония. Предел обнаружения цистеина составил 3 мкМ, время одного анализа – 3 мин.

Автор(ы): Москвин Л. Н., moskvinln@yandex

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Анализ в потоке; Спектрофотометрия

С помощью гальваностатической кулонометрии изучены антиоксидантные свойства ряда природных компонентов коньяка. Найденны стехиометрические коэффициенты реакций окисления фенольных антиоксидантов коньяка (эллаговой и галловой кислот, сиреневого альдегида, ванилина и кониферальдегида) электрогенерированными бромом и гексацианоферрат(III) ионами. Установлено, что электрогенерированный бром быстро и количественно реагирует со всеми исследуемыми соединениями. Электрогенерированные гексацианоферрат(III) ионы взаимодействуют только с галловой и эллаговой кислотами. Предложены соответствующие схемы реакций. Оценены интегральная АОЕ и железовосстанавливающая способность коньяков и бренди. Интегральная АОЕ по бромому практически во всех случаях выше, чем ЖВС, что объясняется реакционной способностью фенольных антиоксидантов напитков по отношению к титрантам. Такой подход позволяет косвенно оценить вклад альдегидов, которые не вступают в реакцию с электрогенерированными гексацианоферрат(III) ионами. Показано, что с увеличением возраста оба параметра коньяков и бренди повышаются. С увеличением возраста напитков содержание фенольных антиоксидантов растет, что связано со временем их экстракции из дубовых бочек. Установлено, что интегральная антиоксидантная емкость и железовосстанавливающая способность коньяков и бренди коррелирует с суммарным содержанием фенольных антиоксидантов ($r = 0.9572$ и 0.9380 , соответственно). Разработанные подходы могут найти применение при создании новых способов оценки качества коньяков и бренди и выявления контрафактной и фальсифицированной продукции.

Автор(ы): Евтюгин Г.А, Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Кулонометрия

Разработана методика определения селена в продовольственном сырье гидридным ААС методом в сочетании с химической пробоподготовкой в герметично замкнутом реакционном объеме с улучшенными метрологическими характеристиками. Разработан способ повышения эффективности химической пробоподготовки в замкнутом реакционном объеме путём подбора массы проб, состава растворяющих смесей и температурно-временных параметров, обеспечивающих количественное определение селена ААС в продовольственном сырье до 5×10^{-8} %.

Автор(ы): Орлова.В.А., Чупахин Д.А.

МГУТУ им.К.Г. Разумовского»

Москва

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ

Разработаны методики вольтамперометрического определения в пищевых продуктах – железа и меди», которая позволяет одновременно проводить измерения элементов в присутствии растворенного кислорода, в диапазоне содержаний для железа от 0,1 до 1000 мг/кг и для меди 0,5 до 300 мг/кг (Sr не более 13%), безопасна с точки зрения «зеленой химии» и не требует больших затрат; – йода и его органических и неорганических форм;– селена и его органических и неорганических форм.

Автор(ы): Слепченко Г.Б., Дерябина В.И. microlab@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

Обоснован методический подход к спектроскопическому определению суммарных содержаний аналитов и соответствующих им интегральных показателей состава в пищевых продуктах. Установлено, что суммарная антиоксидантная активность, измеренная с применением железосодержащих индикаторных систем в пересчете на аскорбиновую кислоту (метод FRAP), является не только интегральным показателем качества пищевых продуктов, но и экспрессной оценкой суммарного содержания водорастворимых антиоксидантов-

восстановителей полифенольного типа

Автор(ы): Цюпко Т.Г., tsytko@kubsu.ru

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Спектральные методы

Разработаны неdestructивная и destructивная методики рентгенофлуоресцентного определения никеля в саломасе. Оценены их метрологические характеристики. Показано, что первая из них может быть использована для контроля технологического процесса производства маргарина, вторая – для контроля стабильности показателей точности результатов анализа.

Автор(ы): Смагунова А.Н. rfa@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет,

Иркутск

Методы анализа:

Рентгеновские методы

Предложена методика идентификации (104 наименования) и определения (40 наименований) действующих веществ комбинированных пестицидов различных классов в воде, овощах, фруктах и мясе методами газовой хроматографии с масс-спектрометрическим и электроннозахватным детекторами. Пестициды из образцов овощей, фруктов и мяса экстрагировали ацетонитрилом по методу QuEChERS. Концентрирование экстрактов в 50-60 раз и дополнительная очистка осуществлены дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией. Из воды пестициды извлечены дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией гексаном (степень концентрирования более 100). Пределы детектирования времяпролетным масс-детектором составили 0,01 - 0,02 мг/кг для твердых анализируемых объектов и 1 - 2 мкг/л для воды. Пределы определения пестицидов составили 1 - 2 мкг/кг в твердых объектах и 0,05 - 0,1 мкг/л для воды. Продолжительность анализа составляет 1-2 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,18.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

«Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Экстракция; Хромато-масс-спектрометрия; Газовая хроматография

Предложен способ одновременного определения 6 антибиотиков хинолонового ряда в пищевых продуктах методом ВЭЖХ с диоднолучным детектированием: энрофлоксацина, данофлоксацина, ломефлоксацина, энрофлоксацина, дифлоксацина и оксолиновой кислоты с использованием упрощенной, быстрой и безопасной пробоподготовки QuEChERS. Пределы обнаружения хинолонов при навеске 5 г составили 0,002-0,04 мг/кг. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,09. Продолжительность анализа составляет около 1 ч.

Автор(ы):

Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Экстракция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Предложена экспрессная методика определения афлатоксинов В1 и М1 в молоке и молочных продуктах методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием. Извлечение афлатоксинов из проб и очистку экстрактов от примесей проводили по методу QuEChERS. Концентрирование очищенных экстрактов осуществляли методом дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции. Пределы обнаружения афлатоксинов В1 и М1

составили 0,1 и 0,01 мкг/кг соответственно. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превысило 0,06. Продолжительность анализа составила 1 - 1,5 ч.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Экстракция; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Разработана быстрая и простая методика одновременного определения трихотоценовых микотоксинов Т-2, НТ-2, дезоксиниваленола и ниваленола в зерне и комбикормах в диапазоне концентраций 0,01 - 5 мг/кг (0,05-5 мг/кг для Т-2) методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. Микотоксины из образцов экстрагировали ацетонитрилом, экстракты очищали по методу QuEChERS. Производные целевых компонентов с трифторуксусным ангидридом получали одновременно с дополнительной очисткой и концентрированием экстракта дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией. Продолжительность анализа менее 1 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 5 %.

Автор(ы):

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Экстракция; Газовая хроматография

Разработана простая и экспрессная методика одновременного определения бисфенола А, диэтилстильбэстрола, гексэстрола и диенэстрола в консервированных продуктах (1 – 250 мкг/кг), питьевой воде, алкогольных и безалкогольных напитках (0.25-50 мкг/л) методом газожидкостной хроматографии с детектором по электронному захвату и масс-спектроскопическим детектором. Целевые соединения из пищевых продуктов экстрагировали ацетонитрилом по методу QuEChERS. Дополнительную очистку и концентрирование экстракта осуществляли дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией тетрахлорметаном, после чего ацилировали данные вещества трифторуксусным ангидридом. Продолжительность анализа составила 1 – 1.5 ч.

Автор(ы):

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Методы анализа:

Экстракция

Разработана методика проточно-инжекционного определения стафилококковый энтеротоксин А в пищевой продукции с помощью пьезокварцевого сенсора. Предел обнаружения стафилококковый энтеротоксин А составляет 0,4 нг/мл.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@stu.lipetsk.ru

Липецкий государственный технический университет

Липецк

Методы анализа:

Анализ в потоке

Для выявления потенциально небезопасных образцов алкогольных напитков методом ЯМР применен метод главных компонент (МГК). Выявлены образцы, содержащие опасные вещества (диэтилфталат, метанол или этилкарбамат). Методом проекции на латентные структуры (ПЛС) построены модели для количественного определения некоторых компонентов (этанол, метанол, высшие спирты, этилацетат и др.). Результаты коррелируют с данными газохроматографического анализа ($R^2=0.92-0.98$). Экспресс-метод ЯМР в сочетании с ПЛС применен для количественного определения этилкарбамата в спиртных напитках из косточковых

плодов(n=119) и образцах нелегального алкоголя(n=27). Время анализа - 15мин/образец. Валидация ПЛС-моделей проведена при помощи набора образцов(n=43), ранее проанализированных методом ГХ/МС.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Хеометрика, математизация химического анализа; Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Разработан метод определения качества фруктов в период созревания с помощью спектроскопии в ближнем ИК диапазоне и использования хеометрических алгоритмов.

Автор(ы): Кучерявский С.В. svkucheryavski@gmail.com

Алтайский государственный университет, Aalborg University

Барнаул, Aalborg (Дания)

Методы анализа:

Хеометрика, математизация химического анализа; Инфракрасная и КР-спектроскопия

Разработана и метрологически аттестована методика определения элементов (Co, Cu, Mn, Fe, Mo, Se, Zn) в комбикормах, премиксах и кормовых концентратах с использованием метода ААС ЭТА. Методика может применяться для контроля микроэлементного состава кормовых добавок и кормов, имеет важное практическое значение при составлении сбалансированных рецептур кормления животных и птицы. Предложен способ подготовки проб растительного и животного происхождения, исключающий потери селена, основанный на проведении минерализации пробы в колбе с обратным холодильником в присутствии окислительной смеси. Впервые проведено тестирование химического модификатора нитрат лантана для прямого определения селена в минерализатах проб растительного и животного происхождения методом ААС ЭТА. В сравнении с традиционными химическими модификаторами, используемыми для данных целей (нитраты палладия, магния, никеля, смешанный модификатор нитраты палладия – магния), нитрат лантана демонстрирует более высокую термостабилизирующую способность, позволяющую полнее удалять матричные компоненты пробы на стадии предварительного пиролиза. В большинстве случаев это дает возможность отказаться от метода стандартных добавок при определении селена в указанных объектах.

Автор(ы): Комарова Н. В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ

Разработана методология использования ¹H ЯМР-спектроскопии для одновременного определения терпенов (туйона и камфоры), а также основных полифенольных соединений с антиоксидантными свойствами в продуктах питания и лекарственных средствах, содержащих шалфей. Количественное определение розмариновой кислоты и общего содержания туйона возможно с помощью прямого интегрирования сигналов. Для других параметров (суммарной розмариновой кислоты, карнозола и флавоновых производных гликозидов) необходимо применение хеометрических моделей. Разработанная методика применена для определения перечисленных соединений в разнообразных продуктах (n=108). Относительное стандартное отклонение для реальных образцов ниже 10%.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Хеометрика, математизация химического анализа; Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Разработаны методики иммунохимического анализа при использовании квантовых точек в качестве меток. Квантовые точки CdSe/ZnS ядро/оболочка синтезированы методом высокотемпературного синтеза. Разработанные методики твердофазного иммунофлуоресцентного анализа на микропланшетах и тест-методы для внелабораторного определения использованы для определения микотоксина зеараленона. В тест-методах в качестве твердых носителей использованы гель на основе сефарозы (для ковалентного связывания антител) и полиэтиленовый пористый фильтр (для их физической адсорбции). Использование квантовых точек в качестве меток позволило понизить в 4 раза (по сравнению с традиционным ИФА с ферментной меткой) значение IC₅₀ (0.1 нг мл⁻¹), ПрО составил 0.03 нг мл⁻¹. Контрольный уровень определения для тест-методов составил 5 нг мл⁻¹. Разработанные методики определения зеараленона апробированы при определении этого микотоксина в образцах пшеницы. В качестве подтверждающего метода использован ЖХ-МС/МС.

Автор(ы): Горячева И.Ю. Goryachevaiv@mail.ru

Саратовский государственный университет,
Саратов

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Найдены закономерности вольтамперометрического поведения ряда антиоксидантов – замещенных гидроксibenзолов – в мицеллярных и водноорганических средах, позволившие предложить новые способы определения промышленных и природных антиоксидантов и оценки антиоксидантной емкости (АОЕ) напитков и пищевых продуктов. Так, изучено поведение гидрохинона, пирокатехина, пирогаллола и их водорастворимых производных на стеклоглеродном электроде в мицеллярных средах. В целом, добавление ПАВ приводит к смещению потенциалов анодных и катодных пиков и увеличению их токов. Наилучшие результаты получены в случае катионного ПАВ цетилпиридиний бромид (ЦПБ). При этом наблюдаются минимальная разность потенциалов анодного и катодного пиков и максимальные токи дигидроксibenзолов. Окисление пропилогаллата, а также производных пирокатехина и пирогаллола протекает необратимо как в водной, так и в мицеллярной средах. Природа заместителей в структуре соединений влияет на их вольтамперные характеристики. Токи окисления аналитов линейно связаны с их концентрацией в диапазоне 5-1570 мкМ, а пределы обнаружения составляют 2-15 мкМ. Величина относительного стандартного отклонения при определении аналитов в модельных системах не превышает 5 %. Различия в потенциалах окисления гидроксibenзолов по первой ступени дает возможность их определения при совместном присутствии. На фоне фосфатного буферного раствора на вольтамперограммах смесей гидроксibenзолов наблюдается наложение аналитических сигналов. Однако использование мицеллярной среды ЦПБ позволяет получить отдельные ступени окисления некоторых гидроксibenзолов в смесях. Показана возможность индивидуального определения производных пирокатехина в присутствии производных пирогаллола. Оценено влияние мицеллярных сред ПАВ различной природы на электрохимическое поведение менадиона и ионола. Наилучшие вольтамперные характеристики получены в среде додецилсульфата натрия (ДДС). Ток восстановления менадиона в среде 9 мМ ДДС линейно связан с его концентрацией в ячейке в диапазоне 7-560 и 600-2550 мкМ. Предел обнаружения менадиона (по S/N=3) равен 0.5 мкМ. Градуировочный график ионола в среде 10 мМ ДДС линейен в диапазоне 6.15÷615 мкМ с пределом обнаружения 3.5 мкМ в условиях дифференциально-импульсной вольтамперометрии. Разработаны способы определения менадиона и ионола в реальных образцах (лекарственных формах и растительных маслах), основанные на предварительной жидкостной экстракции с последующим вольтамперометрическим детектированием. Гидроксикоричные кислоты (кофеиновая, хлорогеновая, феруловая и п-кумаровая) электрохимически активны в доступной области потенциалов в условиях циклической вольтамперометрии на стеклоглеродном электроде, модифицированном многослойными углеродными нанотрубками, на фоне фосфатного буферного раствора pH 7,4. Для феруловой, п-кумаровой и кофеиновой кислот аналитический сигнал имеет растянутую форму, особенно в области средних и высоких концентраций аналитов. Поэтому использовали дифференциально-импульсный режим поляризации. На дифференциально-импульсных вольтамперограммах наблюдаются четко выраженные пики окисления гидроксикоричных кислот при 0.19, 0.20 и 0.52 В для хлорогеновой, кофеиновой и п-кумаровой кислот, соответственно. Для феруловой кислоты наблюдаются две ступени при 0.37 и 0.44 В, вырождающиеся в один пик при увеличении концентрации

аналита. Для рассматриваемых кислот наблюдается линейная зависимость токов окисления от концентрации аналита в растворе. Окисление хлорогеновой, кофеиновой и феруловой кислот протекает с участием гидроксильных групп пирокатехинового фрагмента с образованием соответствующих хинонов. п-Кумаровая кислота окисляется с образованием феноксильного радикала с последующей димеризацией и полимеризацией. Поскольку одним из основных источников гидроксикоричных кислот является кофе, то разработанный подход можно использовать для оценки АОЕ. На дифференциально-импульсных вольтамперограммах кофе наблюдается четко выраженный пик окисления при потенциале 0,2 В, что соответствует потенциалам окисления хлорогеновой и кофеиновой кислот. Следует отметить, что на вольтамперограммах молотого кофе присутствует слабовыраженный пик при потенциале 0,43 В, обусловленный присутствием феруловой кислоты. Вклад хлорогеновой и кофеиновой кислот в высоту анодного пика кофе был оценен методом стандартных добавок индивидуальных кислот. Оценена АОЕ 16 образцов кофе, выраженная в эквивалентах хлорогеновой кислоты. АОЕ растворимого кофе статистически недостоверно ниже, чем АОЕ молотого кофе (148 ± 103 и 194 ± 53 мг/100 мл, $p > 0.05$). Необходимо отметить, что для растворимого кофе различных торговых марок величины АОЕ изменяются в очень широких пределах. Для молотого кофе результаты более близкие по значениям. В целом полученные значения хорошо согласуются с литературными данными по общему содержанию гидроксикоричных кислот, за исключением торговой марки "Nescafe", для которой наблюдаются завышенные для которой наблюдаются завышенные результаты. Это, вероятно, объясняется добавлением кофеиновой кислоты в процессе производства.

Автор(ы): Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография

Разработаны тест-методы для качественного и количественного определения Т-2 и НТ-2 токсинов в образцах зерна. Специфические антитела иммобилизовали на твердую подложку (пористый полиэтиленовый фильтр или гель на основе сефарозы) и помещали внутрь прозрачной колонки. Тест-метод объединяет функции очистки образца, концентрирования аналита и иммунодетектирования целевого аналита в результате развития окраски, катализируемой пероксидазой хрена. Использование антител, специфических к Т-2, и конъюгата НТ-2 – пероксидаза хрена позволило одновременно определять оба микотоксина. Для качественных тестов (визуальная детекция) получен контрольный 2 нг мл⁻¹ экстракта для Т-2 и НТ-2 токсинов. Количественный метод позволил получить предел обнаружения 0.55 нг г⁻¹ для Т-2 токсина и 1.7 нг г⁻¹ для НТ-2 токсинов в спайкированных образцах пшеницы. Результаты определения целевых микотоксинов с образцах зерна, контаминированных Т-2 и НТ-2 токсинами, показали хорошее согласие с результатами подтверждающего метода ЖХ-МС/МС.

Автор(ы): Горячева И.Ю. GoryachevaIy@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Разработаны методики оценки состояния коньяка и водок по составу равновесной газовой фазы над пробами с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических пьезосенсоров. Методики экспрессные, простые, не требуют длительной подготовки и больших объемов проб. Апробированы в рамках Областных Смотров качества и безопасности алкогольной продукции, проводимых по заказу Общества по защите прав потребителей Воронежской области. Результаты адекватны результатам стандартных испытаний (ВЭГХ, дегустация).

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Погребная Д.А. sibilda1@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработан способ оценки качества и потребительского предпочтения кондитерских изделий (пастильные, печенье) с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических пьезосенсоров. Способы экспрессные, не требуют длительной подготовки и больших объемов проб. Апробированы в рамках Областного Смотра качества кондитерских изделий, проводимых по заказу Общества по защите прав потребителей Воронежской области. Результаты адекватны результатам стандартных испытаний (ГОСТы, дегустация).

Автор(ы):

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработан, апробирован и внедрен в практику способ установления степени порчи зерна в хранилищах (на примере пшеницы, рапса аммиак-селективным сенсором с МУНТ/AZr) с помощью портативного флеш-детектора в режиме «на месте».

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработан способ экспрессной оценки качества вина по физико-химическим показателям и аромату с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8», в массив чувствительных элементов которого входят 6 пьезосенсоров с разнохарактерными пленками. Способ позволяет быстро и менее затратно оценить качество и идентифицировать в большой выборке пробы сомнительного качества и фальсификаты.

Автор(ы): Лисицкая Р.П. lisitskaya_raisaa@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ),

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Разработан комплекс методик селективного определения фруктозы, глюкозы, галактозы, сахарозы и лактозы в пищевых продуктах и напитках, включающих экстракцию углеводов из углеводсодержащих водных вытяжек и последующий анализ экстрактов физико-химическими методами: оптическими методами; методом тонкослойной хроматографии; с применением безводного потенциометрического титрования.

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Бычкова А.А.

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), ; Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА),

Воронеж

Методы анализа:

Экстракция; Потенциометрия (в том числе ионометрия); Спектрофотометрия; Тонкослойная хроматография

Разработаны методики раздельного определения кофеина и углеводов в энергетических напитках, производимых в России, на уровне $0.05 \cdot 10^{-3}$ - $40 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ кофеина и $0.05 \cdot 10^{-3}$ - $20 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ фруктозы, глюкозы, сахарозы с предварительной экстракцией бинарными смесями гидрофильных и

гидрофобных растворителей. Для отдельного определения кофеина и углеводов в энергетических напитках применены методы УФ-спектро-фотометрии и потенциометрического титрования с предварительным экстракционным извлечением аналитов смесями органических растворителей. Методом «введено-найденно» установлено, что погрешность определения кофеина и углеводов в напитках не превышает 5 %. Методика легко выполнима, характеризуется точностью, низкими пределами обнаружения кофеина и углеводов (0.05-10-3 г/см³), малым расходом реактивов, экспрессностью (продолжительность анализа 40-50 мин).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Бычкова А.А. rusalka_anna@mail.ru
Кривошеева О.А. olesyagrivosheeva@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Методы анализа:

Экстракция; Спектрофотометрия

Методы ПЛС и МГК использованы для анализа сыров и мороженого, а также различных марок «Колы». Экспериментальные данные получены методом ЯМР спектроскопия (400 МГц ¹H и ¹³C). Дискриминация молочных продуктов по типу сырья (молочный жир или растительные жиры) проводится с помощью моделей, полученных для 13 соединений в сыре (R²=0.75-0.95) и 17 соединений (например, жирных кислот и их эфиров) в мороженом (R²=0.83-0.99). Для анализа «Колы» требуется дегазация, добавление 0,1% раствора внутреннего стандарта (TSP) в дейтерированной воде. При pH 4,5 спектры ЯМР можно рассматривать как «отпечатки пальцев». Найденны кластеры из образцов «Колы» одной и той же марки, выявлены существенные различия между различными брендами.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Создан новый алгоритм определения концентрации элементов Si, Ca, H, Cl и S в околоскважинном пространстве по спектрам гамма излучения радиационного захвата (ГИРЗ), в котором спектры гамма излучения нормируются на величину интенсивности линии 7,65 МэВ, излучаемой железом Fe обсадной колонны при радиационном захвате тепловых нейтронов. Предлагаемый алгоритм уменьшает погрешность определения относительных содержаний характерных элементов по ГИРЗ пласта и, как следствие, увеличивает точность определения коэффициента нефтенасыщенности. (с.н.с. Б.Г.Титов, д.т.н. В.М.Грузнов)

Автор(ы): Титов Б.Г., <TitovBG@ipgg.sbras.ru>, Грузнов В.М. <GruznovVM@ipgg.sbras.ru>

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН –

Новосибирск

Методы анализа:

Ядерно-физические и радиоаналитические методы

В 2012 г. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» стал разработчиком стандартных образцов (СО) состава для метрологического обеспечения нефтегазовой отрасли. Разработаны СО, имитирующий состав бензина (стабильный газовый конденсат), СО, имитирующие состав нестабильного газового конденсата, и СО, имитирующий состав газа деэтанализации. Утверждено 17 новых типов СО, 16 типов эталонных материалов переведены в ранг СО утвержденного типа, по 14 типам СО проведена процедура продления срока действия свидетельства об утверждении типа.

Автор(ы): Конопелько Л.А., lkonop@b10.vniim.ru

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Метрология. Стандартные образцы состава

Теоретически и экспериментально обоснована идея нового подхода к автоматизации многокомпонентного анализа, предполагающего определение нескольких веществ в смеси по реакциям одновременного образования их аналитических форм, имеющих близкие аналитические свойства в условиях циклического инъекционного анализа с применением хемометрических алгоритмов. Возможности нового подхода проиллюстрированы на примере разработки циклической инъекционной спектрофотометрической методики определения алюминия и железа в нефтепродуктах.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Анализ в потоке

Предложен и обоснован способ определения комбинированного изотопного состава метана, включающий конверсию метана в метанол; концентрирование и хроматографическое выделение метанола; масс-спектрометрический анализ с применением селективной химической ионизации, расчет комбинированного изотопного состава $\delta^{16}\text{MCH}_3$. (А.Л.Макась, А.С.Кудрявцев, М.Л.Трошков Способ определения изотопного состава метана. // Патент на изобретение №2461909 20.09.2012).

На примере классификации М. Витикара типов метана, показано, что предлагаемая шкала комбинированного изотопного состава $\delta^{16}\text{MCH}_3$ позволяет точнее дифференцировать термогенный и бактериальный метан по сравнению с используемой шкалой $\delta^{13}\text{C}$. Предложенный подход к изотопному анализу метана существенно упрощает технологию определения типа метана по сравнению с традиционной и позволяет создать аппаратуру для выполнения внелабораторных измерений.

Автор(ы): Макась А.Л., <MakasAL@ipgg.sbras.ru> Кудрявцев А.С., Трошков М.Л.

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Масс-спектрометрия

Разработана методика, позволяющая определять примеси ртути в товарном природном газе в диапазоне концентраций от 2 нг/м³ до 50 000 нг/м³. Методика основана на предварительном концентрировании ртути на металлическом коллекторе с последующей термической десорбцией накопленной ртути и ее количественным определением методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара. По своему подходу разработанная методика близка к ISO 6978-2:2003. Для определения ртути в природном газе использовали также метод прямой атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара (анализатор РА-915+ фирмы «Люмекс», Россия). Данные, полученные при измерении содержания ртути в товарном природном газе ряда дочерних обществ ОАО «Газпром» обоими методами, хорошо согласуются между собой.

Автор(ы): Волынский А.Б., A_Volynskiy@vniigaz.gazprom.ru

ООО «Газпром ВНИИГАЗ»

Московская обл, пос. Развилки

Методы анализа:

Атомно-абсорбционный анализ

Разработана новая методика определения механических примесей в природном газе гравиметрическим методом.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Гравиметрия

+Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Разработаны хроматографические методики определения диэтиленгликоля в природном газе; молярной доли компонентов природного газа переменного состава с помощью хроматографа газовой модели 700; остаточных органических растворителей в чистых органических веществах (методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ/ПИД) и с использованием универсальной сорбционной трубки).

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Хроматографические методы

+Объекты окружающей среды

С использованием комплекса аналитических методов (спектро-фотометрия, ИК-спектрометрия, газо-жидкостная хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, хромато-масс-спектрометрия) проведено исследование образцов нефтяного сырья, продукции нефтехимпереработки и углеводородных продуктов из подземных скоплений, аварийных разливов, нефтезагрязненных почв и т.д. В исследованных пробах идентифицированы индивидуальные углеводороды и специфические соединения, позволяющие отнести исследуемые образцы к конкретным нефтепродуктам. На основании полученных результатов предложен подход к выявлению источника поступления нефтепродуктов в окружающую среду.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия; Спектрофотометрия; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Газовая хроматография; Хромато-масс-спектрометрия

Специальные объекты анализа (токсичные, радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, космические объекты и т.п.)

Специальные объекты анализа (токсичные, радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, космические объекты и т.п.)

Разработан способ одновременной идентификации и определения 4 маркеров отравляющих веществ зарина, зомана, VX, RVX и двух продуктов разложения иприта под действием фермента β -лиазы в человеческой моче методом ультра ВЭЖХ-МС-МС (выбраны условия пробоподготовки, программа хроматографического разделения, позволяющая проводить анализ за 8 мин, исследованы масс-спектры фрагментации маркеров). Пределы обнаружения составили 0.1-1 нг в 1 мл мочи.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Хромато-масс-спектрометрия

В рамках ОКР "Разработка средств метрологического обеспечения контроля микроконцентраций взрывчатых веществ в паровой фазе» разработан проект хроматографической методики определения тринитротолуола (ТНТ) в газовой смеси. Проект является необходимым этапом работы по созданию Государственного первичного специального эталона (ГПСЭ), который позволит обеспечить единство газоаналитических измерений в РФ в области контроля паров взрывчатых веществ. ГПСЭ создается на основе современных приборов, позволяющих с наивысшей точностью проводить определение микроконцентраций взрывчатых веществ (ТНТ) в газовых средах.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Хроматографические методы

Фармоцевтические, наркотические и допинговые препараты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны новые подходы к изучению повреждения ДНК активными формами кислорода, генерируемыми в реакции Фентона и при разложении пероксида водорода, по характеристическим изменениям импедиметрических характеристик электродов, модифицированных полислоистыми покрытиями с включением ДНК, аддуктов ДНК и полиаминированных тиакаликсаренов, электрополимеризованных анилина и феназинового красителя Нейтрального красного. Включение ДНК в аддукты с полиаминированными макроциклическими лигандами оказывает дифференцирующее действие, позволяя разделить вклады интеркалирования и окислительного повреждения ДНК по разнонаправленному изменению характеристик импеданса и электрохимическим сигналам интеркаляторов. Показано, что повреждение ДНК реактивом Фентона приводит к снижению разделения заряда и увеличению массы пленки за счет накопления побочных продуктов окисления в случае Нейтрального красного и симбатному изменению указанных параметров для сенсоров на основе полианилина. Повреждение ДНК уменьшает эффективность интеркалирования даунорубицина и электрохимическую активность Метиленового синего при их включении в состав поверхностного слоя, содержащего ДНК. Найденные закономерности могут найти применение при разработке новых средств экспресс-контроля противораковых лекарственных препаратов, диагностики мутагенных факторов и скрининге лекарственных препаратов, специфически взаимодействующих с ДНК.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Вольтамперометрия и полярография

Проведен комплекс фундаментальных исследований, ориентированных на создание новых методов и средств экспресс-определения и исследования биологически активных веществ органической природы (природных и синтетических), используемых с лечебной целью. Синтезированы новые хромогенные редокс-реагенты – производные тетрафенилдиазония; созданы вольтамперометрические сенсоры на основе пленочных покрытий, импрегнированных многостенными углеродными нанотрубками и металлокомплексными редокс-медиаторами; разработаны метод проточно-инжекционного анализа для контроля качества лекарственных веществ по тесту «растворение», а также метод последовательно-инжекционного анализа для количественной оценки антиоксидантной активности биологически активных веществ, содержащих подвижные атомы водорода.

Автор(ы): Шпигун Л.К. shpigun@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Методы анализа:

Анализ в потоке; Химические сенсоры

Разработана автоматизированная методика спектрофотометрического определения флавоноидов в лекарственном растительном сырье, включающая стадию экстракционного выделения флавоноидов с последующим их детектированием по реакции образования окрашенных комплексов с ионами алюминия в мицеллярных средах КПАВ. Предел обнаружения флавоноидов методом циклического инъекционного анализа составил 0,003 % в пересчете на рутин при массе пробы 0,1 г, время одного определения – 8 мин.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Анализ в потоке; Спектрофотометрия

Продолжена разработка пьезокварцевых иммуно- и биомиметических сенсоров для определения в пищевой продукции следовых концентраций лекарственных препаратов (пенициллины, цефалоспорины) и природных токсинов.

Изучены условия определения индивидуальных пенициллинов (пенициллинG, ампициллин) с помощью поли- и моноклональных антител, суммарного содержания антибиотиков пенициллинового ряда с применением групп-специфичных антител. Разработаны методики определения пенициллинов в мясе, яйцах, молочных продуктах. Изучены условия определения стафилококкового энтеротоксина А с помощью пьезокварцевого иммуносенсора в прямом формате анализа. Сопоставлены способы формирования рецепторного слоя сенсора на основе моноклональных антител к токсину, включающие электрогенерование подложки на основе полианилина и полипиррола и ковалентное присоединение биомолекул с помощью бифункциональных реагентов; закрепление биомолекул на последней стадии полимеризации полипиррола; иммобилизацию антител на поверхности самоорганизующихся монослоев линейных и гетероциклических тиолов. Предложены хаотропные реагенты, обеспечивающие многократное применение рецепторных слоев в проточно-инъекционном режиме анализа. Для снижения предела обнаружения токсина предложено использовать наночастицы золота диаметром 5 нм.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@lipetsk.stu.ru

Липецкий государственный технический университет

Липецк

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Предложены методики скрининга и определения некоторых наркотических средств природного и синтетического происхождения методами ВЭЖХ-МС и ГХ-МС, позволяющая проводить одновременное обнаружение более 20 соединений в ходе одного анализа. Методики обеспечивают высокую точность и надежность идентификации определяемых веществ и могут быть использованы для определения некоторых наркотических средств растительного и синтетического происхождения.

Автор(ы): Темердашев А.З. TemerdashevAZ@gmail.com Киселева Н.В

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия

Изучена возможность использования в пьезокварцевых сенсорах полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО), сформированных непосредственно на поверхности электрода сенсора методом электрополимеризации, а также наносфер с поверхностными отпечатками аналитов (пенициллина и ампициллина). Для получения

электросинтезированных пленок ПМО в потенциодинамическом режиме с циклической разверткой потенциала в предполимеризационную смесь одновременно вводили функциональный мономер (анилин, пиррол, p-аминофенол), кросс-мономер (ди- и тригидроксимбензолы и их производные), фоновый электролит и раствор темплата (цефатоксим или пенициллинG). Исследовано влияние концентрации функционального и кросс-мономеров, природы и концентрации фонового электролита, концентрации темплата на свойства получаемых пленок (масса и толщина, устойчивость при длительной эксплуатации, сорбционная емкость, перекрестная чувствительность). Установлено, что при использовании сенсоров на основе электрогенерированных ПМО возможно обнаружение пенициллинаG и цефатоксима на уровне 1,0 и 7,6 нг/мл.

Изучены условия синтеза наносфер с молекулярными отпечатками пенициллина и ампициллина методом преципитации. Установлено влияние природы функционального мономера (метакриловая кислота, 4-винилпиридин, метилметакрилат), кросс-мономеров (дивинилбензол, этиленгликольдиметакрилат, триметилпропан триметакрилат), инициатора свободных радикалов (азобисизобутиронитрил) и порогенного растворителя на диаметр и дисперсность наночастиц. Показано, что облучение ультразвуком приводит к 5-кратному снижению размера синтезируемых наночастиц и существенному уменьшению полидисперсности.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@lipetsk.stu.ru

Липецкий государственный технический университет

Липецк

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Отработана методика определения аминокислот валина, лейцина и изолейцина в водных растворах и в препарате «ВСАА» пьезосенсорами, модифицированными полимерами с молекулярными отпечатками. Оценена способность модифицированных пьезосенсоров к распознаванию аминокислот в лекарственных препаратах и препаратах для питания спортсменов.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Химические сенсоры

Предложен новый солнцезащитный агент, представляющий собой кремниевые нанокристаллы. Они обладают крайне высоким коэффициентом экстинкции в УФ-области и, в то же время, прозрачны в видимой области. Комбинация физических свойств, относящейся к квантовой физике кремниевых наночастиц, и их биологическая совместимость позволяют получить высокоэффективные солнцезащитные кремы. Представлен литературный обзор характеристик и свойств существующих солнцезащитных материалов, а также сравнительный анализ нового материала на основе наночастиц кремния (созданного с участием авторов).

Автор(ы): Beckman James, Krunikova Alla A., Ischenko A.A.

Uetikon-Zurich, Switzerland, МИТХТ

Москва

Методы анализа:

Спектральные методы

Предложена схема анализа водных экстрактов ряда растительных материалов, включающая идентификацию фенольных соединений и флавоноидов методами газовой и жидкостной хромато-масс-спектрометрии и их определение методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ЖХ-МС). На основе предложенной схемы методом газовой хромато-масс-спектрометрии в тысячелистнике идентифицированы фенольные соединения, относящиеся к классам фенолкарбоновых, коричневых и кофеилхиновых кислот. Методом ЖХ-МС идентифицированы 6 соединений группы кофеилхиновых кислот. С помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием на диодной матрице определено содержание 8 фенольных соединений: протокатеховой, транс-кофейной, 3-О-кофеилхиновой, 5-О-кофеилхиновой, 4-О-кофеилхиновой, 3,4-О-

дикофеилхинной, 3,5-О-дикофеилхинной и 4,5-О-дикофеилхинной кислот.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Верниковская Н.А.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Методы анализа:

Хромато-масс-спектрометрия

Предложена конструкция универсального и простого в эксплуатации твердофазного сенсора с флуориметрическим детектированием аналитического сигнала для определения пирокатехина и допамина. Отличительной особенностью разработанного биосенсора является формирование и измерение аналитического сигнала непосредственно в чувствительной мембране, иммобилизованной на поверхности подложки, что позволяет анализировать мутные среды и объекты с водонерастворимой матрицей без дополнительной пробоподготовки.

Оптимизированы условия формирования отклика чувствительного слоя сенсора на твердой поверхности (состав двухслойной пленки {хитозан-о-фенилендиамин/хитозан-пероксидаза}, объем модифицирующей жидкости биочувствительного слоя, концентрации компонентов индикаторной системы, pH); а также условия регистрации флуоресцентного сигнала в твердой матрице.

Разработаны методики определения пирокатехина и допамина с использованием описанного сенсора (пирокатехин: диапазон определяемых содержаний (ДОС) 0,5–5,0 мкМ, $ct_{min} = 0,1$ мкМ, $sr = 0,09$; допамин: ДОС 0,1–10,0 мкМ, $ct_{min} = 0,03$ мкМ, $sr = 0,08$). Предложенный твердофазный сенсор позволяет определять указанные аналиты чувствительностью в 20 и 10 раз большей, чем с использованием методики на основе той же индикаторной реакции в растворе.

Получены оптически прозрачные пленки, а также гели хитозана с молекулярными отпечатками дибензотиофена, сульфона дибензотиофена и промазина при использовании серной кислоты и глутарового альдегида в качестве сшивающих агентов и проведено предварительное изучение их сорбционных свойств. Выявлено, что применение серной кислоты приводит к образованию мутных гелей, в то время как использование глутарового альдегида позволяет получить оптически прозрачные гидрогели.

На основании проведенного эксперимента установлено, что для получения хитозана с молекулярными отпечатками сульфона дибензотиофена и промазина более перспективен способ ковалентной «сшивки» полисахарида при мольном соотношении глутаровый альдегид:глюкозамин хитозана = 2:1.

Показано, что эффективными растворителями для извлечения сульфона дибензотиофена и промазина из полученных полимеров на стадии синтеза являются диметилсульфоксид и вода соответственно. Применение ацетонитрила, диметилсульфоксида и этанола не позволяет эффективно извлечь дибензотиофен без разрушения матрицы.

Предварительные данные о сорбционной селективности гидрогелей хитозана с молекулярными отпечатками промазина свидетельствуют о проявлении ими большей распознающей способности в отношении темплата по сравнению со структурно-родственными соединениями.

Показана возможность сочетания извлечения сульфона дибензотиофена и промазина гидрогелями и пленками на основе хитозана с определением этих соединений спектрофотометрическим и кинетическим методами соответственно

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Показана возможность применения натриевой соли 1,2-дигидроксиантрахинон-3-сульфоислоты [ализаринового красного С] для сорбционно-фотометрического определения местноанестезирующих органических оснований новокаина и лидокаина. Определены оптимальные условия образования сорбатов, получены уравнения зависимостей цветометрических функций (ЦФ) сорбатов от концентраций органических

оснований. Рассчитанные молярные коэффициенты ЦФ сорбатов в 200 раз превышают таковые для соответствующих экстрактов. На основе разработанных методик созданы цветовые шкалы для тест-определения. Проведены исследования и выбраны условия для разделения и детектирования методом ультра ВЭЖХ-МС-МС трех компонентов водно-спиртового экстракта корня «*Rhodiola rósea*» - салидрозида, розавина и розарина. Диапазон линейности градуировочной зависимости составил 3 порядка (5 – 5000 нг/мл), а пределы обнаружения составили 1-3 нг/мл.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Спектрофотометрия; Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Масс-спектрометрия; Тест-методы

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных, нанокompозитами: многостенные или одностенные углеродные нанотрубки – хитозан для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афабазол» обладает свойствами обратимого ингибитора MAO, что было использовано для его определения. Согласно значениям кинетических параметров (K_m (каж.) и V_{max}), в системах субстрат – моклобемид, имипрамин, афабазол и тианептин с участием дофамина наблюдается двухпараметрически согласованное или рассогласованное ингибирование для всех видов биосенсоров, для тирамина и серотонина - псевдоингибирование (ГЦФН)

Специфичные сочетания субстрат-антидепрессант, позволяющие достичь лучших аналитических характеристик для определения антидепрессантов афабазола, тианептина и имипрамина разработанными биосенсорами - это адреналин и дофамин. Для определения моклобемид, судя по 50% ингибирующей способности, антидепрессанта рассматриваемых биосенсоров, лучше использовать серотонин.

Наиболее широкий линейный диапазон концентраций выявлен для систем серотонин – моклобемид, афабазол и тианептин – адреналин - от 1×10^{-4} (-5) до $(1-5) \times 10^{-9}$ моль/л, что связано с природой используемого модификатора. Нижняя граница определяемых концентраций составляет $(5-9) \times 10^{-9}$ моль/л для биосенсоров, модифицированных гексацианоферратом никеля, $(5-9) \times 10^{-10}$ для биосенсоров, модифицированных МУНТ и ОУНТ.

Использование электрокаталитического эффекта, наноструктурированных материалов, позволило увеличить область рабочих концентраций, снизить нижнюю границу определяемых содержаний по сравнению с немодифицированными аналогами биосенсоров. Использование модификаторов разной природы позволило улучшить аналитические и операционные характеристики биосенсоров: повысить устойчивость фермента к вымыванию, сохранить более высокую каталитическую активность фермента, расширить диапазон определяемых концентраций, снизить сн, уменьшить погрешность определения.

Разработаны методики определения активного компонента, обладающего антидепрессивным действием, в лекарственных препаратах «Мелипрамин», «Аурорикс», «Афабазол» и «Коаксил» с с S_r не более 0.06-0.09 с

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru или Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Химические сенсоры

Предложена конструкция универсального и простого в эксплуатации твердофазного сенсора с флуориметрическим детектированием аналитического сигнала для определения пирокатехина и дофамина. Отличительной особенностью разработанного биосенсора является формирование и измерение аналитического сигнала непосредственно в чувствительной мембране, иммобилизованной на поверхности подложки, что позволяет анализировать мутные среды и объекты с водонерастворимой матрицей без дополнительной пробоподготовки.

Оптимизированы условия формирования отклика чувствительного слоя сенсора на твердой поверхности (состав двухслойной пленки {хитозан-о-фенилендиамин/хитозан-пероксидаза}, объем модифицирующей жидкости

биочувствительного слоя, концентрации компонентов индикаторной системы, pH); а также условия регистрации флуоресцентного сигнала в твердой матрице.

Разработаны методики определения пирокатехина и допамина с использованием описанного сенсора (пирокатехин: диапазон определяемых содержаний (ДОС) 0,5–5,0 мкМ, $st_{in} = 0,1$ мкМ, $sr = 0,09$; допамин: ДОС 0,1–10,0 мкМ, $st_{in} = 0,03$ мкМ, $sr = 0,08$). Предложенный твердофазный сенсор позволяет определять указанные аналиты чувствительностью в 20 и 10 раз большей, чем с использованием методики на основе той же индикаторной реакции в растворе.

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Разработан комплекс экстракционно-спектроскопических способов определения витаминов группы В в водных растворах. Методики применены для определения витаминов в фармацевтических препаратах:

«Пиридоксин – Виал 50 мг/мл», «Riboflavin tablets 2 mg», «Цианокобаламин 0,5 мг/мл», «Алфавит».

Разработаны методики экстракционно-электрофоретического определения витаминов группы В в таблетированных поливитаминных комплексах «Нейромультивит», «Алфавит – школьник», «Комбилипен Табс» и в растворе для инъекций «Тиамин – Виал 50 мг/мл. Методики апробированы в производственных лабораториях отдела контроля качества ОАО «Верофарм» (г. Воронеж).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Зыков А.В.

alekseyzykov86@yandex.ru Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ); Военно-воздушная академия им. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Методы анализа:

Экстракция; Спектральные методы; Капиллярный электрофорез и близкие методы

Разработаны алгоритмы многомерного анализа для мультисенсорных потенциометрических систем, учитывающие взаимодействия факторов. Алгоритмы использованы для количественного определения ионов и цвиттерионов аминокислот, витаминов и лекарственных веществ в полиионных растворах, концентрации компонентов в которых являются взаимозависимыми.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Хеометрика, математизация химического анализа;#14;#Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных гексацианоферратом никеля и многостенными или одностенными углеродными нанотрубками для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афобазол» обладает свойствами обратимого ингибитора моноаминоксидазы, что было использовано для его определения.

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы; Вольтамперометрия и полярография

Разработана методика определения содержания антоцианов в ягодном сырье методом ВЭЖХ на примере плодов жимолости синей (*Lonicera caerulea*) с пределом обнаружения 0,7мг/100г и погрешностью $\pm 13\%$.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН

Новосибирск

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Исследованы аналитические характеристики и проведено количественное определение амфетаминов и опиатов с помощью иммунохроматографических тест-полосок.

Автор(ы): Еремин С.А. saeremin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Биохимические и биологические методы

Совместно с ИОФ РАН разработан новый способ ввода анализируемой пробы в лазерный масс-спектрометр, основанный на сочетании программируемой термодесорбции с поверхностно активированной лазерной десорбцией-ионизацией. Изготовлен узел ввода твердых и жидких проб и интерфейс его сопряжения с лазерным масс-спектрометром.

На основе термодесорбционного способа ввода пробы и созданного ранее лазерного масс-спектрометра предложен и реализован способ быстрого скрининга лекарственных препаратов без пробоподготовки.

Автор(ы): Гречников А.А. grechnikov@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Методы анализа:

Разработаны подходы по фармацевтическому анализу лекарственных веществ и токсичных примесей в них спектрофотометрическим методом в мицеллярных водно-диметилсульфоксидных средах на основе неионных поверхностно-активных веществ с использованием 5,7-дихлор-4,6-динитробензофуросана в качестве реагента. Методики позволяют определять токсичные примеси, например, п-аминофенол в парацетамоле на уровне более низком, чем их предельно допустимое содержание. Показано, что присутствие ПАВ в виде мицелл повышает чувствительность определений относительно стандартизованных методик.

Автор(ы): Бакеева Р.Ф., gurf71@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Спектрофотометрия

Предложены новые способы контроля качества многокомпонентных лекарственных препаратов с помощью градиентной жидкостной хроматографии. Разработаны подходы по одновременному определению лекарственных веществ, нормируемых примесей и консервантов в смесях на основе розувастатина кальция, тиоктовой кислоты, винпоцетина, рибоксина и трамадола с пределом обнаружения компонентов до 20 нг/мл при прямой инъекции пробы. Показана возможность за один хроматографический цикл разделять и количественно определять наряду с действующим веществом количественное содержание нормируемых примесей. Применение унифицируемого подхода позволять использовать алгоритм разделения компонентов фармацевтических субстанций, включая действующие вещества и примеси. Разработанные подходы позволяют повысить эффективность обеспечения безопасности лекарственных средств путем использования одностадийного, высокопроизводительного, чувствительного и экспрессного контроля их качества с учетом современных принципиальных требований к аналитическим методам и их валидации в фармацевтическом анализе

Автор(ы): Гармонов С.Ю., serggar@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Продолжено изучение применимости хемометрических алгоритмов для спектрофотометрического анализа смесей органических веществ. Метод проекции на латентные структуры (ПЛС) использован для одновременного определения макро- и микрокомпонентов nN -компонентных смесях ($N = 2-5$). В этом случае оптимальный объем обучающей выборки для построения ПЛС-градуировок должен быть больше объема, рекомендуемого для анализа эквимольных смесей. Подобие спектров поглощения компонентов требует увеличения объема выборок до $(N2 + N-1)$, а числа учитываемых главных компонент до $2n$. Рекомендации проверены на смесях лекарственных веществ, а также кислотно-основных индикаторов. При оптимальном объеме выборок компоненты определяются с погрешностями до 5 % отн. Разработаны методики анализа лекарственных препаратов, содержащих фенобарбитал и дибазол в качестве микрокомпонентов.

Автор(ы): Власова И.В. vlaso-iri@yandex.ru

Омский государственный университет

Омск

Методы анализа:

Хемометрика, математизация химического анализа; Спектрофотометрия

Разработана методика и определены оптимальные условия спектрофотометрического определения натриевой соли цефотаксима в водных растворах.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет кафедра АХ

Воронеж

Методы анализа:

Спектрофотометрия

Разработаны основы структурно-группового анализа супрамолекулярных систем с применением методов квантовой химии, молекулярной динамики, ИК спектроскопии. Апробация метода проведена на примере исследования сульфокатионообменника и водных растворов аминокислот. На основании структурного анализа установлена диссоциация ионной пары в структуре сульфокатионообменника в форме глицина. Получены математические эталоны ИК-спектров водных растворов глицина и аланина, проведено детальное отнесение ИК полос водных растворов данных аминокислот. Проведен сравнительный анализ изменений в ИК-спектрах при изменении кислотности среды и при переходе от глицина к аланину.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Методы анализа:

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Предложены потенциометрические сенсоры с пластифицированными полимерными мембранами на основе органических ионообменников тетраалкиламмония и комплексного соединения серебра (I) с цефалексином. Определены константы ионизации цефалексина спектрофотометрическим и потенциометрическим методами: $\lg K_1 = 2,48 \pm 0,01$, $\lg K_2 = 7,31 \pm 0,05$. Установлены области кислотности существования катионной, анионной и цвиттерийной формы антибиотика. Показано, что в системах серебро (I)-цефалексин образуются комплексы AgL (рН 4,2 – 5,8) и $[AgL_2]$ - (рН 8,1 – 9,5). Значения $\lg \beta$, полученные потенциометрическим и спектрофотометрическим методами, равны $4,14 \pm 0,05$ и $7,27 \pm 0,06$. Произведение растворимости активного компонента мембран – тетрадециламмония с комплексом серебро-цефалексин равно $(1,5 \pm 0,3) \cdot 10^{-8}$. Определены электроаналитические и операционные характеристики новых потенциометрических сенсоров:

диапазон линейности электродных функций в растворах цефалексина составляет $1 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ М; угловой коэффициент - 56 ± 2 мВ/рС; предел обнаружения цефалексина – $8 \cdot 10^{-6}$ М. Время отклика – 25-60 сек., дрейф потенциала 1-2 мВ/сут, срок службы – 2-3 месяца. Определены стационарные сопротивления мембран при варьировании концентрации ЭАК, концентрации примембранных растворов; рассчитаны скорости переноса, проницаемости и потоки ионов, константы диссоциации ЭАК в фазе мембраны. Введение в состав мембран комплекса серебра с цефалексином приводит к понижению сопротивления ($0,5$ – $1,2$ МОм) по сравнению с мембранами, не содержащими серебра (I) ($1,2$ – $1,6$ МОм); $K_d = (1,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$.

Автор(ы): Кулапина Е.Г., kulapinaeg@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Химические сенсоры; Потенциометрия (в том числе ионометрия); Спектрофотометрия

Разработан комплекс экстракционно-спектроскопических способов определения витаминов группы В в водных растворах. Методики применены для определения витаминов в фармацевтических препаратах: «Пиридоксин – Виал 50 мг/мл», «Riboflavin tablets 2 mg», «Цианокобаламин 0,5 мг/мл», «Алфавит». Разработаны методики экстракционно-электрофоретического определения витаминов группы В втаблетированных поливитаминных комплексах «Нейромультивит», «Алфавит – школьник», «Комбилипен Табс» и в растворе для инъекций «Тиамин – Виал 50 мг/мл. Методики апробированы в производственных лабораториях отдела контроля качества ОАО «Верофарм» (г. Воронеж).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Зыков А.В.

alekseyzykov86@yandex.ru Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ); Военно-воздушная академия им. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Методы анализа:

Экстракция; Спектральные методы

Предложена методика термолинзового определения комплекса цитохрома с с фосфолипидами как основными компонентами клеточной мембраны. При спектрофотометрических измерениях обнаружен эффект значительного светорассеяния при добавлении кардиолипина к растворам цитохрома с, что не позволяет проводить надежное определение цитохрома с при низких концентрациях. Использование альтернативного метода термолинзовой спектрометрии позволило достигнуть предела обнаружения цитохрома с 10^{-7} М. Измерения растворов цитохрома с с кардиолипином показали снижение термолинзового сигнала с увеличением концентрации кардиолипина и выход на стационарное значение при соотношении цитохром:кардиолипин 1:30.

На примере анализа трис(1,10-фенантролината) железа(II) показана принципиальная возможность более эффективного определения веществ оптико-акустическим (ОА) способом регистрации светопоглощения без существенного изменения пробоподготовки по сравнению со спектрофотометрией. Использование ОА метода регистрации позволило определять концентрацию аналита при уровнях оптической плотности раствора 5–100, что на 1-2 порядка выше уровней традиционной спектрофотометрии. На уровне сантимольярных концентраций железа(II) с достаточной воспроизводимостью определены константы скорости реакции образования и разложения, а также общая константа устойчивости исследуемого комплекса. В целом показано, что оптико-акустический метод регистрации светопоглощения имеет существенные преимущества перед традиционной спектрофотометрией при анализе высококонцентрированных растворов. Продолжено исследование аналитических возможностей кремний-титановых золь-гель материалов. Титан, включенный в матрицу ксерогелей, является катализатором восстановления аскорбиновой кислотой закрепленных в матрице молибдофосфорных соединений. Порошки и пленки кремний-титановых золь-гель материалов использованы для разработки методик твердофазно-спектрофотометрического

определения дофамина, дигидрокверцетина и аскорбиновой кислоты в фармацевтических препаратах

Автор(ы): Проскурнин М.А.. proskurnin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Спектрофотометрия

Исследовано большое число факторов (концентрация наночастиц золота, природы полиэлектролитов, ионной силы, величины pH, предварительной подготовки капилляра) на формирование полислоев на поверхности кварцевого капилляра. Получено устойчивое трехслойное покрытие, содержащее б,10-ионен –AuNPs –N-(3-сульфо-3-карбоксо)пропионилхитозан (СКПХ). Характеристики кварцевого и модифицированного капилляров установлены для ряда органических кислот и β-блокаторов: тетрагидрозолина, атенолола, пиндоллола, гидроксизина, тербуталина и надолола. Показано, что в модифицированном капилляре получена более высокая воспроизводимость как времен миграции, так и площадей пиков на электрофореграмме. Проведено быстрое разделение и определение тетрагидрозолина, пиндоллола, тербуталина и гидроксизина.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Предложены различные способы модификации хроматографических систем хиральными селекторами (аминокислоты, циклодекстрины, макроциклические антибиотики) для разделения энантиомеров нестероидных противовоспалительных средств (ибупрофена, кетопрофена и кеторолака) и β-блокаторов (карведилола, пропранолола и соталола) методом ВЭТСХ с денситометрическим детектированием. Для всех энантиомеров получены значения факторов разрешения более 1,5, что позволяет рекомендовать разработанный вариант для препаративных целей. Выявлены возможности хиральной лигандообменной высокоэффективной хроматографии (ЛО ВЭТСХ) для разделения энантиомеров нестероидных противовоспалительных препаратов (модификация подвижной фазы комплексами Cu^{2+}/L -пролин или Cu^{2+}/L -гидроксипролин), β-блокаторов (модификация неподвижной фазы комплексами Cu^{2+}/L -пролин). Получены высокие значения факторов энантиоселективности (~ 9,4) и факторов разрешения (4,4).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Методы анализа:

Тонкослойная хроматография

Изучено электрохимическое поведение стеклоуглеродного электрода, модифицированного гибридными органо-неорганическими пленками на основе макроциклических и гиперразветвленных матриц, включающих наночастицы золота и серебра, в реакциях медиаторного окисления дофамина, пероксида водорода и тиохалина. Показано, что введение наночастиц металлов приводит к электрокаталитическому увеличению тока окисления/восстановления и снижению рабочего потенциала на 250–350 мВ относительно аналогичного электрода, модифицированного полимерными материалами в отсутствие металлов. Определены области устойчивости наночастиц металлов в зависимости от условий их осаждения и влияние природы полимерного компонента на аналитические характеристики определения аналитов. Разработаны методики селективного определения указанных соединений в присутствии аскорбиновой и мочевиной кислоты в интервале концентраций 0.1 мкМ – 0.1 мМ (пероксид водорода и тиохалин) и 5 нМ – 100 мкМ (дофамин). По результатам вольтамперметрических измерений рассчитаны гетерогенные константы скорости переноса электрона и коэффициент переноса модифицированных электродов. Разработанные модифицированные электроды могут найти применение как преобразователи сигнала электрохимических биосенсоров, а также для селективного определения указанных аналитов в биологических жидкостях.

Автор(ы): Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Методы анализа:

Вольтамперометрия и полярография; Химические сенсоры

Исследованы энантиоселективные свойства антибиотиков эритромицина и азитромицина в неводных средах.

Изучена стабильность растворов антибиотиков, их кислотно-основные свойства и электрофоретическое поведение в водно-органических и неводных буферных растворах. Установлена стехиометрия комплексов хиральный селектор – энантиомер. Изучено влияние состава буферного раствора, концентрации хирального селектора и природы органического растворителя (метанол, ацетонитрил) на энантиоразделение. Получено разделение энантиомеров 17 биологически активных первичных и вторичных аминов (эфедрин, амфетамин, синефрин, бета-блокаторы и др.) в неводном буферном растворе, содержащем эритромицин. Продемонстрирована возможность применения азитромицина для энантиоразделения тетрагидрозолина и метоксифенамина в НКЭ.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Исследованы электродноактивные свойства перфторированных сульфокатионообменных мембран, термически обработанных этиленгликолем и растворами аминокислот, витаминов, лекарственных веществ, а также модифицированных наночастицами оксида циркония (IV), для разрабатываемых ПД-сенсоров. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы, включающие ионоселективные электроды и оригинальные ПД-сенсоры на основе наномодифицированных мембран для экспресс-анализа многокомпонентных водных растворов, содержащих аминокислоты, витамины и лекарственные вещества, в различных диапазонах pH. Мультисенсорные системы включают ПД-сенсоры, ионоселективные электроды, электрод сравнения, многоканальный высокоомный потенциометр, компьютерную программу для обработки многомерного отклика массива сенсоров.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Методы анализа:

Потенциометрия (в том числе ионометрия); Химические сенсоры

+Биологические и медицинские объекты

Установлены условия хроматографического разделения месалазина, сульфаметоксазола и сульфадиметоксина в условиях обращено-фазной ВЭЖХ, найдены и обоснованы рабочие условия высокочувствительного и избирательного определения этих лекарственных веществ в моче и слюне, оптимизированы способы их пробоподготовки при высокопроизводительных определениях тест-препаратов процессов ацелирования. Показана возможность определения месалазина, сульфаметоксазола и сульфадиметоксина в моче и слюне спектрофотометрическим методом на основе реакции с 7-хлор-4,6-динитробензофураксаном и разработаны способы косвенного определения активности N-ацетилтрансферазы на основе оценки фармакокинетических параметров аналитов при их экскреции с мочой, сульфадиметоксина в слюне с применением ВЭЖХ и спектрофотометрии и обосновано их использование для персонализации фармакотерапии. Комплексом методов биофармацевтического анализа изучена фармакокинетика тест-препаратов ацелирования и окисления при хроническом вирусном гепатите В.

Автор(ы): Гармонов С.Ю., serggar@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография; Спектрофотометрия

Установлен химический состав биологически активной субстанции на основе перги с привлечением разработанных способов определения водо- и жирорастворимых витаминов, методов оценки аминокислотного, липидного и минерального состава. Проведена стандартизация препарата «Винибис С» на основе субстанции перги как лечебно-профилактического средства, позволяющих компенсировать недостаток биологически активных соединений в организме человека. Использован показатель антиоксидантной емкости крови человека, определяемый кулонометрическим методом, для изучения акустического воздействия на организм в области 250-5000 Гц. Максимальное воздействие на антиоксидантную систему наблюдается при частоте 500 Гц и росте звукового давления от 70 дБа до 90 дБа. Предложен способ защиты от шума путём применения витаминизированного препарата «Винибис С».

Автор(ы):

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Методы анализа:

Другие методы определения; Кулонометрия

Получены сенсоры на основе ионных ассоциатов новокаина, лидокаина с тетрафенилборат-ионом и определены их электрохимические характеристики. Методом бионных потенциалов определены коэффициенты селективности электродов. Разработана методика определения новокаина и лидокаина в смесях с цефтриаксоном и цефазолином; изучена устойчивость смешанных растворов во времени. Проведен анализ жидкости ротовой полости на содержание лидокаина и установлено оптимальное время всасывания анестетика из «Лидоксор геля».

Автор(ы): Чернова Р.К. chernov-ia@yandex.ru

Саратовский государственный университет

Саоатлв

Методы анализа:

Химические сенсоры

– Реализованы основные этапы изготовления микрочипов (негативная фотолитография, изготовление полимерных реплик, сборка) микрофлю-ид-ной системы для капиллярного электрофореза с электрохимическим детектированием. На примере дофамина показано, что модификация поверхности каналов микрочипа позволяет увеличить эффективность электрофоретического анализа и воспроизводимость времен миграции компонентов. Использование on-line концентрирования позволило существенно увеличить соотношение сигнал/шум при анализе смеси ка-те-холаминов. Фактор концентрирования для дофамина составил 40; для норадреналина 47. С применением стэкинга удалось снизить пределы обнаружения до 5 ppm.

– Предложена процедура синтеза PLOT колонок для капиллярной электрохроматографии (КЭХ) с использованием в качестве стационарных фаз метакрилатных и дендритных полимеров на основе поли-эти-ленимина, модифицированных мальтозой. Выявлены возможности различных вариантов on-line концентрирования. Установлены факторы, влияющие на процесс on-line концентрирования: время ввода пробы (1-300с), напряжение (10-20 кВ), состав рабочего буфера. Получены сравнительные характеристики по пределам обнаружения, эффективности, селективности разделения белков в условиях КЭХ с использованием синтезированных PLOT-дендритных и PLOT-метакрилатных колонок и капиллярного зонного электрофореза.

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@I26246.spb.edu
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург

Методы анализа:

Капиллярный электрофорез и близкие методы; Микрочипы в аналитике

+Благородные металлы

Установлены особенности агрегации наночастиц золота в растворах в присутствии тиолсодержащих соединений (цистеина, цистеина, меркаптоэтанола, меркаптопропионовой кислоты) и антибиотиков (окситетрациклина, неомицина, эритромицина, ампициллина). Установлено, что агрегацию наночастиц золота, стабилизированных цитрат-ионами, вызывают только цистеамин и неомицин. Показано, что по мере увеличения концентрации цистеина и неомицина в спектрах поглощения растворов наночастиц золота наблюдаются изменения, проявляющиеся в уменьшении полосы поверхностного плазмонного резонанса при 525 нм, появлении и увеличении интенсивности полосы при 650 – 750 нм, соответствующей агрегатам наночастиц. Даны объяснения процессам агрегации в зависимости от типа наночастиц и их концентрации, концентрации ЭДТА, pH раствора и ряда других факторов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Методы анализа:

Наноаналитика

+Пищевые продукты и корма

Показано, что использование в ТСХ модифицированных мицеллярных элюентов, содержащих органический растворитель и мицеллы катионных, анионных или неионных поверхностно-активных веществ (ПАВ), позволяет в 8-10 раз улучшить эффективность и в 2-5 раз селективность разделения аналитов, а также в 2-3 раза повысить чувствительность их определения по сравнению с водно-органическими элюентами. Установлено, что основой улучшения хроматографических параметров является разная степень связывания мицеллами ПАВ компонентов анализируемой смеси и вклад в удерживании сорбатов трех видов равновесий в системах растворитель-сорбент, растворитель-мицелла и мицелла-сорбент. В варианте обращенно-фазовой тонкослойной хроматографии (ТСХ) разработаны методики определения олеаноловой и глицирризиновой кислот в некоторых фармацевтических препаратах и пищевых продуктах в модифицированных мицеллярных подвижных фазах, содержащих хлорид цетилтриметиламмония. S_r составляет 0,020 - 0,022, что существенно ниже, чем в водно-органических подвижных фазах.

Автор(ы): Сумина Е.Г. suminaeg@yandex

Саратовский государственный университет

Саратов

Методы анализа:

Тонкослойная хроматография

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

Аналитические приборы

Выявлены основные этапы теоретической оценки аналитических возможностей метода электроиндуцированной термолинзовой спектроскопии: постановка исследования (геометрия ячейки и электродов), распределение электрического потенциала, тепловыделение, распределение температуры, изменение оптических свойств среды в зависимости от концентрации определяемого вещества, прохождение световых лучей через среду с неоднородным показателем преломления. Составлены математические программы, позволяющие моделировать отдельные стадии метода электроиндуцированной термолинзовой спектроскопии. Предложен принципиально новый подход формирования термолинзы на конце капиллярной

трубки в очень малом объеме. Предложенный подход может быть использован для создания нового детектора для хроматографии.

Автор(ы): Зуев Б.К. zubor@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Разработан способ экспресс-оценки загрязнения легколетучими органическими соединениями природных и степени очистки промышленных вод по составу равновесной газовой фазы над образцами с применением анализатора газов «МАГ-8».

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Проведено изучение методов сортировки ионов по времени пролета для создания инновационных времяпролетных приборов анализа вещества.

Разработан опытный образец радиочастотного времяпролетного масс-анализатора ионов.

Разработаны теория и метод оже-электронного и масс-спектрометрического исследования состава и поверхности вещества для микро- и наноэлектроники.

Разработаны теоретические и экспериментальные основы проектирования радиочастотных времяпролетных приборов микроанализа вещества с лазерной ионизацией твердой фазы.

Автор(ы): Дягилев Александр Алексеевич a.dyagilew@gmail.com

Рязанский государственный радиотехнический университет

Рязань

Объекты

Разработан и сертифицирован квадрупольный газоанализатор на диапазон масс 1-100 и 1-250 а.е.м.

Разработан малогабаритный анализатор остаточной атмосферы вакуума на диапазон масс 1-60 а.е.м.

В стадии НИР разработка тандемного квадрупольного детектора для газового хроматографа, а также создание линейной ионной ловушки для удержания многозарядных ионов.

Автор(ы): Черняк Евгений Яковлевич evchernyak@yandex.ru

Малое предприятие «Шиболет»

Рязань

Объекты

Исследовали влияние параметров, определяющих режим работы двухструйного дугового плазматрона и геометрию факела плазмы (величина рабочего тока, расход транспортирующего и плазмообразующего газа, угол слияния струй, аналитическая зона факела) на интенсивность аналитических линий. Измерена интенсивность спектральных линий при всех вариантах комбинирования параметров работы плазматрона. Определены оптимальные условия возбуждения спектральных линий. Выявлено, что оптимальный режим работы ДДП для возбуждения атомных линий не является оптимальным режимом работы для возбуждения ионных линий. Выбор наиболее выгодного режима работы плазматрона способствует снижению пределов обнаружения.

Автор(ы): Зуев Б.К. zubor@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

+Химические сенсоры

Проведены экспериментальные и теоретические исследования газочувствительных свойств тонких пленок ряда металлокомплексов (II) этиопорфиринов. Разработана модель взаимодействия свободных молекул этиопорфиринов в основном и в возбужденном состояниях с молекулами электронодонорных газов: аммиака, оксидов азота (II) и (IV), воды). Конформационный анализ молекул металлокомплексов этиопорфиринов и аддуктов присоединения показал равновероятное существование всех конформационных изомеров. Термодинамические исследования данной реакции присоединения показали возможность обратимости этого процесса. Проведен сравнительный анализ темновой и фотопроводимости тонких пленок этиопорфирина_II кобальта (II), Co(II)EP в присутствии различных газов. Показано, что в обоих случаях основной вклад в проводимость вносят молекулы кислорода, адсорбированные на поверхности газочувствительного слоя. Обнаружено, что концентрация адсорбированных молекул кислорода возрастает при фотовоздействии на поверхность пленки, что приводит к увеличению ее проводимости при данной температуре. Фотовоздействие позволяет добиться максимальной сенсорной чувствительности пленок Co(II)EP к аммиаку при комнатной температуре.

Автор(ы): Ищенко А.А., Гольдштрах М.А., Бахтин А.В., Дорофеев С.Г., Киселёв Ю.М., Кононов Н.Н., Рабалтовский А.О., Радциг В.А.

Московский государственный университет тонких химических технологий им М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, НИИЯФ, ИОФ им. А.М. Прохорова РАН, ИХФ им.Н.Н. Семенова РАН
Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Сорбция

Разработан метод хемосорбционного концентрирования и определения следовых количеств токсичных аминсоединений в воздухе (химические дозиметры).

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru

Казанский государственный технологический университет

Казань

Объекты

Воздух

+Хроматографические методы

Разработан и изготовлен опытный образец прибора для определения суммы антиоксидантов и суммы антоцианов в пищевых продуктах. Антоцианы (антоцианидины и антоцианины) – это природные красители, присутствующие в основном в окрашенных ягодах, фруктах и овощах. Выявлен 21 тип антоцианидинов (агликонов без сахарных заместителей), широко распространены 6 типов (цианидин, пеларгонидин, дельфинидин, леонидин, петунидин, малвидин). Антоцианины имеют в составе сахарные заместители (остатки): ксилозу, арабинозу, галактозу и глюкозу. Из растений выделено свыше 600 разных антоцианинов. Во всем мире к антоцианам как природным красителям проявляется высокий интерес. Многие производители пищевых продуктов стремятся заменить искусственные красители, зачастую вредные для здоровья, на полезные натуральные. Мировое производство антоцианов оценивается в 10 млрд. долларов в год. В связи с этим высокая необходимость обеспечения аналитического контроля антоцианов в процессе их выделения и производства. Прибор для определения суммарного содержания антоцианов создан на базе «ЦветЯуза-01-АА», в котором последовательно установлены фотометрический и амперометрический детекторы (фотометрический на 7 длин волн в диапазоне 450 – 550 нм, область поглощения основных антоцианов). По отношению сигналов на разных длинах волн можно достоверно идентифицировать происхождение антоцианов в разных БАДах и пищевых продуктах. Особенно это актуально для многих БАДов на основе черники разных производителей. Получен патент: Яшин Я.И., Яшин А.Я., Рыжнев В.Ю., Пепеляев С.Г. Способ определения суммарного содержания антиоксидантов и суммарного содержания антоцианов в пищевых продуктах и напитках. Патент на изобретение №2471181. зарегистрирован 27.12.2012. Приоритет 20.06.2011. Опубликовано 27.12.2012. Бюл.№36.

Автор(ы): Яшин Я.И., yashinchrom@mail.ru
НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"
Москва
Объекты
Пищевые продукты и корма

Получен патент на нанокапиллярную колонку: Солдатов В.П., Яшин Я.И., Рыжнев В.Ю., Федоров В.В. Способ приготовления нанокапиллярной хроматографической колонки. Патент на изобретение. № 100277; № 2426113 от 18.08.2010г. Бюл.№22

Автор(ы):
НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"
Москва
Объекты

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Разработан и изготовлен опытный образец прибора для определения суммарного и покомпонентного содержания антиоксидантов в пищевых продуктах. Прибор представляет собой гибридный портативный жидкостный хроматограф и проточно-инжекционную систему с амперометрическим детектированием. Аналогов прибора нет. Способ определения защищен патентом: Яшин Я.И., Яшин А.Я., Рыжнев В.Ю. Способ экспрессного определения антиоксидантов в пищевых продуктах. Патент на изобретение №2468364. Зарегистрирован 27.11.2012. Приоритет 14.03.2011.

Автор(ы): Яшин Я.И., yashinchrom@mail.ru
НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"
Москва
Объекты
Пищевые продукты и корма

+Экстракция

Проведено сравнительное изучение фракционирования форм тяжелых металлов, а также мышьяка, сурьмы и селена в почвах, илах и донных отложениях с использованием двух систем динамического экстрагирования – вращающихся спиральных колонок (ВСК), в которых твердый измельченный образец удерживается под действием центробежных сил, и упакованных образцом конусовидных и цилиндрических микроколонок (МК) с мембранными фильтрами. Для фракционирования форм меди, цинка, свинца и кадмия применяли разработанную авторами схему экстрагирования. При фракционировании мышьяка и сурьмы (существующих в анионных формах), и селена (присутствующего в почвах и илах в катионной, анионных и элементарной формах) использовали последовательности выщелачивающих реагентов, выбранные на основании литературных данных о селективности реагентов по отношению к растворимым компонентам (фазам) образца. Найдена взаимосвязь между результатами фракционирования форм элементов, некоторыми физико-химическими свойствами почв, илов и донных отложений и особенностями перемешивания образца и элюента в ВСК и МК. Показано, что ВСК обеспечивают более эффективное, по сравнению с МК, извлечение наиболее подвижных (экологически значимых) форм мышьяка, сурьмы и селена из образцов, богатых органическим веществом. Однако в большинстве случаев, несмотря на разную эффективность извлечения отдельных фракций, ВСК и МК позволяют получить сопоставимые диаграммы распределения экстрагируемых форм элементов. Сделана оценка влияния скорости потока элюента на процессы динамического экстрагирования тяжелых металлов, мышьяка и сурьмы в ВСК и МК. Показано, что низкая скорость потока (1-1.5 мл/мин) является предпочтительной, поскольку дает возможность устранить наиболее заметные противоречия между результатами экстрагирования в ВСК и МК, а также более корректно определить содержание подвижных (доступных) форм элементов. Сформулированы некоторые рекомендации по практическому применению методов динамического фракционирования различных по физико-химической подвижности и потенциальной биологической доступности форм элементов в почвах,

илах и донных отложениях.

Автор(ы): Федотов П.С. fedotov_ps@mail.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

+Газовая хроматография

Разработаны физико-технические основы производства экспрессных газохроматографических поликапиллярных колонок (ПКК) длиной 1м, свернутые в спираль малого диаметра (80 мм) для полевых газовых хроматографов универсального назначения, включая геохимическую съемку при поиске залежей нефти и газа, экологический контроль, обнаружение взрывчатых веществ. Колонки содержат 1000 капилляров диаметром 40 мкм, внутренняя поверхность которых покрыта неподвижной жидкой фазой SE-30. В частности выявлены технологические параметры сворачивания многоканальных трубок в спираль; получены экспериментальные образцы компактных спиральных поликапиллярных колонок с эффективностью до $15 \cdot 10^3$ теоретических тарелок, предназначенные для использования в составе портативных экспрессных газовых хроматографов. Известные ПКК, скрученные в спираль диаметром 120 мм, громоздки для встраивания в полевые приборы. Новые ПКК не имеют аналогов, их применение обеспечит качественно новые возможности полевых хроматографов.

Автор(ы): Науменко И.И., root@multichrom.nsk.ru Грузнов В.М. GruznovVM@ipgg.sbras.ru

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН

Новосибирск

Объекты

+Масс-спектрометрия

Совместно с ИОФ РАН разработан новый способ ввода анализируемой пробы в лазерный масс-спектрометр, основанный на сочетании программируемой термодесорбции с поверхностно активированной лазерной десорбцией-ионизацией. Изготовлен узел ввода твердых и жидких проб и интерфейс его сопряжения с лазерным масс-спектрометром.

На основе термодесорбционного способа ввода пробы и созданного ранее лазерного масс-спектрометра предложен и реализован способ быстрого скрининга лекарственных препаратов без пробоподготовки.

Автор(ы): Гречников А.А. grechnikov@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны теория и методы оже-электронного и масс-спектрометрического исследования состава и поверхности вещества для микро- и наноэлектроники.

Разработаны теоретические и экспериментальные основы проектирования радиочастотных времяпролетных приборов микроанализа вещества с лазерной ионизацией твердой фазы.

Исследованы методы сортировки ионов по времени пролета для создания инновационных времяпролетных приборов анализа вещества.

Разработан опытный образец радиочастотного времяпролетного масс-анализатора ионов.

Автор(ы): Дягилев Александр Алексеевич a.dyagilew@gmail.com

Рязанский государственный радиотехнический университет

Рязань

Объекты

+Рентгеновские методы

Разработана, построена, исследована в лабораторных условиях и передана для апробации и возможного серийного производства в ООО «Полюс», Санкт-Петербург, ячейка для РФА ПВО измерений нового поколения, созданная на базе модифицированного волновода-резонатора, превосходящая по аналитическим параметрам существующие промышленные РФА ПВО спектрометры. Построена и введена в эксплуатацию приставка для РФА тонкоплёночных покрытий при ионно-пучковом возбуждении флуоресценции, позволяющая эффективно диагностировать наличие примесей элементов с малыми Z в материалах

Автор(ы): Егоров В.К., egorov@iptm.ru

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН

Черноголовка

Объекты

МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методы обнаружения и идентификации

Методы обнаружения и идентификации

Продолжены работы по математическому моделированию динамических процессов дифференцирующего растворения многоэлементных многофазовых объектов анализа. При моделировании процессов ДР характер разделения каждых двух соседних фаз характеризовали селективностью (разделение максимумов пиков) и эффективностью (форма пиков, степень их ассиметричности и размытости). Для количественной характеристики степени разделения фаз использовали применяемый в хроматографии коэффициент разделения, величина которого характеризовалась отношением временного отрезка между максимумами двух соседних пиков к сумме соответствующих ширин этих пиков на их полувисоте. Получены новые сведения о селективности и эффективности процессов разделения смесей твердых фаз, пространственная неоднородность которых обусловлена неоднородностью их гранулометрического состава.

При изучении химического состава гетерогенных катализаторов, носителей, сорбентов, других твердых неорганических веществ и функциональных материалов стехиографический метод ДР применяли для определения фазового состава этих объектов, состава поверхности, а также для характеристики неоднородности состава индивидуальных фаз и их смесей. Были исследованы серии образцов оксидных Al-Cr-O, Fe-Co-O/Al₂O₃, Fe-Co-O/MgO, катализаторов сперовскитовой структурой активного компонента LaCoO₃ и др. Для гетерогенных катализаторов важна возможность определения степени окисления элементов из их состава при установлении как природы их каталитического действия, так и причин изменения каталитической активности и селективности, а также химической и термической стабильности, механической прочности и других свойств. В динамическом режиме ДР различные твердые фазы растворяются последовательно, соответственно последовательно вступают в реакции растворения и различные валентные формы элементов в составе этих фаз, что позволяет проводить обнаружение, идентификацию и количественное определение таких форм. Были разработаны новые методики определения степени окисления железа и хрома в различных фазах многофазовых образцов оксидных железо- и хромсодержащих катализаторов.

Автор(ы): Малахов В.В. malakhov@catalysis.ru

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН

Новосибирск

Объекты

+Хромато-масс-спектрометрия

В рамках работ по созданию новых массивов справочных масс-спектральных данных - выпущена библиотека литературных тандемных масс-спектров микроцистинов и родственных соединений (совместно с Лабораторией токсикологической химии органических соединений Института токсикологии ФМБА РФ) ;- проведено изучение масс-спектров фуллеренов и микроцистинов, зарегистрированных с использованием

метода MALDI LIFT ToF/ToF, и обоснована возможность получения справочных MALDI масс-спектров на основе указанного варианта метода

Автор(ы): Мильман Б.Л. bmilman@mail.rcom.ru ; bormilman@yandex.ru

Институт экспериментальной медицины (ИЭМ) РАМН

Санкт-Петербург

Объекты

+Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)+ Хемометрика, математизация химического

Совместно с учеными фирмы IBM (Швейцария), университета Тромсё (Норвегия) и университета Aberdeen (Великобритания) предложен принципиально новый метод установления структуры органических молекул. Совместно применены атомно-силовая микроскопия, экспертная система StructureElucidator, основанная на использовании одномерных и двумерных спектров ЯМР, и квантовохимические методы расчета геометрии и ¹³C и ¹H ЯМР химических сдвигов. Новый метод предназначен для идентификации плоских протон-дефицитных соединений, для которых спектральные методы дают ограниченную структурную информацию. Работоспособность предложенного метода подтверждена на примере идентификации природных соединений с беспрецедентной структурой, выделенных из позвоночных, обитающих в водах Арктики. (Angew.Chem.Int.Ed., 12238-

12241)

Автор(ы): Эляшберг М.Е. mikhail.elyashberg@gmail.com

Advanced Chemistry Development

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Методы определения

Анализ в потоке

Анализ в потоке

Разработана автоматизированная методика определения водорастворимых форм меди в аэрозолях воздуха, включающая стадию автономного адгезионного выделения аэрозолей на колонке со стекловолокном в режиме «on site», с последующим фотометрическим определением выделенного на колонке аналита в условиях циклического инъекционного анализа по реакции с высокочувствительным фотометрическим реагентом на медь – пикрамин-эпсилон. Диапазон определяемых концентраций меди (II) от 1,5 до 40 мкг/м³. Предел обнаружения меди составляет 0,5 мкг/м³ при объеме пробы воздуха 30 л. Время отбора пробы на адгезионную колонку – 15 мин, время анализа концентрата – 5 мин.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Воздух

Разработана экспрессная циклическая инъекционная методика определения карбамидов в строительных материалах, основанная на реакции образования оснований Шиффа при взаимодействии карбамидов с п-диметиламинобензальдегидом. Диапазон определяемых концентраций составил от 20 до 400 мг/кг. Производительность – 20 определений в час.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты
Другие объекты анализа

Теоретически и экспериментально обоснована идея нового подхода к автоматизации многокомпонентного анализа, предполагающего определение нескольких веществ в смеси по реакциям одновременного образования их аналитических форм, имеющих близкие аналитические свойства в условиях циклического инъекционного анализа с применением хемометрических алгоритмов. Возможности нового подхода проиллюстрированы на примере разработки циклической инъекционной спектрофотометрической методики определения алюминия и железа в нефтепродуктах.

Автор(ы):
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты
Природный газ, нефть и нефтепродукты

Разработана методика проточно-инъекционного определения стафилококковый энтеротоксин А в пищевой продукции с помощью пьезокварцевого сенсора. Предел обнаружения стафилококковый энтеротоксин А составляет 0,4 нг/мл.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@stu.lipetsk.ru
Липецкий государственный технический университет
Липецк
Объекты
Пищевые продукты и корма

+Химические сенсоры

Проведен комплекс фундаментальных исследований, ориентированных на создание новых методов и средств экспресс-определения и исследования биологически активных веществ органической природы (природных и синтетических), используемых с лечебной целью. Синтезированы новые хромогенные редокс-реагенты – производные тетрафенилдиазония; созданы вольтамперометрические сенсоры на основе пленочных покрытий, импрегнированных многостенными углеродными нанотрубками и металлокомплексными редокс-медиаторами; разработаны метод проточно-инъекционного анализа для контроля качества лекарственных веществ по тесту «растворение», а также метод последовательно-инъекционного анализа для количественной оценки антиоксидантной активности биологически активных веществ, содержащих подвижные атомы водорода

Автор(ы): Шпигун Л.К. shpigun@igic.ras.ru
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН
Москва
Объекты
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Спектрофотометрия

Разработана циклическая инъекционная фотометрическая методика определения цистеина в пищевых добавках и кормах. В её основе лежит экспрессная и чувствительная реакция цистеина с 18-молибдофосфатом аммония. Предел обнаружения цистеина составил 3 мкМ, время одного анализа – 3 мин.

Автор(ы): Москвин Л. Н., moskvinln@yandex
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты
Пищевые продукты и корма

Разработана автоматизированная методика спектрофотометрического определения флавоноидов в лекарственном растительном сырье, включающая стадию экстракционного выделения флавоноидов с последующим их детектированием по реакции образования окрашенных комплексов с ионами алюминия в мицеллярных средах КПАВ. Предел обнаружения флавоноидов методом циклического инъекционного анализа составил 0,003 % в пересчете на рутин при массе пробы 0,1 г, время одного определения – 8 мин

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Биохимические и биологические методы

Биохимические и биологические методы

Предложена конструкция универсального и простого в эксплуатации твердофазного сенсора с флуориметрическим детектированием аналитического сигнала для определения пирокатехина и допамина. Отличительной особенностью разработанного биосенсора является формирование и измерение аналитического сигнала непосредственно в чувствительной мембране, иммобилизованной на поверхности подложки, что позволяет анализировать мутные среды и объекты с водонерастворимой матрицей без дополнительной пробоподготовки.

Оптимизированы условия формирования отклика чувствительного слоя сенсора на твердой поверхности (состав двухслойной пленки {хитозан-о-фенилендиамин/хитозан-пероксидаза}, объем модифицирующей жидкости биочувствительного слоя, концентрации компонентов индикаторной системы, pH); а также условия регистрации флуоресцентного сигнала в твердой матрице.

Разработаны методики определения пирокатехина и допамина с использованием описанного сенсора (пирокатехин: диапазон определяемых содержаний (ДОС) 0,5–5,0 мкМ, $ct_{min} = 0,1$ мкМ, $sr = 0,09$; допамин: ДОС 0,1–10,0 мкМ, $ct_{min} = 0,03$ мкМ, $sr = 0,08$). Предложенный твердофазный сенсор позволяет определять указанные аналиты чувствительностью в 20 и 10 раз большей, чем с использованием методики на основе той же индикаторной реакции в растворе.

Получены оптически прозрачные пленки, а также гели хитозана с молекулярными отпечатками дибензотиофена, сульфона дибензотиофена и промазина при использовании серной кислоты и глутарового альдегида в качестве сшивающих агентов и проведено предварительное изучение их сорбционных свойств. Выявлено, что применение серной кислоты приводит к образованию мутных гелей, в то время как использование глутарового альдегида позволяет получить оптически прозрачные гидрогели.

На основании проведенного эксперимента установлено, что для получения хитозана с молекулярными отпечатками сульфона дибензотиофена и промазина более перспективен способ ковалентной «сшивки» полисахарида при мольном соотношении глутаровый альдегид:глюкозамин хитозана = 2:1.

Показано, что эффективными растворителями для извлечения сульфона дибензотиофена и промазина из полученных полимеров на стадии синтеза являются диметилсульфоксид и вода соответственно. Применение ацетонитрила, диметилсульфоксида и этанола не позволяет эффективно извлечь дибензотиофен без разрушения матрицы.

Предварительные данные о сорбционной селективности гидрогелей хитозана с молекулярными отпечатками промазина свидетельствуют о проявлении ими большей распознающей способности в отношении темплата по сравнению со структурно-родственными соединениями.

Показана возможность сочетания извлечения сульфона дибензотиофена и промазина гидрогелями и пленками на основе хитозана с определением этих соединений спектрофотометрическим и кинетическим

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Проведены работы по созданию микро- и наносенсоров электрохимического типа, многоканального матричного преобразователя и системы подачи растворов (на примере pH-чувствительной единичной ячейки) для определения соединений физико-химическими методами. Разработаны методика изготовления планарной наноструктуры для наноэлектронного трансдьюсера/преобразователя; методика регистрации сигналов планарной наноструктуры; осуществлена модификация поверхности двуокиси кремния планарной наноструктуры линкерными молекулами, содержащими эпоксигруппировки; осуществлена иммобилизация фермента глюкозооксидазы на поверхности планарной наноструктуры через линкерные молекулы. Показано, что чувствительность регистрации глюкозы составляет 0.4 нА/мМ. Созданная модель нанобиосенсора характеризуется высоким отношением "Сигнал/Шум" – около 10:1. На основании использованного метода иммобилизации и атомно-силовых изображений наноэлектронного сенсора сделан вывод о регистрации сигнала от одиночных молекул фермента.

Исследованы параметры модели нанобиосенсора: получены вольт-амперные характеристики ферментного препарата, отражающие функциональное состояние белка и свидетельствующие о возможности регистрации аналитического сигнала, вызванного присутствием глюкозы.

Автор(ы): Решетилев А.Н. anatol@ibpm.pushchino.ru

Институт биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрыбина РАН

Пушино

Объекты

Расширены аналитические возможности метода микрочиповой полимеразной цепной реакции в режиме реального времени (ПЦР-РВ). Разработаны новые тест-системы для определения точечных мутаций в геноме человека и возбудителей ветеринарных инфекций. Проведены испытания тест-систем. Оптимизирована технология плазмохимической обработки поверхности микрочипов из кремния и алюминия.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет,

Санкт-Петербург

Объекты

Изучена возможность использования в пьезокварцевых сенсорах полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО), сформированных непосредственно на поверхности электрода сенсора методом электрополимеризации, а также наносфер с поверхностными отпечатками аналитов (пенициллина и ампициллина). Для получения электросинтезированных пленок ПМО в потенциодинамическом режиме с циклической разверткой потенциала в предполимеризационную смесь одновременно вводили функциональный мономер (анилин, пиррол, p-аминофенол), кросс-мономер (ди- и тригидроксимбензолы и их производные), фоновый электролит и раствор темплата (цефатоксим или пенициллинG). Исследовано влияние концентрации функционального и кросс-мономеров, природы и концентрации фонового электролита, концентрации темплата на свойства получаемых пленок (масса и толщина, устойчивость при длительной эксплуатации, сорбционная емкость, перекрестная чувствительность). Установлено, что при использовании сенсоров на основе электрогенерированных ПМО возможно обнаружение пенициллинаG и цефатоксима на уровне 1,0 и 7,6 нг/мл.

Изучены условия синтеза наносфер с молекулярными отпечатками пенициллина и ампициллина методом преципитации. Установлено влияние природы функционального мономера (метакриловая кислота, 4-винилпиридин, метилметакрилат), кросс-мономеров (дивинилбензол, этиленгликольдиметакрилат, триметилпропан триметакрилат), инициатора свободных радикалов (азобисизобутиронитрил) и порогенного растворителя на диаметр и дисперсность наночастиц. Показано, что облучение ультразвуком приводит к 5-кратному снижению размера синтезируемых наночастиц и существенному уменьшению полидисперсности.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@lipetsk.stu.ru
Липецкий государственный технический университет
Липецк
Объекты
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Продолжена разработка пьезокварцевых иммуно- и биомиметических сенсоров для определения в пищевой продукции следовых концентраций лекарственных препаратов (пенициллины, цефалоспорины) и природных токсинов.

Изучены условия определения индивидуальных пенициллинов (пенициллинG, ампициллин) с помощью поли- и моноклональных антител, суммарного содержания антибиотиков пенициллинового ряда с применением групп-специфических антител. Разработаны методики определения пенициллинов в мясе, яйцах, молочных продуктах. Изучены условия определения стафилококкового энтеротоксина А с помощью пьезокварцевого иммуносенсора в прямом формате анализа. Сопоставлены способы формирования рецепторного слоя сенсора на основе моноклональных антител к токсину, включающие электрогенерирование подложки на основе полианилина и полипиррола и ковалентное присоединение биомолекул с помощью бифункциональных реагентов; закрепление биомолекул на последней стадии полимеризации полипиррола; иммобилизацию антител на поверхности самоорганизующихся монослоев линейных и гетероциклических тиолов. Предложены хаотропные реагенты, обеспечивающие многократное применение рецепторных слоев в проточно-инжекционном режиме анализа. Для снижения предела обнаружения токсина предложено использовать наночастицы золота диаметром 5 нм.

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@lipetsk.stu.ru
Липецкий государственный технический университет
Липецк
Объекты
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны тест-методы для качественного и количественного определения Т-2 и НТ-2 токсинов в образцах зерна. Специфические антитела иммобилизовали на твердую подложку (пористый полиэтиленовый фильтр или гель на основе сефарозы) и помещали внутрь прозрачной колонки. Тест-метод объединяет функции очистки образца, концентрирования аналита и иммунодетектирования целевого аналита в результате развития окраски, катализируемой пероксидазой хрена. Использование антител, специфических к Т-2, и конъюгата НТ-2 – пероксидаза хрена позволило одновременно определять оба микотоксина. Для качественных тестов (визуальная детекция) получен контрольный 2 нг мл⁻¹ экстракта для Т-2 и НТ-2 токсинов. Количественный метод позволил получить предел обнаружения 0.55 нг г⁻¹ для Т-2 токсина и 1.7 нг г⁻¹ для НТ-2 токсинов в спайкированных образцах пшеницы. Результаты определения целевых микотоксинов с образцах зерна, контаминированных Т-2 и НТ-2 токсинами, показали хорошее согласие с результатами подтверждающего метода ЖХ-МС/МС.

Автор(ы): Горячева И.Ю. GoryachevaIy@mail.ru
Саратовский государственный университет
Саратов
Объекты
Пищевые продукты и корма

Получены иммунореагенты, разработаны методики поляризационного флуоресцентного анализа и показана их эффективность для определения микотоксинов зераленона и охратоксина А.

Автор(ы): Еремин С.А. saeremin@gmail.com
МГУ им. М.В. Ломоносова
Москва
Объекты

На примере антибиотика офлоксацина охарактеризовано иммунохимическое детектирование энантиомерных форм целевого соединения. Для реализации экспрессного (10-15 мин.) иммунохроматографического

определения офлоксацина определены оптимальные условия проведения реакции антиген-антитело с использованием различных конъюгатов и мембранных носителей. Изучены факторы, влияющие на пороговый уровень различения положительных и отрицательных проб. Порог детектирования офлоксацина с помощью разработанной тест-системы составляет 30 нг/мл, что соответствует его контролируемому уровню при оценке безопасности продуктов питания. Длительность определения – 10 мин.

Показана возможность использования в иммунохромато-графическом анализе конъюгатов нанодисперсного золота, получаемых адсорбционной иммобилизацией не очищенной фракции иммуноглобулинов, а нативных антисывороток. На примере иммунохроматографического определения офлоксацина показано совпадение характеристик тест-систем с использованием конъюгатов, полученных по разработанной и традиционной методике. Предложенный подход позволяет упростить методики изготовления иммунохроматографических тест-систем для контроля содержания различных соединений.

Предложен подход к усилению сигнала в иммуноаналитических системах с нанодисперсными маркерами, основанный на разделении стадий иммунохимического взаимодействия и связывания метки с иммунным комплексом. За счет разделения стадий становится возможным обеспечить соотношение коллоидный наномаркер – специфический иммунный комплекс, близкое к 1:1, регистрируя таким образом взаимодействие всех специфических антител и снижая предел обнаружения аналита. Экспериментальная реализация предложенного подхода для иммунохроматографического детектирования афлатоксина В1 с использованием свободных антител к афлатоксину и конъюгатов коллоидного золота с антивидовыми антителами характеризовалась в 10 раз меньшим пределом обнаружения по сравнению с традиционной тест-системой.

Методом адсорбционной иммобилизации получены конъюгаты магнитных частиц со специфическими антителами, пригодные для достоверного определения микотоксинов в реакционной среде (разведении экстракта пробы), содержащей до 40% метанола. Предложена методика проведения иммуноферментного анализа, в которой конъюгат магнитных наночастиц со специфическими антителами используется сначала для концентрирования аналита из большого объема пробы, а затем – в качестве носителя при проведении конкурентного иммуноанализа в лунках микропланшета. Разработанная методика позволяет снизить в 10 раз предел обнаружения афлатоксина В1 и сократить продолжительность иммуноферментного анализа до 30 мин.

Автор(ы): Дзантиев Б.Б. dzantiev@inbi.ras.ru

Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты; Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Исследованы аналитические характеристики и проведено количественное определение амфетаминов и опиатов с помощью иммунохроматографических тест-полосок.

Автор(ы): Еремин С.А. saeremin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Предложена конструкция универсального и простого в эксплуатации твердофазного сенсора с флуориметрическим детектированием аналитического сигнала для определения пирокатехина и допамина. Отличительной особенностью разработанного биосенсора является формирование и измерение аналитического сигнала непосредственно в чувствительной мембране, иммобилизованной на поверхности подложки, что позволяет анализировать мутные среды и объекты с водонерастворимой матрицей без дополнительной пробоподготовки.

Оптимизированы условия формирования отклика чувствительного слоя сенсора на твердой поверхности (состав двухслойной пленки {хитозан-о-фенилендиамин/хитозан-пероксидаза}, объем модифицирующей жидкости биочувствительного слоя, концентрации компонентов индикаторной системы, pH); а также условия регистрации флуоресцентного сигнала в твердой матрице.

Разработаны методики определения пирокатехина и допамина с использованием описанного сенсора (пирокатехин: диапазон определяемых содержаний (ДОС) 0,5–5,0 мкМ, $\sigma_{\min} = 0,1$ мкМ, $\sigma_r = 0,09$; допамин: ДОС 0,1–10,0 мкМ, $\sigma_{\min} = 0,03$ мкМ, $\sigma_r = 0,08$). Предложенный твердофазный сенсор позволяет определять указанные аналиты чувствительностью в 20 и 10 раз большей, чем с использованием методики на основе той же индикаторной реакции в растворе.

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Предложен способ расширения диапазона определяемых концентраций лактата в область высоких концентраций, необходимых для измерения в неразбавленных образцах пота с помощью лактатных датчиков. Учитывая положительный заряд участка активного центра фермента, отвечающего за связывание лактата, аффинность лактатоксидазы к лактату удаётся изменить путём включения фермента в иммобилизующую матрицу отрицательно заряженного перфторсульфонируемого полимера. Созданы лактатные биосенсоры на основе модифицированных берлинской лазурью планарных электродов с иммобилизованной лактатоксидазой в смешанной мембране следующего состава: 0,1% γ -аминопропилсилоксана и 0,4% перфторсульфонируемого полимера. Датчики позволяют определять лактат в диапазоне концентраций: 1 мМ – 0,5 М с чувствительностью: $(18,3 \pm 0,2)$ мкА/(М·см²). После 50 измерений (2 ч работы) датчик сохраняет $(95 \pm 5)\%$ от первоначального отклика, предел обнаружения составляет 0,8 мМ, время отклика менее 30 с. Путём интеграции лактатного биосенсора и тонкослойной ячейки разработана система определения лактата в малых объёмах пробы (1,5 мкл). Новая ячейка апробирована для амперометрических определений лактата в неразбавленных образцах

Автор(ы): Карякин А.А. aak@analytchem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработаны методики иммунохимического анализа при использовании квантовых точек в качестве меток. Квантовые точки CdSe/ZnS ядро/оболочка синтезированы методом высокотемпературного синтеза. Разработанные методики твердофазного иммунофлуоресцентного анализа на микропланшетах и тест-методы для внелабораторного определения использованы для определения микотоксина зеараленона. В тест-методах в качестве твердых носителей использованы гель на основе сефарозы (для ковалентного связывания антител) и полиэтиленовый пористый фильтр (для их физической адсорбции). Использование квантовых точек в качестве меток позволило понизить в 4 раза (по сравнению с традиционным ИФА с ферментной меткой) значение IC_{50} (0,1 нг мл⁻¹), PrO составил 0,03 нг мл⁻¹. Контрольный уровень определения для тест-методов составил 5 нг мл⁻¹. Разработанные методики определения зеараленона апробированы при определении этого микотоксина в образцах пшеницы. В качестве подтверждающего метода использован ЖХ-МС/МС.

Автор(ы): Горячева И.Ю. Goryachevaiv@mail.ru

Саратовский государственный университет,

Саратов

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Вольтамперометрия и полярография

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных гексацианоферратом никеля и многостенными или одностенными углеродными нанотрубками для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афобазол» обладает свойствами обратимого ингибитора моноаминоксидазы, что было использовано для его определения.

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Предложены новые амперометрические биосенсоры для определения микотоксина зеараленона на основе планарных платиновых электродов, модифицированных накомпозиатами (много- или однослойные углеродные нанотрубки – хитозан) и иммобилизованной тирозиназы разного происхождения (из кожуры банана, грибов), позволяющие расширить диапазон определяемых концентраций, улучшить коэффициент корреляции, получить более воспроизводимые результаты.

Установлено, что зеараленон является обратимым ингибитором тирозиназы. Это позволяет определять его с помощью модифицированных биосенсоров в следующих рабочих концентрационных интервалах: при использовании МУНТ - от 8 фММ до 10 мкМ, сн - 5 фММ; ОУНТ – от 10 фММ до 5 мкМ; сн – 8 фММ. Разработаны методики определения зеараленона с помощью предлагаемых электродов в зерновых (пшеница, ячмень, кукуруза) и кормовых культурах (отруби зерновых культур) разных стран, позволяющие определять микотоксин на уровне и ниже ПДК с S_r не более 0.072.

Автор(ы):

Казанский Федеральный университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработаны новые подходы к изучению повреждения ДНК активными формами кислорода, генерируемыми в реакции Фентона и при разложении пероксида водорода, по характеристическим изменениям импедиметрических характеристик электродов, модифицированных полислойными покрытиями с включением ДНК, аддуктов ДНК и полиаминированных тиакаликсаренов, электрополимеризованных анилина и феназинового красителя Нейтрального красного. Включение ДНК в аддукты с полиаминированными макроциклическими лигандами оказывает дифференцирующее действие, позволяя разделить вклады интеркалирования и окислительного повреждения ДНК по разнонаправленному изменению характеристик импеданса и электрохимическим сигналам интеркаляторов. Показано, что повреждение ДНК реактивом Фентона приводит к снижению разделения заряда и увеличению массы пленки за счет накопления побочных продуктов окисления в случае Нейтрального красного и симбатному изменению указанных параметров для сенсоров на основе полианилина. Повреждение ДНК уменьшает эффективность интеркалирования даунорубицина и электрохимическую активность Метиленового синего при их включении в состав поверхностного слоя, содержащего ДНК. Найденные закономерности могут найти применение при разработке новых средств экспресс-контроля противораковых лекарственных препаратов, диагностики мутагенных факторов и скрининге лекарственных препаратов, специфически взаимодействующих с ДНК.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны новые холинэстеразные сенсоры на основе стеклоглеродных электродов, модифицированных углеродными нанотрубками и наночастицами серебра. Наночастицы металла получали in situ путем химического восстановления ионов серебра, адсорбированных на углеродных нанотрубках, макроциклическими лигандами на платформе тиакаликсарена с пирокатехиновыми фрагментами в заместителях нижнего обода. Сигналом биосенсора служил ток окисления тиохолина на наночастицах серебра, регистрируемый при 150 мВ. Биосенсор отличается высокой чувствительностью отклика на ацетилтиохолин и ингибиторы холинэстеразы. Оптимизированы состав поверхностного слоя и условия иммобилизации фермента.

Разработанный биосенсор позволяет определять до 0.5 нМ малаоксона, 1 нМ параоксона и 10 нМ карбарила. Показана возможность прямого определения пестицидов в виноградном соке, содержащем до 10 об.% ацетонитрила. Сопоставлены результаты электрохимической и химической «активации» тионовых пестицидов и оценена чувствительность определения паратиона и малатиона при их окислении бромной водой и в гальваностатическом электролизе. Изучен защитный эффект нового потенциального антидота – водорастворимого производного тиакаликсарена с триалкиламмонийными группами в заместителях нижнего обода, снижающий в 10-100 раз ингибирующее действие пестицидов.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Микрочипы в аналитике+Наноаналитика

Проведена сравнительная оценка методов и протоколов экспериментальной белковой интерактомики, основанных на технологии молекулярного фишинга на поверхности оптических чипов и парамагнитных наночастиц.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты; Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Впервые выполнен кинетический и термодинамический анализ взаимодействия пептидного и непептидного ингибиторов димеризации с мономером протеазы ВИЧ с помощью метода поверхностного плазмонного резонанса. Обнаружено, что ведущую роль во взаимодействии играет энтропийный фактор.

Автор(ы):

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Проведено экспериментальное моделирование процесса прямого молекулярного фишинга белков на поверхности парамагнитных нано- и микро-частиц с валидацией с помощью метода поверхностного плазмонного резонанса. Показано, что парамагнитные наночастицы обладают крайне высокой неспецифической сорбцией в отношении белков, что крайне затрудняет их использование для решения задач белковой интерактомики.

Автор(ы):

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАМН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Гравиметрия

Гравиметрия

Методом термогравиметрии исследована термическая имидизация полиамидокислоты и полимера с молекулярным отпечатком на ее основе. Установлено, что процесс дегидратации проходит в три стадии. Полимерная пленка образуется на второй ступени второй стадии, затем подвергается высокотемпературной

дегидроциклизации (при $T = 453 \text{ K}$), где проходит процесс отщепления воды с образованием имидных связей, а также удаление остатков растворителя из продукта. При дальнейшем увеличении температуры происходит только увеличение степени имидизации

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Разработана новая методика определения механических примесей в природном газе гравиметрическим методом.

Автор(ы): Конопелько Л.А., ikonop@b10.vniim.ru

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Санкт-Петербург

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Капиллярный электрофорез и близкие методы

Разработана и метрологически аттестована методика одновременного определения хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов в питьевой воде методом капиллярного электрофореза. Для косвенного детектирования аналитов при 254 нм предложен ведущий электролит на основе нитробензойной кислоты. Для снижения электропроводности пробу предварительно обрабатывают катионитом, что позволяет определять хлорит-ионы от 0,2 мг/л, хлорат- и перхлорат-ионы от 0,5 мг/л на фоне предельно допустимой для данного типа проб минерализации (1-1,5 г/л) при любом анионном составе матрицы. Время подготовки пробы менее 5 минут, анализ подготовленной пробы - менее 3 минут. Предельно допустимые концентрации хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов регламентируются гигиеническими требованиями к качеству питьевой воды.

Автор(ы): Комарова Наталья Викторовна knv@lumex.ru

Группа компаний "Люмэкс"

Санкт-Петербург

Объекты

Объекты окружающей среды; Природные, технологические и питьевые воды

Разработана и метрологически аттестована методика определения общего диоксида серы (в форме сульфит-ионов) в винодельческой и пивоваренной продукции с использованием метода капиллярного электрофореза. Для КЭ определения сульфита с косвенным детектированием при 254 или 374 нм предложен ведущий электролит на основе хромата и триэтиламина. Подобранные условия разделения не требуют перевода сульфит-ионов в более стабильные формы - сульфаты или гидроксиметансульфоновую кислоту, что позволяет значительно упростить подготовку пробы. После щелочного гидролиза связанных форм диоксида серы в течение 15 мин и разбавления пробу используют для анализа без дополнительных операций, анализ подготовленной пробы занимает менее 3 мин. Диапазон измеряемых значений массовой концентрации общего диоксида серы составляет 5,0 - 1000 мг/л. Неорганические анионы (хлорид-, сульфат-, нитрат-, нитрит-, фторид-, фосфат-, карбонат-ионы) и органические кислоты (уксусная, винная, яблочная, лимонная и др.) в концентрациях, характерных для данного типа проб не мешают определению. Полученные результаты сопоставлены с референтными отечественными и международными методами. Методика предложена для целей контроля качества винодельческой и пивоваренной продукции. Содержание общего диоксида серы в винодельческой и пивоваренной продукции регламентируется нормативными документами РФ и ЕС.

Автор(ы): Комарова Н. В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Объекты

Пищевые продукты и корма

Методом зонального электрофореза на целлюлозной поддерживающей среде изучено поведение 20 α -аминокислот в диапазоне pH 1,6-8,5. Показано, что избирательность разделения определяется величиной и знаком заряда ионов аминокислот, а также фактором Z/Mr. Оценены параметры эффективности электрофоретического отделения основных (pH = 1,6) и кислых (pH = 4,6) аминокислот от бинарных и многокомпонентных смешанных растворов других α -аминокислот.

Автор(ы): Чернова Р.К. chernov-ia@yandex.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Предложен новый вариант концентрирования наночастиц в капиллярном зонном электрофорезе, основанный на их введении в капилляр в виде золя, который состоит из собственно наночастиц и диспергирующей фазы из смеси неионного и ионного ПАВ. В таких условиях наночастицы (например, квантовые точки на основе CdSe) не только не подвергаются электродисперсионному размыванию по мере миграции вдоль капилляра, но и фокусируются в фазе смешанных мицелл

Автор(ы): лаборатория концентрирования

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН совместно с Варшавским технологическим университетом

Москва

Объекты

Разработана и метрологически аттестована методика определения карбендазима в винограде, citrusовых фруктах и соковой продукции на их основе. Метод измерений основан на извлечении карбендазима из проб хлористым метилом, дальнейшем количественном определении с использованием капиллярного зонного электрофореза. Предложен ведущий электролит на основе фосфатного буфера (pH 2,5) с ТВИН 20, для детектирования по собственному поглощению выбрана длина волны 200 нм. Диапазон измеряемых значений массовой доли карбендазима составляет 0,01-5,0 мг/кг. Методика предложена для целей контроля качества соответствующей пищевой продукции, не имеет аналогов в мире. Методика продолжает серию решений, разработанных для лабораторий аналитической службы в области контроля качества соковой продукции с использованием метода капиллярного электрофореза.

Автор(ы): Комарова Н. В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Объекты

Пищевые продукты и корма

Исследованы энантиоселективные свойства антибиотиков эритромицина и азитромицина в неводных средах. Изучена стабильность растворов антибиотиков, их кислотно-основные свойства и электрофоретическое поведение в водно-органических и неводных буферных растворах. Установлена стехиометрия комплексов хиральный селектор – энантиомер. Изучено влияние состава буферного раствора, концентрации хирального селектора и природы органического растворителя (метанол, ацетонитрил) на энантиоразделение. Получено разделение энантиомеров 17 биологически активных первичных и вторичных аминов (эфедрин, амфетамин, синефрин, бета-блокаторы и др.) в неводном буферном растворе, содержащем эритромицин. Продемонстрирована возможность применения азитромицина для энантиоразделения тетрагидрозолина и

метоксифенамина в НКЭ.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Исследовано большое число факторов (концентрация наночастиц золота, природы полиэлектролитов, ионной силы, величины рН, предварительной подготовки капилляра) на формирование полислоев на поверхности кварцевого капилляра. Получено устойчивое трехслойное покрытие, содержащее 6,10-ионен –AuNPs –N-(3-сульфо-3-карбоксо)пропионилхитозан (СКПХ). Характеристики кварцевого и модифицированного капилляров установлены для ряда органических кислот и β-блокаторов: тетрагидрозолина, атенолола, пиндолола, гидроксизина, тербуталина и надолола. Показано, что в модифицированном капилляре получена более высокая воспроизводимость как времен миграции, так и площадей пиков на электрофореграмме. Проведено быстрое разделение и определение тетрагидрозолина, пиндолола, тербуталина и гидроксизина.

Автор(ы):

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Впервые разработана и метрологически аттестована методика одновременного определения хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов в питьевой воде методом капиллярного электрофореза. Для косвенного детектирования аналитов при 254 нм предложен ведущий электролит на основе нитробензойной кислоты. Время подготовки пробы менее 5 минут, анализ подготовленной пробы - менее 3 минут

Автор(ы): Комарова Н.В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Экстракция

Предложен способ определения 17-ти гербицидов и их метаболитов в природных водах методом капиллярного зонного электрофореза с УФ-детектированием при 190 нм. Для извлечения пестицидов из воды использована дисперсионная жидкостно-жидкостной микроэкстракция трихлорметаном. Дополнительным внутрикапиллярным концентрированием обеспечена высокая чувствительность определения: пределы определения пестицидов в воде с учетом off- и on-line концентрирования составили 0,5-3,0 мкг/л.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Предложены методики определения полярных пестицидов в поверхностных и грунтовых водах после концентрирования их методом дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции и твердофазной экстракции на концентрирующих патронах Oasis® HLB 3cc/60 mg. Степень извлечения пестицидов составила 44-118 %. Выбраны оптимальные условия разделения и определения методом мицеллярной электрокинетической хроматографии пестицидов следующих классов: арилоксикарбоновых кислот, сим-триазинов, триазионов,

хлорацетамидов, производных мочевины, неоникотиноидов, карбаматов, триазолов, дитиокарбаматов, имидазолов, бензимидазолов, фосфорорганических соединений. Нижние границы определяемых содержаний пестицидов в воде с учетом концентрирования составили 0,5-20 мкг/л. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 10 %.

Автор(ы):

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Выбраны оптимальные условия разделения и одновременного определения методом мицеллярной электрокинетической хроматографии пестицидов следующих классов: феноксикарбоновых кислот, сим-триазинов, триазинонов, хлорацетамидов, производных мочевины, неоникотиноидов, карбаматов, триазолов, имидазолов, бензимидазолов, фосфорорганических соединений. Предложен способ определения 27-ми полярных пестицидов в почве с использованием пробоподготовки QuEChERS. Степень извлечения пестицидов составила от 31 до 104 %. Нижние границы определяемых содержаний пестицидов в почве с учетом концентрирования составили 0,01-0,4 мг/кг. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,1.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

+Инфракрасная и КР-

Определены оптимальные условия физико-химической обработки растительных остатков для ускорения процесса их гумификации, позволяющие сократить время проведения процесса до 20 мин: оптимальный температурный диапазон- (145-155)°C, добавление катализаторов позволяет снизить температуру до 120°C. В качестве катализаторов могут применяться оксиды металлов (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃). Изучены закономерности изменения содержания гумусовых веществ в почве при ремедиации нефтезагрязненных земель, Установлено, что при попадании нефти в почву происходят разнонаправленные процессы воздействия на гуминовые и фульвокислоты, содержащиеся в почве. Количество первых сначала уменьшается на 80-83 %, а затем постепенно возрастает до первоначального уровня. Содержание фульвокислот за первый год наблюдения увеличивается на 50-55 %, а после 5 лет их количество в почве возрастает ещё на 10 % по сравнению с контрольным образцом. Идентификация гумусовых соединений, полученных при термокаталитической трансформации растительных остатков и микробиологической переработке компонентов нефти физико-химическими методами анализа, в том числе определение элементного состава, ИК-спектроскопия, электрофорез в полиакриламидном геле и капиллярный электрофорез, подтвердили близкую природу полученных при трансформации соединений нефти и растительных остатков гумусовых веществ и почвенных аналогов. Установлена эффективность применения полученных гуминовых кислот для экстракции ионов тяжелых металлов из водных растворов. Достижимые значения степени извлечения ионов тяжелых металлов из водной фазы – 95% (Zn²⁺, pH-8,23).

Автор(ы): Дегтев М.И., anchem@psu.ru

Пермский государственный национальный исследовательский университет

Пермь

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

+Микрочипы в аналитике

– Реализованы основные этапы изготовления микрочипов (негативная фотолитография, изготовление полимерных реплик, сборка) микрофлюидной системы для капиллярного электрофореза с электрохимическим детектированием. На примере дофамина показано, что модификация поверхности каналов микрочипа позволяет увеличить эффективность электрофоретического анализа и воспроизводимость времен миграции компонентов. Использование on-line концентрирования позволило существенно увеличить соотношение сигнал/шум при анализе смеси катехоламинов. Фактор концентрирования для дофамина составил 40; для норадреналина 47. С применением стэкинга удалось снизить пределы обнаружения до 5 pM.

– Предложена процедура синтеза PLOT колонок для капиллярной электрохроматографии (КЭХ) с использованием в качестве стационарных фаз метакрилатных и дендритных полимеров на основе полиэтиленimina, модифицированных мальтозой. Выявлены возможности различных вариантов on-line концентрирования. Установлены факторы, влияющие на процесс on-line концентрирования: время ввода пробы (1-300с), напряжение (10-20 кВ), состав рабочего буфера. Получены сравнительные характеристики по пределам обнаружения, эффективности, селективности разделения белков в условиях КЭХ с использованием синтезированных PLOT-дендритных и PLOT-метакрилатных колонок и капиллярного зонного электрофореза.

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты;#18;#Биологические и медицинские объекты

Проведены теоретические работы, связанные с развитием методов математического моделирования электрофоретических процессов разделения компонентов пробы в микрофлюидном устройстве при разных условиях разделения, стохастического моделирования случайных факторов различного происхождения. Осуществлена модернизация детектора микрофлюидной аналитической системы для увеличения чувствительности измерений. В качестве актуального объекта анализа, перспективного для реализации на микрофлюидной платформе, выбран транскрипт онкомаркера цитокератина-19 (СК-19), содержащийся в периферической крови больных раком молочной железы. Микрофлюидные устройства могут использоваться как для проведения полимеразной цепной реакции (ПЦР), так и для контроля качества проведения амплификации. Сочетание реакционной камеры для ПЦР и микрофлюидного устройства для электрофореза амплифицированного продукта позволяет создать аналитическую систему для современных методов молекулярной диагностики. В работе продемонстрирована принципиальная возможность реализации ПЦР при обнаружении онкомаркера СК-19 и последующей оперативной оценки качества продуктов амплификации методом электрофореза за время менее 200 секунд на микрофлюидной платформе.

Автор(ы): Евстапов А.А. evstra@iai.rssi.ru

Институт аналитического приборостроения РАН

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Кинетические методы

Кинетические методы

Полифенолоксидаза экстракта из банана использована для ферментативного определения кофейной кислоты и дофамина. Разработаны методики кинетического определения кофейной кислоты в лекарственных препаратах и твердофазно-спектрофотометрического определения кофейной кислоты и дофамина в моче.

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты; Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Получены оптически прозрачные пленки, а также гели хитозана с молекулярными отпечатками дибензотиофена, сульфона дибензотиофе- на и промазина при использовании серной кислоты и глутарового альдегида в качестве сшивающих агентов и проведено предварительное изучение их сорбционных свойств. Применение серной кислоты приводит к образованию мутных гелей, использование глутарового альдегида позволяет получить оптически прозрачные гидрогели. Установлено, что для получения хитозана с молекулярными отпечатками сульфона дибензотиофена и промазина перспективен способ ковалентной «сшивки» полисахарида при мольном соотношении глутаровой кислот ы и альдегид:глюкозамин хитозана 2:1. Показано, что эффективными растворителями для извлечения сульфона дибензотиофена и промазина из полученных полимеров на стадии синтеза являются диметилсульфоксид и вода соответственно. Применение ацетонит-рила, диметилсульфоксида и этанола не позволяет эффективно извлечь дибензотиофен без разрушения матрицы. Предварительные данные о сорбционной селективности гидрогелей хитозана с молекулярными отпечатками промазина свидетельствуют о проявлении ими большей распознающей способности в отношении темплата по сравнению со структурно-родственными соединениями. Показана возможность сочетания извлечения сульфона дибензотиофена и промазина гидрогелями и пленками на основе хитозана с определением этих соединений спектрофотометрическим и кинетическим методами соответственно

Автор(ы):

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Предложена конструкция универсального и простого в эксплуатации твердофазного сенсора с флуориметрическим определением аналитического сигнала для определения пирокатехина и допамина. Особенностью биосенсора является формирование и измерение аналитического сигнала непосредственно в чувствительной мембране, иммобилизованной на поверхности подложки, что позволяет анализировать мутные среды и объекты с водонерастворимой матрицей без дополнительной пробоподготовки. Оптимизированы условия формирования отклика чувствительного слоя сенсора на твердой поверхности, а также условия регистрации флуоресцентного сигнала в твердой матрице. Разработаны методики определения пирокатехина и допамина с чувствительностью в 20 и 10 раз большей, чем с использованием методики на основе той же индикаторной реакции в растворе.

Автор(ы): Шеховцова Т.Н. tnshekh@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Масс-спектрометрия

Масс-спектрометрия

Предложен метод ГХ-МС определения полициклических ароматических углеводородов в водной среде в микроколичествах с ускоренной пробоподготовкой

Автор(ы): Лебедев А.Т. Полякова О.В.

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Для идентификации природных минеральных вод предложено использовать содержание и соотношение в них редкоземельных элементов. «Сброс матрицы» и концентрирование РЗЭ (иттрия, лантана и 13 лантаноидов) проведено дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией комплексов РЗЭ с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом хлороформом. Определение РЗЭ в концентрате осуществлено методом квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. В оптимальных условиях коэффициенты извлечения РЗЭ для проб минеральной воды составили 92 – 103 %. Градуировочные характеристики линейны в диапазоне 10(100) - 1000 нг л⁻¹, пределы обнаружения составили 3-10 нг л⁻¹.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru

Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Проведен цикл измерений органических и неорганических загрязнителей в атмосфере Москвы в зимний период. С этой целью отбирались керны снега вблизи различных участков МКАД. Керны выдерживались при комнатной температуре в течение суток, талая вода фильтровалась и анализировалась методом ИСП-МС (элементный состав) и молекулярным МС (органические загрязнители). Выявлены органические и неорганические токсиканты, содержание которых превышает ПДК.

Автор(ы): МА.Большов, А.Т.Лебедев mbolshov@mail.ru mocehops@yandex.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.); Воздух

Отработаны методики масс-спектрометрического определения Al, Cr, Mn, Co, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd и Pb в биологических жидкостях. Проведено сравнение двух способов пробоподготовки образцов – МВ разложение и разбавление. Обнаружено, что при стандартном режиме МВ разложения крови содержание аналитов, определяемых методом ИСП-МС, оказывается заниженным. Изучена кинетика связывания 8-гидроксихинолината галлия (КР46) с сывороткой и белками крови, определены условные константы связывания этого препарата с альбумином и трансферрином. Также определены коэффициенты распределения 6 новых противоопухолевых препаратов (КР1352, КР1351, КР1698, КР1711, КР1699, КР1765) и изучена кинетика их связывания с альбумином.

Автор(ы): Большов М.А. mbolshov@mail.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Совместно с ГИРЕДМЕТОМ и ИНТЕРТЕХОМ показано, что при определенных настройках ионной оптики масс-спектрометра удастся избежать уменьшения сигнала ионов аналита при повышении содержания элемента основы более чем на 1 порядок, т.е. на порядок расширить область концентраций матричного элемента, при котором матричным эффектом можно пренебречь. За счет этого на серийных приборах удалось в несколько раз снизить величины пределов определения при анализе различных объектов. Например, при определении урана и тория в образцах меди и свинца величины пределов определения удалось снизить в 5 и 10 раз, соответственно.

Автор(ы): Карандашев В.К. karan@iptm.ru

ИПТМ РАН

Черноголовка

Объекты

Сотрудниками ФГУП «АДЦ» разработан новый способ одновременной ионизации веществ с основными и кислотными свойствами электрораспылением с образованием положительно заряженных ионов для ионно-орбитальной масс-спектрометрии. Согласно механизму, описанному авторами, эффективность данного способа ионизации связана с инициированием протекания ионно-молекулярных реакций в газовой фазе при ионизации электрораспылением с нагреваемыми потоками распыляющего газа. Изучена ионизация 140 веществ данным способом. Для всех изученных веществ наблюдалось резкое улучшение предела обнаружения. Для большинства она составила несколько пикограммов. Кроме того, с использованием данного способа нет необходимости в переключении полярностей на линзах для регистрации положительно и отрицательно заряженных ионов.

Автор(ы): Родченков Г.М., grodchen@yandex.ru

Антидопинговый центр

Москва

Объекты

Предложен список соединений, которые могут быть кандидатами в приоритетные загрязняющие вещества в атмосфере Москвы

Автор(ы): Лебедев А.Т.

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Воздух

Продемонстрирована возможность видовой дифференциации родственных видов амфибий методом масс-спектрометрии

Автор(ы): Лебедев А.Т., Самгина Т.Ю

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработана методика инструментального прямого анализа кристаллов лангасита и лангатата, основанная на использовании лазерной абляции с масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ЛА-ИСП-МС). Время анализа составляет от 1 до 2 мин (без учета калибровки масс-спектрометра). Возможно определение до 60 примесных элементов. Пределы определения составили от 30 мкг/г для Р и Fe до 5-10 нг/г для Y, Cs, PЗЭ, Th, U

Автор(ы): Карандашев В.К. karan@iptm.ru

ИПТМ РАН

Черноголовка

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработаны методы дериватизации гидроксил-, карбоксил- и аминоксодержащих аналитов (пестициды, полиалкиленгликоли, алкоксилаты) силилирующими и ацилирующими агентами для последующего исследования методами масс-спектрометрии МАЛДИ и DART. Проведено сравнительное исследование условий регистрации масс-спектров (способ пробоподготовки, использованные растворители, энергия излучения лазера) для установления числа функциональных групп. Впервые обнаружен «матричный» эффект в условиях МАЛДИ,

закрывающийся в переносе сильной защиты с молекул дериватизованного аналита на молекулы матриц с карбоксильными группами

Автор(ы): Заикин В.Г. zaikin@ips.ac.ru

Институт нефтехимического синтеза РАН

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Обнаружен и исследован высокоэффективный механизм ударной ионизации компонентов между сэмплером и скиммером, на основе которого разработан метод определения хлора в твердотельных пробах с помощью времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Предложен и обоснован способ определения комбинированного изотопного состава метана, включающий конверсию метана в метанол; концентрирование и хроматографическое выделение метанола; масс-спектрометрический анализ с применением селективной химической ионизации, расчет комбинированного изотопного состава $d_{16}C_{16}H_3$. (А.Л.Макась, А.С.Кудрявцев, М.Л.Трошков Способ определения изотопного состава метана. // Патент на изобретение №2461909 20.09.2012).

На примере классификации М. Витикара типов метана, показано, что предлагаемая шкала комбинированного изотопного состава $d_{16}C_{16}H_3$ позволяет точнее дифференцировать термогенный и бактериальный метан по сравнению с используемой шкалой $d_{13}C$. Предложенный подход к изотопному анализу метана существенно упрощает технологию определения типа метана по сравнению с традиционной и позволяет создать аппаратуру для выполнения внелабораторных измерений.

Автор(ы): Макась А.Л., <MakasAL@ipgg.sbras.ru> Кудрявцев А.С., Трошков М.Л.

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН

Новосибирск

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Сделано заключение о том, что генерированные при лазерной абляции ионы производных фуллеренов, претерпевающие мономолекулярный распад с последовательным отрывом аддендов от фуллереновой сферы, имеют до 17 эВ избыточной энергии.

Автор(ы): Марков Виталий Юрьевич, markoff@phys.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова,

Москва

Объекты

Применен метод матрично-активированной лазерной десорбции/ионизации (МАЛДИ) с времяпролетным масс-анализатором для оценки основных потребительских свойств пластификатора С-3 на основе олигомеров полиметиленафталинсульфоновых кислот путем определения молекулярно-массового распределения. Найдены оптимальные условия определения молекулярно-массового распределения: матрица – α -циано-4-гидроксикоричная кислота, допант – нитрат цезия. Представлены результаты определения молекулярно-массового распределения промышленных образцов смеси олигомеров полиметиленафталинсульфоновых кислот, а также результаты оценки их потребительских свойств (использование в качестве пластификатора материалов на основе портландцемента). Показана возможность предварительной оценки свойств продукта по параметрам молекулярно-массового распределения.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru

Владимирский государственный университет им. А.Г. и Н.Г. Столетовых

Владимир

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Отработаны методики масс-спектрометрического определения (с ИСП) Al, Cr, Mn, Co, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd и Pb в биологических жидкостях. Проведено сравнение двух способов пробоподготовки образцов – МВ разложение и разбавление. Обнаружено, что при стандартном режиме МВ разложения крови содержание аналитов, определяемых методом ИСП-МС, оказывается заниженным. Изучена кинетика связывания 8-гидроксихинолината галлия (КР46) с сывороткой и белками крови, определены условные константы связывания этого препарата с альбумином и трансферрином.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Атомно-эмиссионный анализ

Проведена экологическая оценка содержания селена в экосистеме (почва, вода, продукты питания, человек) с целью улучшения качества продуктов питания, производимых на территории Оренбургского региона. Показан гипоселеноз для всех выделенных половозрастных групп населения. Установлены границы центильных интервалов по Se для жителей Оренбургской области. Константирован факт двукратного снижения его уровня в сравнении с среднероссийским.

Автор(ы): Скальный А.В., skalny3@microelements.ru

Оренбургский государственный университет

Оренбург

Объекты

Биологические и медицинские объекты; Природные, технологические и питьевые воды; Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.) Пищевые продукты и корма

Для улучшения коррозионной стойкости сложных металлических изделий в местах сварки применяют электроды с высоколегированным покрытием, в состав которого входит оксид церия либо другой элемент из группы лантаноидов. Церий необходимо определять на уровне 0.001% и ниже. Разработана методика отделения церия, в которой после растворения пробы макрокомпоненты экстрагируют диэтилдитиокарбаматом натрия (ДЭДТКNa) в хлороформе. Водную фазу концентрируют выпариванием и определяют церий при pH 1.8 инструментальными методами (АЭС-ИСП, МС-ИСП, спектрометрическим и др.). Преимуществом предложенной

методики является практически полное (на 99.9%) отделение от 25000-кратного и более (если это основа) количества железа, 7000-кратного – марганца, 59800-кратного и более – никеля, 21000-кратном – хрома.

Автор(ы): Саввин С.Б. savvin@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,

Москва

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

+Газовая хроматография

Методом ГХ/МС определено содержание 19 ПАУ, из которых 8 являются канцерогенными, в образцах снега крупнейших промышленных центров Западной Сибири (гг. Новосибирск, Искитим, Кемерово, Барнаул, Томск) в зонах интенсивного техногенного загрязнения (автомагистрали, предприятия теплоэнергетики, коксохимической, угольной, химической, металлургической и горнорудной промышленности).

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии СО РАН, Байкальский институт природопользования СО РАН

Новосибирск

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

+Наноаналитика

Разработан метод анализа нанопленок на основе времяпролётной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом. Исследования проводились на времяпролетном масс-спектрометре с импульсным тлеющим разрядом Люмас-30. В качестве разрядной ячейки использовался комбинированный полый катод. Часть исследований была проведена на экспериментальной установке (с эмиссионным окончанием) Дрезденского технического университета.

Исследован механизм формирования сверхтонкого проводящего слоя на поверхности диэлектрика.

Установлено, что работают два процесса – обогащение сверхтонкого поверхностного слоя атомами плохо распыляемого элемента и напыление материала вспомогательного катода на поверхность пробы с характерной толщиной слоя несколько нм. Для измерения толщины слоя использовался разряд Гримма с анодом диаметром 2 мм.

Исследовано распределение содержания элементов в сверхтонких поверхностных слоях карбида кремния.

Обнаружено обогащение поверхностного слоя SiC такими элементами как Ga, Bi и даже Hg. Величина пространственного разрешения меньше 3 нм. Контроль содержания широкого круга элементов в карбиде кремния (особенно в его поверхностных слоях), который используется для разработки новых электронных устройств, крайне необходим.

При разработке метода послойного анализа хлора в аустенитных сталях предложен и исследован новый механизм ионизации элементов в бесстолкновительной зоне, основанный на эффективной электронной ударной ионизации электронами последующего импульса атомов предыдущего. Использование этого механизма позволило увеличить чувствительность определения хлора в 160 раз.

Исследования, проведенные с сухими остатками растворов, позволили разработать методику определения содержания элементов и их изотопного состава в растворах, а также разработать метод градуировки масс-спектрометра, позволяющий использовать чувствительности, определенные при анализе сухих остатков растворов, для анализа твердотельных пробы.

Проведенные исследования востребованы как при разработке новых материалов для электроники, так и для решения задач Росатома. В настоящее время в организациях Росатома используются 2 масс-спектрометра Люмас-30, с помощью которых решаются задачи элементного и изотопного анализа различных материалов, в том числе радиоактивных

Автор(ы): Ганеев А.А. ganeev@lumex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Методы локального анализа и анализа поверхности

Методы локального анализа и анализа поверхности

Установлены основные закономерности формирования углеводородной пленки на поверхности анализируемого объекта в диапазоне энергий электронного зонда 1- 5 кэВ для ряда модельных объектов –

монокристаллов полупроводников GaP, GaAs и GaSb, исследованы зависимости толщины пленки от времени и дозы облучения. Показано, что при непрерывном режиме облучения начальный участок является линейным. Это обстоятельство позволило впервые в мировой аналитической практике предложить способ разделения вклада углерода, входящего в состав пробы, и углерода, обусловленного образованием пленки углеводородных загрязнений. Способ основан на линейной экстраполяции получаемой зависимости интенсивности аналитического сигнала углерода от времени к начальному моменту времени. Значение интенсивности на вертикальной оси соответствует интенсивности углерода, содержащегося в исходной пробе

Автор(ы): Филиппов М.Н. fil@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработан способ разделения аналитических сигналов углерода, возникающих как из-за содержания углерода в веществе пробы, так и из-за электронно-стимулированного осаждения на поверхности пробы углеводородной пленки. Этот результат имеет важное практическое значение для прямого электроннозондового определения углерода в сталях и сплавах, что ранее было невозможно из-за образования углеводородной пленки.

Автор(ы): Куприянова Т.А. kupr@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Объекты

Методом атомно-силовой микроскопии исследована морфология поверхности гомогенных биполярных ионообменных мембран Fumasep®FBM в воздушно-сухом состоянии. Экспериментально установлено, что катионообменный и анионообменный слои биполярной мембраны различаются по шероховатости (более выражена шероховатость катионообменного слоя)

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Методом атомно-силовой микроскопии исследована шероховатость пленочных покрытий пьезосенсора и особенности взаимодействия паров аммиака и триэтиламина (ТЭА) с покрытиями ПДЭГС и МУНТ/AZr, при напуске паров в зону измерения сканирующего зондового микроскопа и после десорбции сорбатов. Подтвержден воспроизводимый характер изменения поверхности и объясняются высокие эксплуатационные характеристики пьезосенсора с пленкой ПДЭГС на электродах. Активное комплексообразование при сорбции ТЭА на МУНТ/AZr и образование крупных конгломератов подтверждаются как скоростью изменения шероховатости, так и приращением массы

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

+Масс-спектрометрия

Предложен способ и разработана методика определения основного состава пленок карбонитрида кремния субмикронной толщины на поверхности кремния методом лазерной масс-спектрометрии с относительным

стандартным отклонением $sr < 0,2$. В качестве образцов сравнения для определения значений коэффициентов относительной чувствительности (КОЧ) газообразующих компонентов (C, N, O) относительно кремния использовали стехиометрические соединения кремния: SiC, Si₃N₄ и SiO₂

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Микрочипы в аналитике

Микрочипы в аналитике+Наноаналитика

Написан обзор об исследовании межмолекулярных взаимодействий с помощью технологии поверхностного плазмонного резонанса:

А.С. Иванов Исследование межмолекулярных взаимодействий с помощью оптических биосенсоров, работающих на эффекте поверхностного плазмонного резонанса. Современные технологии в медицине, 2012, 4, 142-153.

Автор(ы): Иванов А.С., alexei.ivanov@ibmc.msk.ru

НИИ биомедицинской химии им. В.Н.Ореховича РАН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработан метод выявления генов и мутаций в них методом гибридационного анализа на кремниевых микрочипах с использованием наночастиц золота в качестве метки. В результате взаимодействия олигонуклеотидных зондов и ДНК меченой биотином на поверхности микрочипа образовывались дуплексы ДНК, которые затем выявляли конъюгатом стрептавидина с наночастицами золота. Наночастицы на поверхности выявляли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Определение числа дуплексов ДНК на поверхности проводили подсчетом числа наночастиц золота в зонах микрочипа. Площадь фрагмента зоны ячейки микрочипа для подсчета наночастиц составляла от 1,7 до 30 мкм².

Проведено сравнительное изучение методов АСМ и СЭМ для исследования поверхностей кремния, последовательно заполнявшихся слоями модифицирующего реагента, олигонуклеотидов и дуплексов ДНК. Были получены сопоставимые данные по определению высоты слоев, образующихся в результате модификации поверхности в процессе гибридационного анализа. Для контроля процессов, происходящих на поверхности кремния в процессе последовательного наращивания слоев, был впервые применен метод анализа сколов образцов кремния методом СЭМ. При анализе поверхности образцов кремния этот метод характеризовался преимуществом как при определении высоты слоя, так и с точки зрения простоты метода определения профиля биослоя.

Впервые разработан метод идентификации генов и определения мутаций в них на основе гибридационного анализа с использованием наночастиц золота в качестве метки и регистрации методом СЭМ. Особенностью метода является регистрация числа дуплексов ДНК на поверхности носителя по числу наночастиц золота, выявляемых методом СЭМ. Метод характеризуется высокой чувствительностью и специфичностью, а также высоким отношением аналитический сигнал/фон. Данный метод был применен для идентификации генов бактериальных ферментов бета-лактамаз СТХ-М типа и мутаций в них. Эти ферменты являются основной причиной развития устойчивости микроорганизмов-возбудителей инфекционных заболеваний к бета-лактамаз

молекулярного класса А.

Автор(ы): Рубцова М.Ю. mrubtsova@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Наноаналитика

Наноаналитика

Получены новые 5-компонентные микроэмульсии на основе додецилсульфата натрия вода – додецилсульфат натрия – триэтаноамин – 1-пентанол - 1,1,2,2-тетрафтордибромэтан с различным соотношением $H_2O/C_{12}F_{21}Br_2$ при содержании ПАВ + ко-ПАВ ~ 22 мас.%. и подтверждена принципиальная возможность совмещения галогенуглеводородов с водой. Установлено, что все микроэмульсии вследствие присутствия триэтаноламина проявляют сильно-щелочные свойства (рН составляет 10.0 - 10.7). Полученные микроэмульсии относятся к типу «масло в воде» и являются, в отличие от классических микроэмульсий, негорючими жидкостями. Определена температура вспышки и измерены изобарные удельные теплоемкости указанных микроэмульсий. Показано, что они могут быть использованы для солюбилизации высокогидрофобных аналитов и аналитических систем

Автор(ы): Штыков С.Н., shtykovsn@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Систематизированы экспериментальные данные и выявлены факторы, оказывающие влияние на эффективность переноса энергии и интенсивность сенсibilизированной флуоресценции европия и тербия в бинарных и разнолигандных хелатах при проведении аналитической реакции в жидких организованных наноразмерных объектах (мицеллах, микроэмульсиях, глобуле биополимера). Экспериментально показано, что причиной роста интенсивности сенсibilизированной флуоресценции лантанидов при солюбилизации их хелатов в мицеллах ПАВ является уменьшение числа остаточных молекул воды, координированных металлом в исходном бинарном или разнолигандном хелате, а в связи с этим также изменение скоростей безызлучательных и излучательных переходов в хелатах и времен жизни возбужденных состояний по сравнению с водной средой. Выявлен дифференцирующий эффект природы организованных сред на интенсивность собственной и сенсibilизированной флуоресценции бинарных и разнолигандных хелатов европия и тербия с различными БАВ, обусловленный их солюбилизацией мицеллами ПАВ; показано, что усиление флуоресценции связано с солюбилизацией хелатов в мицеллы, а тушение – с их разрушением за счет конкурентного взаимодействия ионов мицелл с ионом металла или лигандом или отсутствием солюбилизации в мицелле. Дифференцирование наблюдается даже для хелатов тербия с лигандами одного и того же класса, например фторхинолонов – норфлоксацином и флюмеквином в присутствии фенантролина. Если мицеллы анионных ПАВ увеличивают флуоресценцию обоих хелатов, а мицеллы неионных тушат её, то катионные ПАВ действуют по-разному. Поскольку строение НОР и ФЛ отличается, можно предположить, что именно селективная солюбилизация лигандов является причиной разного влияния мицелл КПАВ. Варьируя концентрацию и природу ПАВ, можно усиливать или ослаблять эффективность переноса энергии и регулировать синергетические и антагонистические эффекты в системе лантанид-аналит-второй лиганд. Показано, что в системах Ln-БАВ-лиганд2-Ln2 межмолекулярный перенос энергии от лигандов комплекса второго лантаноида к комплексу Eu^{3+} в сочетании с собственным внутримолекулярным переносом энергии при условии более высокого расположения уровня первого возбужденного состояния второго лантаноида, способствующий значительному (на 1-2 порядка) росту сенсibilизированной флуоресценции Eu^{3+} обусловлен образованием коллоидных гетеронаночастиц, например $Eu^{3+} - Gd^{3+} - TTA$. Измерения, проведенные на наносайзере, показали, что средний размер гидрофобных наночастиц в водных растворах, проявляющий эффект ко-люминесценции, наблюдается для частиц, размер которых составляет 20-50 нм. в мицеллах различных ПАВ и существует ли связь между их размером и интенсивностью сенсibilизированной флуоресценции. Установлено, что дополнительное увеличение интенсивности сенсibilизированной флуоресценции гетеронаночастиц наблюдается при их солюбилизации в

мицеллы ПАВ, например максимальный рост флуоресценции практически еще на порядок происходит в мицеллах неионогенных ПАВ – блоксополимеров оксидов этилена и пропилена Проксанол-091, а также оксиэтилированного спирта Бридж-35, при этом размер наночастиц уменьшается и составляет всего 5-10 нм. Показано, что при соотношении концентраций ионов Eu^{3+} : $\text{Gd}^{3+} = 1:(80-100)$ относительное число наночастиц меньшего размера возрастает на 20%, что сопровождается синергетическим увеличением интенсивности сенсibilизированной флуоресценции. Таким образом, синергетическое действие ко-люминесценции вторым лантанидом в сочетании с солюбилизацией в мицеллах увеличивает интенсивность сенсibilизированной флуоресценции Eu^{3+} на три порядка и позволяет существенно понизить предел его обнаружения. Этот эффект использован для снижения пределов обнаружения гистидина, используемого как второго лиганда, до уровня $1 \cdot 10^{-9} \text{M}$

Автор(ы): Штыков С.Н., Смирнова Т.Д. shtykovsn@mail.ru

Саратовский государственный университет,

Саратов

Объекты

Исследована возможность использования самоорганизующихся коллоидных наноструктур для концентрирования полициклических ароматических углеводов (ПАУ) из разбавленных водных растворов. Установлено, что образованные супрамолекулярные структуры обладают определенной анизотропией, а именно, неодинаково поглощают компоненты поляризованной флуоресценции солюбилизированных молекул ПАУ. Обнаруженное явление предполагается использовать для селективного определения ПАУ в смеси.

Автор(ы): Зубев Б.К. zubor@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Установлены особенности агрегации наночастиц золота в растворах в присутствии тиолсодержащих соединений (цистеина, цистеина, меркаптоэтанола, меркаптопропионовой кислоты) и антибиотиков (окситетрациклина, неомицина, эритромицина, ампициллина). Установлено, что агрегацию наночастиц золота, стабилизированных цитрат-ионами, вызывают только цистеамин и неомицин. Показано, что по мере увеличения концентрации цистеина и неомицина в спектрах поглощения растворов наночастиц золота наблюдаются изменения, проявляющиеся в уменьшении полосы поверхностного плазмонного резонанса при 525 нм, появлении и увеличении интенсивности полосы при 650 – 750 нм, соответствующей агрегатам наночастиц. Даны объяснения процессам агрегации в зависимости от типа наночастиц и их концентрации, концентрации ЭДТА, pH раствора и ряда других факторов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты; благородные металлы

Разработан новый способ получения гидрофильных частиц нанокремния, позволяющий получать массовые количества наноматериала, что открывает возможности его применения в медицине и биологии для флуоресцентной диагностики, фотодинамической и фототермической терапии. Получены наночастицы, дающие золи в воде, обладающие устойчивой яркой люминесценцией с максимумами интенсивности в области 650 нм и 730 нм, средними размерами 2-3 нм и узкой функцией распределения по размерам – от 1.3 до 4.0 нм, без использования токсичных веществ в процессе их гидрофиллизации. Квантовый выход фотолюминесценции достигает 15%. Исследована деградация люминесцентных свойств синтезированных наночастиц в воде. Обнаружено наличие двух спектроскопически различных типов центров (с соотношением концентраций 2:1) со стабильной фотолюминесценцией и максимумом в области 700 нм, и с деградируемой в воде фотолюминесценцией (за время около 100 часов) с максимумом вблизи 780 нм. Рассмотрена возможная структура наночастиц на основе кремния, а также модели двух типов флуоресцентных центров.

Автор(ы): Ищенко А.А., Дорофеев С.Г. Дядченко В.П., Кононов Н.Н., Баграташвили В.Н.
Московский государственный университет тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, ИПЛИТ РАН, ИОФ им.А.М. Прохорова РАН
Москва
Объекты
Биологические и медицинские объекты

+Сорбция

Предложены новые золь-гель (З-Г) материалы, содержащие наночастицы серебра, в качестве платформ гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) света. Золь-гель синтез с использованием тетраэтоксилана в качестве прекурсора проводили с одновременным восстановлением серебра(I) гидразином или формальдегидом. Изучено влияние таких факторов, как соотношение Si/H₂O, природа и концентрация восстановителя, концентрация катионов серебра на характеристики образующихся материалов. Получены как планарные З-Г покрытия, так и З-Г порошки, содержащие наночастицы серебра различного размера. Полученные материалы исследовали методами спектроскопии КР и диффузного отражения, атомно-силовой микроскопии. При адсорбции модельных соединений (родамина 6Ж, глюкозы, фолиевой кислоты, пирена) на исследуемых структурах наблюдается значительное усиление сигнала КР (в сотни раз). Показана возможность использования полученных З-Г порошков для одновременного сорбционного концентрирования аналитов из растворов и их детектирования в твердой фазе сорбента методом ГКР

Автор(ы): Русанова Т.Ю. tatyanarys@yandex.ru
Саратовский государственный университет
Саратов
Объекты

Рентгеновские методы

Рентгеновские методы

Показано, что воспроизводимость результатов экспресс-определения Si и Cu в металлосилоксановых пленках методом неdestructивного РФА составляет 2-2,5% отн. Расхождение результатов РФА и химического анализов находится в пределах 0,05-0,2% абс. Методом РФА проведено определение Pt в гетерогенных катализаторах – нанокompозитах благородных металлов (Pt, Au) и оксидной матрицы γ -Al₂O₃, полученных с помощью флюидной технологии и металло-парового синтеза.

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru
Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН
Москва
Объекты
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработана методика определения Rb, Sr, Cs, Ba и Pb в полевых шпатах из малых навесок массой 50 мг методом РФА с полным внешним отражением (РФА ПВО). В основу методики положен способ внутреннего стандарта, в качестве которого использовали RbK α , содержания Rb в пробе предварительно определены или известны. Правильность определения элементов оценили сопоставлением с содержанием в стандартных образцах гранитоидов и образцах калиевых полевых шпатов. Использование элемента сравнения Rb обеспечивает относительное расхождение между результатами меньше допустимого $\sigma_{D,r}$ – 18-30 % для диапазона содержаний 0.19-0.02 %. Значения C_{min} составили (мг/кг): для Rb, Sr и Pb – 1, для Cs – 15, для Ba – 7.

Автор(ы): Черкашина Т.Ю., tcherk@irnok.net; Финкельштейн А.Л., finkel@igc.irk.ru
Институт земной коры СО РАН, Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН
Иркутск
Объекты
Минеральное сырье

Разработаны неdestructивная и destructивная методики рентгенофлуоресцентного определения никеля в саломасе. Оценены их метрологические характеристики. Показано, что первая из них может быть использована для контроля технологического процесса производства маргарина, вторая – для контроля стабильности показателей точности результатов анализа

Автор(ы): Смагунова А.Н. rfa@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет,

Иркутск

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработана методика рентгенофлуоресцентного анализа комплексных уран-ванадиевых руд Заонежского рудного узла (Карелия) на основе универсального уравнения способа стандарта-фона.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Минеральное сырье

Разработана методика РФА с полным внешним отражением (РФА ПО) для определения содержаний элементов в суспензиях из порошковых геологических образцов. Процедура приготовления излучателей в форме суспензии проста и не требует использования реактивов, которые могут вносить дополнительные погрешности в подготовку проб. В качестве подложки выбраны кварцевые отражатели. Проведены исследования по выбору оптимальных условий приготовления и измерения излучателей. Для выбранных условий значения пределов обнаружения в суспензиях СО горных пород для спектрометра S₂ PICOFOX составили 1-6 ppm, что сопоставимосСтin, полученными для спектрометра с волновой дисперсиейPioneer. Выполнен эксперимент по схеме однофакторного дисперсионного анализа для оценки отдельных составляющих погрешности методики анализа. Погрешность приготовления излучателей (VПП) оказалась незначимой на фоне погрешностей измерения и обработки спектров. Коэффициент вариации, характеризующий воспроизводимость измерения интенсивностей аналитических линий составляет 2-12 % для Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Sr, Y, Ce, Pb, Th, U.

Автор(ы): Пантеева С.В., panteeva@crust.irk.ru

Институт земной коры СО РАН

Иркутск

Объекты

Минеральное сырье

Разработаны основы многокомпонентного (до 30 элементов) рентгенофлуоресцентного анализа сульфидных руд с учетом широкого разнообразия их состава; разработаны методики количественного определения U, Th, W, Mo в диапазоне концентраций n.10 - n.10 в почвах и горных породах; методика определения высоких концентраций редкоземельных элементов в щелочных горных породах.

Автор(ы): Рощина И.А., Кузьмина Т.Г., Хохлова И.В., Ромашова Т.В.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Минеральное сырье

Разработана методикаРФА комплексных уран-ванадиевых руд на основе универсального уравнения способа стандарта-фона. Методика апробирована на большом массиве проб Заонежского рудного узла (Карелия) при содержаниях урана до 77 %. Правильность результатов рентгенофлуоресцентных определений содержанийU иV на спектрометре ARL Advant'X контролировалась масс-спектрометрическим анализом MS-ICP.

Автор(ы): Бахтиаров А.В., avb@ab14523.spb.ed
Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург
Объекты
Минеральное сырье

Разработана методика подготовки боратных стеклянных дисков для РФА горных пород с минимальным разбавлением пробы флюсом с применением легирующих добавок NH_4Br , NH_4F и LiF , обеспечивающих стабильное формование образцов из различных горных пород. Найдены оптимальные температурные и временные режимы сплавления на установке VULKAN 4. Установлено, что добавки антисмачивающих агентов NH_4Br , NH_4F и LiF к расплаву не только улучшают свойства сплава отделяться от Pt-Au тиглей и подложек, но изменяют поверхностное натяжение и вязкость расплавов. Изменяя количество добавки, можно изменять форму верхней поверхности стеклянного диска. Так, при его недостатке поверхность диска получается вогнутой, а при избытке - выпуклой. Получено, что для сплавления и формования проб горных пород с флюсами без прилипания к Pt-Au тиглям и подложкам необходимы добавки 0,05 г NH_4Br или NH_4F и 0,25 г LiF . Гомогенность образцов, изученная на макроуровне с помощью рентгеновских спектрометров CPM-25 и S4 Pioneer, удовлетворяет условиям рядового количественного анализа на главные и некоторые следовые элементы. Исследование образцов на микроуровне с помощью электронного растрового микроскопа QEMSCAN-E430 показало, что гомогенность образцов в целом удовлетворительная.

Автор(ы): Борходоев В.Я., borkhodoev_v@neisri.ru
Северо-Восточный комплексный НИИ ДВО РАН
Магадан
Объекты
Минеральное сырье

Разработана методика, позволяющая получить характеристики поверхностей плёнок оксидов со структурой перовскита методом РФА с полным внешним отражением первичного излучения.

Автор(ы): Разномазов В.М. raznomazov_vm@mail.ru
Южный федеральный университет,
Ростов-на-Дону
Объекты
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Элементный анализ проб кориума и продуктов взаимодействия расплава с конструкционными материалами проводили рентгеноспектральным флуоресцентным методом на рентгеновском спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV». Использовали два основных метода количественного анализа - регрессионный и способ фундаментальных параметров - СФП. Для приготовления градуировочных образцов использовали наплавленные в индукционной печи с холодным тиглем малого масштаба (до 100 г) слитки кориума из смесей оксидов урана, циркония и железа в различных соотношениях. Слитки полностью измельчали до размера частиц менее 50 мкм и из полученных порошков прессовали двухслойные таблетки-излучатели. Эти же градуировочные образцы, а также прессованные таблетки из чистых оксидов UO_2 , ZrO_2 , FeO использовали в качестве эталонов для повышения точности анализов методом ФП.

Результаты РСФА контролировали химическим анализом на уран, цирконий, железо и кремний; расхождение результатов - в пределах 1-2%. Проверку правильности анализов проводили уже отработанным методом - составлением материального баланса введенных в исходную шихту элементов и масс элементов, рассчитанных по результатам анализа всех компонентов, полученных в эксперименте (т.е. сравнением масс того, что ввели и масс того, что получили). Дебаланс основных элементов не превышал 2% отн. Предварительно были проведены теоретические исследования по оптимизации условий рентгенофлуоресцентного анализа конструкционных материалов и кориумных систем и оценки метрологических параметров анализа: определены оптимальные режимы работы рентгеновского спектрометра; предложено использовать аналитические линии определяемых элементов, свободные от наложений; предложено использование тяжелого разбавителя (ZnO или Ho_2O_3) для

улучшения метрологических параметров анализа кориумных систем и оптимизации подготовки проб.
Разработан способ определения валентного состояния урана и железа в пробах кориума.

Автор(ы): Витоль С.А. serg.vitol@gmail.com

ФГУП «НИТИ им. А.П. Александрова»

Сосновый Бор, Ленинградской обл

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

Разработана методика качественного и количественного определения элементного состава природной питьевой и минеральной воды с помощью рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО). Измерения проводили на спектрометре РФА ПВО S2PICOFOX (BrukerNanoGmbH, Германия) с использованием кварцевых подложек-отражателей. В качестве внутреннего стандарта применяли водный раствор Y с концентрацией 1000 мг/л. Объем аликвоты равен 1 мл, объем раствора внутреннего стандарта – 2 мкл. Объем анализируемого раствора, осаждаемого на подложку, составил 2-5 мкл. Время набора спектра 250 с. Установлено, что элементный состав бутилированной природной питьевой воды («Архыз», «Святой источник», «Сенежская») удовлетворяет СанПиН 2.1.4.1116-02 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в ёмкости. Контроль качества». Элементный состав бутилированной лечебно-столовой («Ессентуки-4») и лечебной («Ессентуки-17») минеральной воды соответствует ГОСТ 13273-88 «Воды минеральные питьевые лечебные и лечебно-столовые». Показано, что пробы природной питьевой воды из различных регионов России и пробы минеральной воды из различных артезианских скважин имеют специфический элементный состав.

Автор(ы): Алов Н.В., alov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова,

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

С применением модифицированных целлюлозных материалов разработаны комбинированные сорбционно-рентгенофлуоресцент-ные схемы определения металлов в воде, включающие их предварительное концентрирование на фильтрах в динамическом режиме и микрокристаллическом порошке в статическом режиме. Минимально обнаруживаемое содержание элементов на фильтре ($m(\text{фильтра}) = (0,050 \pm 0,005) \text{ г}$, $d=25 \text{ мм}$, $\rho=100 \text{ г/см}^3$) 1,9 -3,4 мкг, в фазе микрокристаллического сорбента - 1,6 - 2,8 мкг. Разработана методика группового сорбционно-рентгенофлуоресцентного определения Cd^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} с применением предварительного их концентрирования из вод в статическом и динамическом режимах с использованием твёрдофазных сорбентов. Схемы анализа апробированы при определении Cd^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} в образцах природных вод

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Коншина Дж.Н. jfox@list.ru

Кубанский государственный университет,

Краснодар

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Разработана методика рентгенофлуоресцентного определения Cl, K, Ca, Br и Sr в рассолах (минерализация 200-350 г/л), на спектрометре с полным внешним отражением (РФА ПВО) S2PICOFOX (BrukerNanoGmbH). Показано, что при РФА ПВО высокоминерализованных проб излучатель не соответствует критерию «тонкого» слоя, поэтому перед проведением анализа пробы разбавляли в 100 раз 1% раствором поверхностно-активного вещества Triton X-100, что снизило влияние поверхностной плотности излучателя на результаты РФА ПВО, а также позволило избежать неравномерного распределения аналитов и внутреннего стандарта из-за кристаллизации солей. Для приготовления излучателей от разбавленной пробы отбирается аликвота 1 мл, добавляется 10 мкл раствора Ga (1 г/л). После перемешивания 10 мкл полученного раствора наносится на кварцевый отражатель,

поверхность которого покрыта раствором силикона в изопропанол, и высушивается. Для выбранных условий пробоподготовки рассчитанный по схеме однофакторного дисперсионного анализа коэффициент вариации, характеризующий воспроизводимость измерения аналитического сигнала, составил 1-2%; коэффициент вариации, характеризующий погрешность приготовления излучателей, – 3-5%. Для контроля правильности результатов РФА ПВО использовали результаты химического анализа с титриметрическим и спектрофотометрическим окончанием. Расхождения между результатами определения Cl, K, Ca, Br и Sr методиками РФА ПВО и химического анализа составили менее 10%.

Автор(ы): Пашкова Г.В., pashkova.gv@yandex.ru

Институт земной коры СО РАН

Иркутск

Объекты

+Аналитические приборы

ООО «Полюс», С.-Петербург, разработан рентгенофлуоресцентный спектрометр с полным внешним отражением « ПВОВР ДРОН-3» на основе дифрактометра ДРОН-3 и волновода-резонатора с пределом обнаружения $1 \cdot 10^{-10}$ г.

Прибор сочетает в себе достоинства дифрактометра, как прибора с точными отсчетными перемещениями, и волновода-резонатора, обладающего малой расходимостью пучка. Прибор обладает всеми возможностями для реализации режима РФА ПВО и оптимизации условий возбуждения и регистрации излучения в различных диапазонах рентгеновского спектра. Усовершенствования в рентгенооптической схеме и элементной базе позволяют получить предел обнаружения $2 \cdot 10^{-11}$ г. Проведен анализ различных образцов и материалов

Автор(ы): Лукьянченко Е.М. emluk@mail.ru

ООО «Полюс»

Санкт-Петербург

Объекты

В рамках проекта X-Energo доработана программа моделирования энерго-дисперсионных спектрометров. Программа позволяет пользователю сконфигурировать виртуальный спектрометр произвольной конфигурации (трубки, геометрия, детекторы, элементы, фильтрующие излучение на пути трубка- образец – детектор) и производить анализ работы прибора при измерении образцов произвольного состава при заданных пользователем условиях возбуждения. Одной из особенностей программы является то, что пользователь может получить детальную информацию по спектральному составу потока излучения на всем пути от источника

Автор(ы): Савельев С.К. [<ssav@x-energo.com>](mailto:ssav@x-energo.com)

ООО «Прецизионные технологии»

Санкт-Петербург

Объекты

Разработано ПО обработки спектральных данных для нового отечественного рентгеновского комбайна ComplexRay-6, сочетающего в себе функции рефлектометра, рефрактометра, флуоресцентного спектрометра и спектрометра поглощения, дифрактометра, прибора для исследования малоуглового рассеяния. В ходе данной разработке решены задачи по автоматической обработке сильно различающихся по характеристикам спектров, полученных при реализации указанных методов анализа вещества.

Автор(ы):

ООО "Прецизионные технологии"

Санкт-Петербург

Объекты

В 2012 году ООО «ЭЛИОН» продолжило научно-производственную деятельность по разработке и выпуску спектрометрических и позиционно-чувствительных газоразрядных детекторов рентгеновского излучения в диапазоне энергий 1-30 кэВ.

Наиболее значительный результат – запуск системы регистрации с изогнутым координатным детектором в составе камеры «insitu» на станции «структурного материаловедения» в Курчатовском центре синхротронного излучения. В камере изучается кинетика структуры превращения веществ при различных факторах воздействия. Радиус детектора – 180 мм, диапазон одновременной регистрации 36° (2). Режим работы- газопоточный (Ar, Xe, CH₄). Энергетическое разрешение – 23% (5,9 кэВ), позиционное разрешение 300 мкм (0,09°).

Автор(ы): Гоганов Д.А.

ООО «ЭЛИОН»

Санкт-Петербург

Объекты

+Методы локального анализа и анализа поверхности

Разработан метод рентгеновской энергодисперсионной дифракции (РЭД) с одновременной регистрацией дифракционных рефлексов и флуоресцентных линий, который позволяет в едином эксперименте исследовать структуру и определить элементный состав поверхностного слоя монокристаллической подложки.

Одновременная регистрация рефлексов $00l$ ($l = 1, 2, 3\dots$) в методом РЭД повышает достоверность рассчитанных величин среднеквадратических смещений атомов подложки относительно узлов решётки. Отмечено, что на начальном этапе газоразрядного напыления в поверхностном слое монокристаллической подложки изменяется угловая ориентация блоков мозаики относительно геометрической поверхности образца.

Автор(ы): Пономаренко В.О., Дуймакаев Ш.И., duimakaevsi@yandex.ru

Южный федеральный университет,

Ростов-на-Дону

Объекты

Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследован процесс восстановления поверхности оксида WO_3 при бомбардировке ионами He^+ с энергией 1 и 3 кэВ в условиях высокого вакуума. Обнаружено, что в результате облучения ионами He^+ в поверхностных слоях оксида WO_3 сначала образуются оксиды WO_2 и WO_x ($2 < x < 3$), а при увеличении дозы облучения – металлический вольфрам. Установлено, что степень металлизации поверхности облученного оксида повышается с увеличением энергии бомбардирующих ионов He^+ . Показано, что поверхность оксида WO_3 восстанавливается сильнее при бомбардировке ионами Ag^+ , чем при бомбардировке ионами He^+ .

Автор(ы): Золотов Ю.А., zolotov@fnalyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова,

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Хемометрика, математизация химического анализа

Выполнен расчёт составляющих рентгеновского фона в длинноволновой области спектра для кристалл-дифракционной рентгенофлуоресцентной аппаратуры. При расчётах учтено тормозное излучение свободных электронов, диффузное рассеяние и флуоресценция кристалла-анализатора, высокие порядки отражения кристаллом-анализатором рассеянного излучения флуоресцирующего объекта. Результаты расчётов сопоставлены с интенсивностями фоновых образцов, измеренными в области флуоресцентной линии $NaK\alpha$ на рентгеновском волновом спектрометре СРМ-25. Экспериментальные интенсивности фона (функции отклика) хорошо коррелируют с найденными по регрессионному уравнению, факторы которого рассчитаны. Оценена значимость отдельных процессов в формировании рентгеновского фона.

Автор(ы): Павлинский Г.В. pavlinsky@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет,

Иркутск

Объекты

На основе качественных физических соображений рассмотрены различные стороны влияния гетерогенности образца на величину интенсивности флуоресценции. Выявлена специфика элементного РСФА гетерогенных сред сложного фазового состава. В частности – влияние неопределённости величины коэффициента ослабления, соответствующего разным компонентам, содержащим один и тот же определяемый элемент. Обсуждены полученные ранее и представлены новые результаты эксперимента на математической модели по обоснованию учёта влияния сложного фазового состава на результаты элементного РСФА.

Автор(ы): Дуймакаев Ш.И., Сорочинская М.А., Шполянский А.Я. duimakaevsi@yandex.ru

Южный федеральный университет,

Ростов-на-Дону

Объекты

Разработан Программный Комплекс Расчета Погрешностей Учета (ПК РПУ). Программа предназначена для обеспечения определения погрешностей косвенных измерений, выполняемых на предприятии, в первую очередь по учету балансов масс и металлов и может использоваться как элемент АСУ ТП или ЛИС предприятия, либо как изолированный комплекс. За счет встроенного генератора расчетных соотношений ПК РПУ позволяет производить гибкую настройку на работу конкретного производства. При этом текущий анализ процессов организован таким образом, что может выполняться персоналом невысокой квалификации. Кроме определения погрешностей текущих измерений ПК РПУ обеспечивает расчет погрешностей итоговых значений за заданный отчетный период с возможностью отдельного учета определенных групп продуктов (например драгоценных металлов). При запоздалом выявлении ошибок в работе контрольно-измерительного оборудования ПК РПУ предоставляет возможность оперативной корректировки ранее полученных результатов за определенный период времени.

Автор(ы): Савельев С.К. ssav@x-energo.com

ООО «Прецизионные технологии»

Санкт-Петербург

Объекты

Рассмотрены условия применения уравнений связи для расчёта содержания элементов при РФА материалов переменного химического состава. Дана их классификация, основанная на способах определения коэффициентов уравнения. Сформулированы рекомендации по выбору оптимального уравнения в зависимости от конкретных условий анализа.

Автор(ы): Смагунова А.Н. rfa@chem.isu.ru

Иркутский ГУ

Иркутск

Объекты

+Элементный анализ органических соединений

Разработан способ определения тяжелых элементов в медико-биологических объектах без отделения органической составляющей с использованием комплекса методов: рентгенофлуоресцентного микроанализа (РФМА), электроннозондового рентгеноспектрального микроанализа (ЭЗРСМА) и CHNS-анализа. Исследованы возможности получения наиболее полного состава таких проб при отсутствии адекватных образцов сравнения и простой подготовке проб (высушивание на воздухе, без напыления проводящего слоя). Показано, что относительное стандартное отклонение sr при определении элементов методом РФМА ниже, а для ряда элементов существенно ниже (S, Cl, K, Ca, Fe), чем методом ЭЗРСМА. Показано, что учет результатов CHNS-анализа при нормировке результатов РФМА существенно улучшает их правильность. Методом ЭЗРСМА проведено

исследование однородности проб по содержанию кислорода. При соблюдении условий выбора для измерений локальных участков пробы сыворотки крови полученосr = 0.08, что дает возможность считать пробу однородной с достаточной степенью надежности. Получены количественные содержания H, C, N, O, Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca, иFe в образцах крови и ее составляющих

Автор(ы): Филиппов М.Н. fil@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Спектральные методы

Спектральные методы

Предложен новый солнцезащитный агент, представляющий собой кремниевые нанокристаллы. Они обладают крайне высоким коэффициентом экстинкции в УФ-области и, в то же время, прозрачны в видимой области. Комбинация физических свойств, относящейся к квантовой физике кремниевых наночастиц, и их биологическая совместимость позволяют получить высокоэффективные солнцезащитные кремы. Представлен литературный обзор характеристик и свойств существующих солнцезащитных материалов, а также сравнительный анализ нового материала на основе наночастиц кремния (созданного с участием авторов).

Автор(ы): Beckman James, Krunikova Alla A., Ischenko A.A.

Uetikon-Zurich, Switzerland, МИТХТ

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Проведено исследование сезонного и годового изменения основных показателей качества воды (цветности и мутности). На основании выявленных закономерностей установлено наличие корреляции между этими параметрами и содержанием ионов железа и марганца в воде и разработан экономичный и экспрессный метод экомониторинга воды. Предложенный метод позволяет не только определять, но и прогнозировать содержание ионов тяжелых металлов в природной воде.

Автор(ы): Бабкина С.С., sofia-babkina@mail.ru

Московский государственный открытый университет

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Обоснован методический подход к спектроскопическому определению суммарных содержаний аналитов и соответствующих им интегральных показателей состава в пищевых продуктах. Установлено, что суммарная антиоксидантная активность, измеренная с применением железосодержащих индикаторных систем в пересчете на аскорбиновую кислоту (метод FRAP), является не только интегральным показателем качества пищевых продуктов, но и экспрессной оценкой суммарного содержания водорастворимых антиоксидантов-восстановителей полифенольного типа

Автор(ы): Цюпко Т.Г., tsytko@kubsu.ru

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Пищевые продукты и корма

Тема: разработка методов получения и анализа устойчивых суспензий и эмульсий на основе нанокремния и карбида кремния.

Нанокремний или карбид кремния синтезированы в плазменном испарителе-конденсаторе, в аргоновой плазме, содержащей добавки кислорода, азота или дозированную смесь этих газов, что позволяет направленно изменять состав защитной оболочки. Наноматериалы на основе кремния были также синтезированы при разложении силана, SiH_4 , в поле CO_2 лазера. Разработаны новые химические методы, позволяющие получать нанокристаллический (НК) кремний с узким распределением частиц по размерам, обладающий устойчивой фотолюминесценцией в видимой области, и управлять спектром фотолюминесценции материала в области от ~ 500 до 750 нм. Получены устойчивые эмульсионные материалы и тонкие полиэтиленовые плёнки, содержащие нанокристаллический кремний, средний размер ядра которого лежит в области $7-10$ нм и обладающие практически полным поглощением излучения в УФ - области спектра (от 200 до 420 нм); золи, тонкие полимерные пленки и вязкие или твёрдые полимерные материалы на основе полиметилметакрилата или сополимеров метилметакрилата с бутилметакрилатом, содержащие нанокремний со средним размером ядра от 1.4 до 5.1 нм и обладающие яркой устойчивой фотолюминесценцией с регулируемым максимумом в области от 500 до 750 нм; покрытия из нанокристаллического кремния различной толщины: от 35 до 480 нм, позволяющие сдвигать край поглощения. Изучены спектрально-структурные корреляции полученных наноконкомпозитов кремния с применением спектральных и дифракционных методов, включая спектры в интегрирующей сфере, дифракцию электронов и малоугловое рассеяние рентгеновского излучения. Результаты спектральных исследований свидетельствуют о наличии заметного поглощения в полученных плёнках по сравнению с кристаллическим кремнием в области энергий перед фундаментальным краем поглощения до ~ 0.6 эВ. Обнаружено, что при прочих равных условиях уменьшение среднего размера частиц, из которых сформирована пленка, приводит к увеличению ее коэффициента поглощения. Показано, что с уменьшением размеров наночастиц в оптические характеристики плёнок начинают вносить заметный вклад поверхностные состояния, которые могут быть связаны с координацией на поверхности наночастиц атомов водорода и кислорода. Определено влияние окружающей матрицы композита на состояние поверхности НК кремния. Методами ЭПР-спектроскопии и волюмометрии получены сведения о структуре и реакционной способности парамагнитных центров ($(\equiv\text{Si}-\text{O})_3\text{Si}\cdot$) $\text{ZC}\cdot$ ($\text{R1}\cdot$), зарегистрированных в продуктах пиролиза нанокристаллов Si и SiO_2 . Источником углерода служили содержавшие его группировки, хемосорбированные на поверхности нанокристаллов, в том числе CN_3 -группы. Углерод, входящий в состав парамагнитных центров, составляет лишь небольшую (меньше 1%) часть его общего содержания в образцах, однако малая ширина (0.4 Гс) спектра ЭПР радикала $\text{R1}\cdot$ обуславливает высокую чувствительность метода ЭПР при обнаружении малых количеств примесных атомов углерода в этих материалах. Определены релаксационные характеристики центра $\text{R1}\cdot$ и влияние на них молекулярного кислорода и температуры. Установлен характер пространственного распределения ($\text{R1}\cdot$) в приповерхностных слоях исследованных материалов. В присутствии молекул H_2 они могут выступать в качестве "генератора" атомарного водорода (дейтерия) в образце.

Автор(ы): Ищенко А.А., Дорофеев С.Г. Кононов Н.Н., Баграташвили В.Н., Крутикова А.А., Ольхов А.А., Радциг В.А. Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В. Ломоносова, ИПЛИТ РАН, ИОФ РАН, ИХФ РАН

Москва, Троицк

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Инфракрасная и КР-спектроскопия

Разработаны основы структурно-группового анализа супрамолекулярных систем с применением методов квантовой химии, молекулярной динамики, ИК спектроскопии. Апробация метода проведена на примере исследования сульфокатионообменника и водных растворов аминокислот. На основании структурного анализа установлена диссоциация ионной пары в структуре сульфокатионообменника в форме глицина. Получены математические эталоны ИК-спектров водных растворов глицина и аланина, проведено детальное отнесение ИК полос водных растворов данных аминокислот. Проведен сравнительный анализ изменений в ИК-спектрах при изменении кислотности среды и при переходе от глицина к аланину

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

С целью разработки методики определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации был модернизирован прибор горячей экстракции ТС-600 фирмы LECO, с одновременным ИК-детектированием CO и CO₂ с целью проведения калибровки по газовым дозам и точного определения температуры анализа. Разработано оригинальное программное обеспечение для проведения калибровки прибора. Разработана методика калибровки прибора по стандартным образцам чистых оксидов. Разработана методика определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации (NiO, CuO, CoO, Fe₂O₃, SnO₂) методом высокотемпературной экстракции в несущем газе. Проведена оценка правильности и неопределенности полученных результатов. Разработана методика определения содержания кислорода в в германии и кремнии методом высокотемпературной экстракции в несущем газе на газоанализаторе фирмы Leco ТС-600. Показано, что данная методика имеет нижний предел определения содержания кислорода в германии менее 0,00003 % (масс.). Определено содержание кислорода в образцах германия из выставки коллекции Института химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девярых РАН. Проведено сравнение полученных результатов с данными, полученными другими методами анализа. Получена хорошая сходимость с результатами определения на тандемном лазерном масс-рефлектроне (ИХВВ РАН).

Автор(ы): Григорович К.В., Красовский П.В., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А Байкова РАН,

Москва

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

Изучены ИК-спектры ряда перспективных анионообменных материалов до и после сорбции альдегидов из водных растворов, на основе которых выявлены структурные изменения в полимерах, обусловленные протеканием хемосорбционных процессов. Экспериментально установлено, что при поглощении альдегидов анионообменниками с первичными аминогруппами в структуре сорбента происходит образование иминов за счет реакции нуклеофильного присоединения карбонильной группы к первичному амину

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

С помощью диодных лазеров с высокой точностью получены спектры молекул CO₂, HF, H₂O. Реализована точность определения параметров спектральных линий на уровне 0.1 %, что на порядок превосходит лучшие результаты, достигнутые в настоящее время в мире. Достигнутый уровень точности обеспечивает новые перспективы в создании стандартов газовых смесей, контроля содержания парниковых газов и т.д.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Объекты

Воздух; Другие объекты анализа

Показано, что методики ИК-спектроскопического определения могут быть успешно адаптированы для термолинзовой–оптоакустической микроспектроскопии в ИК-области (ТОМ). Это дает возможность использовать методологию, предложенную для спектрофотметрических методов анализа и исследования в видимой и УФ-областях, для разработки оптоакустических и термооптических методик. Предложены условия термолинзового определения гемоглобина в плазме крови без предварительного концентрирования. Предел обнаружения — 10 мкг/мл (абсолютные количества 10 пг), относительное стандартное отклонение в диапазоне концентраций 10–50 мкг/мл не превышает 0.1, объем измеряемого раствора 100 мкм³. Показано, что импульсное облучение приводит к локальному перегреву жидкости вокруг крупных белковых молекул, что вызывает дополнительный рост чувствительности термолинзовых измерений на полпорядка

Автор(ы): Проскурнин М.А.. proskurnin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Проведено измерение изотопического состава UF₆. Проведено измерение изотопического состава H₂O в Московской области. Обнаружена региональная зависимость изотопического состава воды.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды; Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Изучены спектральные характеристики фосфатидилхолина (ФХ) при различных pH. Также произведено сопоставление ИК спектров ФХ при использовании различных техник изготовления образцов (таблетирование с KBr или нанесение в виде тонкой пленки на пластину из монокристаллического кремния). Установлено, что при получении спектров фосфатидилхолина (ФХ), таблетированных с KBr, характеристические полосы проявляются лучше, на спектрах заметно меньше шумов и лучшее разрешение полос. Также методом ИК-спектроскопии подтвержден механизм сорбции фосфатидилхолина (ФХ) на неионогенных сорбентах за счет гидрофобных взаимодействий остатков жирных кислот и матрицы сорбентов.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Предложен способ экспресс диагностики травм роговицы с использованием ИК-спектроскопического анализа слезной жидкости. Отмечена корреляция между тяжестью травм глаз и характером инфракрасных спектров слезной жидкости. На основе данных ИК-спектроскопии представлена дифференциальная диагностика проникающих, непроникающих ранений роговицы при отсутствии клинических данных.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Аналитические приборы

Создан гетеродинный радиометр на основе диодных лазеров ближнего ИК диапазона, в котором для получения гетеродинного сигнала от теплового излучения и локального осциллятора используется оптическое волокно. Это обеспечивает переход от уникальных установок к малогабаритным и простым системам массового использования. Система испытана при регистрации спектра поглощения углекислого газа всей толщиной атмосферы при гетеродинировании солнечного излучения

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru

Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова

Москва

Объекты

Воздух

+Наноаналитика

Методом КР спектроскопии впервые проведены исследования процессов воздействия непрерывного лазерного излучения с длиной волны 532 нм на частицы нанокристаллического кремния (нк-Si), полученного методом лазерного пиролиза моносилана. Установлено, что воздействие достаточно мощного излучения (105–106 Вт/см²) вызывает значительные изменения состояния нк-Si, которые связаны с развитием термоокислительных процессов на воздухе, приводящих к сложному характеру изменения параметров полосы КР, принадлежащей нк-Si. С использованием СКФ импрегнации в среде СК–CO₂ реализован процесс матричного внедрения частиц нк-Si в микрочастицы полиэтилена низкой плотности. Установлено, что воздействие лазерного излучения на частицы нк-Si в полимерной матрице начинает проявляться в виде изменения полосы КР при плотностях мощности, значительно больших, чем в случае чистого порошка нк-Si.

Автор(ы): Ищенко А.А., Рыбалтовский А.О., Кононов Н.Н.

Московский государственный университет тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, МГУ им. М.В.

Ломоносова, НИИЯФ ИОФ РАН им. А.М. Прохорова

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Спектрофотометрия;+ Высокоэффективная жидкостная (в)

С использованием комплекса аналитических методов (спектро-фотометрия, ИК-спектрометрия, газо-жидкостная хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, хромато-масс-спектрометрия) проведено исследование образцов нефтяного сырья, продукции нефтехимпереработки и углеводородных продуктов из

подземных скоплений, аварийных разливов, нефтезагрязненных почв и т.д. В исследованных пробах идентифицированы индивидуальные углеводороды и специфические соединения, позволяющие отнести исследуемые образцы к конкретным нефтепродуктам. На основании полученных результатов предложен подход к выявлению источника поступления нефтепродуктов в окружающую среду.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты; Объекты окружающей среды

Люминесцентные методы

Люминесцентные методы

Систематизированы экспериментальные данные и выявлены факторы, оказывающие влияние на эффективность переноса энергии в хелатах лантанидов (Ln) европия и тербия, и предложена совокупность подходов к улучшению чувствительности определения и снижению предела обнаружения биологически активных веществ (БАВ) методом сенсibilизированной флуоресценции. В качестве критериев эффективности переноса энергии использованы следующие параметры: изменение интенсивности собственной флуоресценции БАВ; интенсивность возникающей при образовании хелата сенсibilизированной флуоресценции лантанида; квантовый выход этой флуоресценции, наблюдаемое время затухания флуоресценции; скорости излучательных и безызлучательных переходов в хелатах. Дано теоретическое обоснование основных эффектов и закономерностей в системах Ln-БАВ, Ln-БАВ-лиганд2, Ln-БАВ-лиганд2-Ln2, основанное на связи между интенсивностью аналитического сигнала и скоростью безызлучательной потери энергии возбуждения, сопоставленные с изменением числа молекул воды, координированных лантанидом. Экспериментально показано, что результатом влияния второго лиганда является уменьшение числа остаточных молекул воды, координированных металлом в исходном бинарном хелате Ln-БАВ, и скорости безызлучательных переходов в бинарных и разнолигандных хелатах. Получены экспериментальные зависимости, показывающие, что на интенсивность сигнала влияют также липофильность, основность лиганда и кислотность среды. Определены и сопоставлены времена жизни возбужденных состояний, скорости безызлучательных и излучательных процессов в присутствии и в отсутствие второго лиганда. Приведено несколько экспериментальных доказательств переноса энергии и "эффекта антенны" (появление флуоресценции европия при 615 нм при возбуждении лиганда-доксицилина (ДЦ) при 380 нм, рост интенсивности этой полосы при увеличении концентрации Ln и уменьшение интенсивности собственной флуоресценции лиганда, линейная зависимость тушения флуоресценции I/I_0 донора от обратной концентрации европия). Показано, что время затухания флуоресценции системы Eu^{3+} -ДЦ остается постоянным, независимо от концентрации и соотношения компонентов системы, т.е. природа центра излучения не изменяется. Перенос энергии электронного возбуждения наблюдается только при условии $E_d > E_A$, когда энергия триплета донора близка к энергии резонансного уровня акцептора и их разница находится в диапазоне 500-2500 см⁻¹. Указанный факт может лежать в основе увеличения селективности определения БАВ, основанной на различном соотношении энергий их триплетных уровней и излучательных уровней ионов лантанидов. Выявлено несколько схем переноса энергии с лиганда на металл: лиганд1-Ln; (лиганд1 и лиганд2)-Ln и последовательный - лиганд1-лиганд2-Ln. Показано, что дополнительный рост интенсивности флуоресценции при использовании второго лиганда определяется как вытеснением остаточных молекул воды из координационной сферы лантанида, так и и

дополнительным переносом энергии возбуждения с лиганда

Автор(ы): Штыков С.Н., Смирнова Т.Д. shtykovsn@mail.ru

Саратовский государственный университет,

Саратов

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Радиоспектроскопические методы (ЯМР, ЭПР)

Установлена возможность оценки физиологической активности гуминовых кислот методом ЯМР ^2H , анализируя форму контуров спектральных линий, характеризующую обменные процессы и степень распределения ^2H по активным центрам, что позволит оценивать ростовую активность гуминовых кислот без проведения трудоемких полевых испытаний.

Автор(ы): Кушнарев Д.Ф. aciu@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет

Иркутск

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

Разработана методика получения воды с пониженным содержанием дейтерия, включающая последовательный цикл «кристаллизация–плавление». Изучено влияние изотопного состава воды на структурные особенности водной матрицы

Автор(ы):

Иркутский государственный университет

Иркутск

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Другие методы определения;+Наноаналитика

Методами ЭПР, волюмометрии и квантовой химии проведён анализ парамагнитных центров в допированном углеродом нанокремнии. Примеси углерода в нанокремнии, полученном при лазерно-химическом синтезе нанокремния из моносилана, образуются при контакте синтезированного материала с атмосферным воздухом. Процесс достигает насыщения при времени контакта около 60 минут при комнатной температуре. Идентифицированы три типа свободных радикалов $^{\circ}\text{Si}-\text{CH}_2$, $(^{\circ}\text{Si})_2\cdot\text{CH}$ и $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C}$ со свободной валентностью на атоме углерода. Их структура расшифрована благодаря использованию образцов, обогащенных изотопами ^2D , ^{29}Si и ^{13}C , и подтверждена результатами квантово-химических расчетов модельных систем. Обнаружена неоднородность в спектральных характеристиках отдельных групп центров, свидетельствующая о различиях в пространственной структуре группировок $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C}$ и $(^{\circ}\text{Si})_3\text{C}-\text{H}$ в кремнеземе. Установлено, что зарегистрированные ранее методом ЭПР в продуктах окисления кремния парамагнитные центры (так называемые EX-центры) имеют структуру $((^{\circ}\text{Si})_3\text{C}\cdot)$, т.е. представляют собой примесные, а не собственные, материала.

Автор(ы): Ищенко А.А., Радциг В.А.

Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, ИХФ РАН

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Спектрофотометрия

Разработана методика и определены оптимальные условия спектрофотометрического определения натриевой соли цефотаксима в водных растворах

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет кафедра АХ

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны подходы по фармацевтическому анализу лекарственных веществ и токсичных примесей в них спектрофотометрическим методом в мицеллярных водно-диметилсульфоксидных средах на основе неионных поверхностно-активных веществ с использованием 5,7-дихлор-4,6-динитробензофуросана в качестве реагента. Методики позволяют определять токсичные примеси, например, *p*-аминофенол в парацетамоле на уровне более низком, чем их предельно допустимое содержание. Показано, что присутствие ПАВ в виде мицелл повышает чувствительность определений относительно стандартизованных методик

Автор(ы): Бакеева Р.Ф., gurf71@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны спектрофотометрические методики определения селена в селеноорганических веществах с применением нового реагента – 1,2-диамино-3,4,5,6-тетрафторбензола (АФБ) и известного – 2,3-диаминонафталина (ДАН). Селеноорганические вещества сжигали в колбе, наполненной кислородом, с использованием 0,1 М раствора HCl в качестве поглотительного раствора для продуктов сгорания, в результате селен количественно переходит в форму Se(IV). С применением реагентов АФБ и ДАН селен переводится в пиасоселенолы, которые экстрагируются толуолом, после чего измеряется светопоглощение экстрактов. Градуировочные графики линейны в диапазоне концентраций селена 1-10,6 мг/л (для определения с АФБ) и 1-9,1 мг/л (для определения с ДАН). Такие элементы, как азот, хлор, бром, фтор, сера, присутствующие в селеноорганических соединениях, не мешают определению. Относительная погрешность определения не превышает $\pm 2\%$.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Предложена методика термолинзового определения комплекса цитохрома с с фосфолипидами как основными компонентами клеточной мембраны. При спектрофотометрических измерениях обнаружен эффект значительного светорассеяния при добавлении кардиолипина к растворам цитохрома с, что не позволяет проводить надежное определение цитохрома с при низких концентрациях. Использование альтернативного метода термолинзовой спектрометрии позволило достигнуть предела обнаружения цитохрома с 10^{-7} М. Измерения растворов цитохрома с с кардиолипином показали снижение термолинзового сигнала с увеличением концентрации кардиолипина и выход на стационарное значение при соотношении цитохром:кардиолипин 1:30.

На примере анализа трис(1,10-фенантролината) железа(II) показана принципиальная возможность более эффективного определения веществ оптико-акустическим (ОА) способом регистрации светопоглощения без существенного изменения пробоподготовки по сравнению со спектрофотометрией. Использование ОА метода регистрации позволило определять концентрацию аналита при уровнях оптической плотности раствора 5–100, что на 1-2 порядка выше уровней традиционной спектрофотометрии. На уровне сантимольярных концентраций железа(II) с достаточной воспроизводимостью определены константы скорости реакции образования и разложения, а также общая константа устойчивости исследуемого комплекса. В целом показано, что оптико-акустический метод регистрации светопоглощения имеет существенные преимущества перед традиционной спектрофотометрией при анализе высококонцентрированных растворов. Продолжено исследование

аналитических возможностей кремний-титановых золь-гель материалов. Титан, включенный в матрицу ксерогелей, является катализатором восстановления аскорбиновой кислотой закрепленных в матрице молибдофосфорных соединений. Порошки и пленки кремний-титановых золь-гель материалов использованы для разработки методик твердофазно-спектрофотометрического определения дофамина, дигидрокверцетина и аскорбиновой кислоты в фармацевтических препаратах.

Автор(ы): Проскурнин М.А.. proskurnin@gmail.com

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная)

С использованием методов спектрофотометрии, высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) и хромато-масс-спектрометрии (ХМС) исследована структура (компонентный состав) фенольного индекса – одного из важнейших показателей качества воды. Методом ХМС идентифицированы фенольные соединения в сточных водах химических и нефтехимических предприятий РБ. Установлено, что доля собственно фенола (гидроксibenзола) в составе фенольного индекса варьирует от 3 до 72 %. Показано, что стандартная методика определения фенольного индекса, широко используемая при проведении мониторинга и государственного контроля, основанная на реакции взаимодействия фенолов с 4-аминоантипирином, не позволяет корректно оценить степень фенольного загрязнения сточных и природных вод. Научная новизна проведенного исследования заключается в предложенной методике определения вклада индивидуальных фенольных соединений в значение фенольного индекса, а также в разработке практически важной методики отдельного определения 9 фенолов методом ВЭЖХ с электрохимическим детектором в природных и сточных водах.

Автор(ы): Сафарова В.И., ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная)

Показана возможность применения натриевой соли 1,2-дигидроксиантрахинон-3-сульфоислоты [ализаринового красного С] для сорбционно-фотометрического определения местноанестезирующих органических оснований новокаина и лидокаина. Определены оптимальные условия образования сорбатов, получены уравнения зависимостей цветометрических функций (ЦФ) сорбатов от концентраций органических оснований. Рассчитанные молярные коэффициенты ЦФ сорбатов в 200 раз превышают таковые для соответствующих экстрактов. На основе разработанных методик созданы цветовые шкалы для тест-определения. Проведены исследования и выбраны условия для разделения и детектирования методом ультра ВЭЖХ-МС-МС трех компонентов водно-спиртового экстракта корня «*Rhodiola rosea*» - салидрозида, розавина и розарина. Диапазон линейности градуировочной зависимости составил 3 порядка (5 – 5000 нг/мл) а пределы обнаружения составили 1-3 нг/мл.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Методы атомного спектрального анализа

Разработана методика ИСП-АЭС и ИСП-МС определения элементного состава различных горных пород на основе автоклавного разложения. Из-за более высокой температуры и давления в автоклавах может происходить образование таких нерастворимых солей как CaAlF_5 , $\text{CaMg}_2\text{Al}_2\text{F}_{12}$, $\text{NaO} \cdot 0.88\text{Mg} \cdot 0.88\text{Al} \cdot 1.12(\text{F}, \text{OH})_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и AlF_3 , что приводит к заметным потерям, как породообразующих элементов, так и РЗЭ, Rb, Sr, Y, Cs, Ba, Th, U и некоторых других. Также подтверждено, что образование нерастворимого фторида алюминия происходит преимущественно при автоклавном разложении образцов с высоким содержанием Al и низким содержанием щелочноземельных элементов так, что отношение $(\text{Mg} + \text{Ca})/\text{Al} < 0.1$, а при разложении образцов с $(\text{Mg} + \text{Ca})/\text{Al} \geq 1$ образуются в основном смешанные фториды алюминия и щелочноземельных элементов. При этом если образовавшиеся смешанные фториды Al могут быть разрушены и переведены в раствор последовательным упариванием, то разрушить AlF_3 последовательным упариванием даже с хлорной кислотой не удастся. В связи с этим в [1К, 2К] при растворении образцов с $(\text{Mg} + \text{Ca})/\text{Al} < 0.1$ предложено перед автоклавным разложением для предотвращения образования нерастворимого AlF_3 добавлять соответствующее количество магния или кальция.

Автор(ы): Карандашев В.К. karan@iptm.ru

ИПТМ РАН

Черноголовка

Объекты

Минеральное сырье

Атомно-абсорбционный анализ

Атомно-абсорбционный анализ

Разработана методика, позволяющая определять примеси ртути в товарном природном газе в диапазоне концентраций от 2 нг/м³ до 50 000 нг/м³. Методика основана на предварительном концентрировании ртути на металлическом коллекторе с последующей термической десорбцией накопленной ртути и ее количественным определением методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара. По своему подходу разработанная методика близка к ISO 6978-2:2003. Для определения ртути в природном газе использовали также метод прямой атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара (анализатор РА-915+ фирмы «Люмекс», Россия). Данные, полученные при измерении содержания ртути в товарном природном газе ряда дочерних обществ ОАО «Газпром» обоими методами, хорошо согласуются между собой.

Автор(ы): Волинский А.Б., A_Volynskiy@vniigaz.gazprom.ru

ООО «Газпром ВНИИГАЗ»

Московская обл, пос. Развилки

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Показана возможность атомно-абсорбционного определения элементов в твердых природных образцах и концентратах с применением тигля-испарителя с двумя зонами конденсации. Пары элементов после испарения в тигле поступают в нагретую зону конденсации, в которой элементы частично конденсируются и остаточные количества элементоорганических соединений разлагаются, а затем в «холодную» зону конденсации. Для анализа конденсатов после фракционного испарения пробы предложен атомизатор с двумя зонами испарения и общей аналитической зоной. Улучшены метрологические характеристики определения металлов в органо-минеральных взвесах, концентратах природных вод и донных осадках. Прямой электротермический атомно-абсорбционный метод адаптирован к определению элементов в водных взвесах и сорбентах-концентратах, выделенных на мембранных ультрафильтрах. Предложены одна или две стадии термообработки – озоления образцов в системе графитовый стержень – стержень. Атомизацию продуктов термомодификации проводили в графитовом электротермическом трехкамерном атомизаторе стержень – ячейка – стержень с двумя зонами испарения и общей изотермической аналитической зоной. Улучшены метрологические характеристики определения Ag, Cd, Pb, Tl в природных водах.

Автор(ы): Цизин Г.И. tsisin@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Выполнен цикл исследований по оптимизации операций пробоподготовки при определении тяжелых металлов методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией и Зеемановской коррекцией неселективного поглощения. Найден ряд конкретных методических решений для определения микроэлементов в биологических жидкостях методами ААС-ЭТА и масс-спектрометрии

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработана и метрологически аттестована методика определения элементов (Co, Cu, Mn, Fe, Mo, Se, Zn) в комбикормах, премиксах и кормовых концентратах с использованием метода ААС ЭТА. Методика может применяться для контроля микроэлементного состава кормовых добавок и кормов, имеет важное практическое значение при составлении сбалансированных рецептур кормления животных и птицы. Предложен способ подготовки проб растительного и животного происхождения, исключающий потери селена, основанный на проведении минерализации пробы в колбе с обратным холодильником в присутствии окислительной смеси. Впервые проведено тестирование химического модификатора нитрат лантана для прямого определения селена в минерализатах проб растительного и животного происхождения методом ААС ЭТА. В сравнении с традиционными химическими модификаторами, используемыми для данных целей (нитраты палладия, магния, никеля, смешанный модификатор нитраты палладия – магния), нитрат лантана демонстрирует более высокую термостабилизирующую способность, позволяющую полнее удалять матричные компоненты пробы на стадии предварительного пиролиза. В большинстве случаев это дает возможность отказаться от метода стандартных добавок при определении селена в указанных объектах.

Автор(ы): Комарова Н. В. knv@lumex.ru

Группа компаний Люмэкс

Санкт-Петербург

Объекты

Пищевые продукты и корма

Развитие концепции электротермического атомно-абсорбционного спектроскопического анализа с атомизацией элементов в присутствии карбонизованной матрицы с перманентными свойствами.

Результаты проведенных исследований подтвердили целесообразность присутствия избытка карбонизованной матрицы с целью формирования оптимальных условий корректной атомизации легколетучих элементов (на примере As) для их определения методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии (ЭТААС). Дальнейшее развитие данного направления обеспечено физико-химическими исследованиями модифицирующих и сорбционных систем: Zr-Ir и W-Ir сорбентов-модификаторов на карбонизованной основе, используемых для концентрирования арсина в графитовой печи и последующей атомизации мышьяка. Исследованы зависимости аналитических сигналов определяемых элементов от ряда условий всей схемы анализа: режимы синтеза сорбентов-модификаторов; температурные условия концентрирования арсина, скоростные характеристики поступления реагентов и пробы, продолжительность взаимодействия компонентов системы, температурно-временные режимы этапа атомизации. Оценены метрологические параметры данной методики анализа природных и питьевых вод. Эффективность систем на карбонизованной основе подтверждена реализацией схемы ЭТААС определения мышьяка с фотохимической генерацией и концентрированием его газообразных соединений. Разработанная схема может в дальнейшем расширить аналитические возможности метода.

Неоднозначная интерпретация механизма взаимодействий в графитовой печи электротермического атомизатора между металлическими модификаторами и легколетучими элементами потребовала привлечения метода квантовой химии для рассмотрения этой системы на атомарном уровне. Теория функционала плотности в базисе плоских волн применена для исследования энергетики и геометрии взаимодействия атомов мышьяка на поверхности палладия. Рассчитанная величина теплоты десорбции атома мышьяка согласуется со значением энергии активации для процесса атомизации элемента, полученной методом ЭТААС. Наиболее вероятный механизм действия палладиевого модификатора, таким образом, это хемосорбция аналита на его поверхности. Данный подход предполагается применить при разработке новых альтернативных матричных модификаторов для метода ЭТААС.

Полученные результаты исследований применены при определении легколетучих и гидридообразующих элементов в пробах со сложной матрицей.

Автор(ы): Бурылин М.Ю. mburylin@chem.kubsu.ru

Кубанский государственный университет,

Краснодар

Объекты

Разработана методика определения селена в продовольственном сырье гидридным ААС методом в сочетании с химической пробоподготовкой в герметично замкнутом реакционном объеме с улучшенными метрологическими характеристиками. Разработан способ повышения эффективности химической пробоподготовки в замкнутом реакционном объеме путём подбора массы проб, состава растворяющих смесей и температурно-временных параметров, обеспечивающих количественное определение селена ААС в продовольственном сырье до 5×10^{-8} %.

Автор(ы): Орлова.В.А., Чупахин Д.А.

МГУТУ им.К.Г. Разумовского»

Москва

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработана и аттестована методика определения полидиметилсилоксана в алкогольной продукции методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией пробы.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Атомно-эмиссионный анализ

Разработана комбинированная методика атомно-абсорбционного спектрального с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА) анализа висмута и оксида висмута с отделением основы отгонкой висмута в виде трихлорида и концентрированием примесей. Оптимизированы температурно-временные программы определения технологически важных элементов-примесей в ЭТА. Пределы обнаружения Ag, Al, Co, Cu, Mn, Ni и Pb составляют $2 \cdot 10^{-8}$, $6 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$, $6 \cdot 10^{-9}$, $6 \cdot 10^{-8}$, $3 \cdot 10^{-8}$ мас. %, соответственно.

Разработаны прямая (экспрессная) и комбинированная методики АЭС-ИСП анализа высокочистого оксида висмута: - прямая методика позволяет определять содержание 46 примесей с пределами обнаружения 10^{-8} - 10^{-5} мас. %; - методика с концентрированием микропримесей отгонкой висмута в виде хлорпроизводных – 22 примеси с пределами обнаружения 10^{-9} - 10^{-6} мас. %.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработан комплекс методик атомно-эмиссионного спектрального с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и атомно-абсорбционного спектрального (ААС) анализа новых оптических материалов – халькогенидных кристаллов для сверхширокополосных преобразователей лазерных частот:

- методика обзорного АЭС-ИСП анализа халькогенидных монокристаллов GaSe позволяет определять до 30 элементов-примесей с пределами обнаружения 10⁻⁴- 10⁻⁶ % мас. и относительным стандартным отклонением 0,05-0,15. Важным преимуществом данной методики является возможность определять содержание серы;- методика прецизионного пламенного ААС анализа халькогенидных монокристаллов на содержание легирующих примесей:Cr,In иAg позволяет определятьCr,In иAg в диапазоне концентраций 10⁻²- 10⁻⁴ мас. % и относительным стандартным отклонением не более 0,02.

Автор(ы):

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Атомно-эмиссионный анализ;+Наноаналитика

Разработана методика АЭС-ИСП определения широкого круга элементов при экспериментальном исследовании постадийного кислотного разложения эвдиалита растворами на основе соляной и азотной кислоты; определение элементного состава цианобактерий, особое внимание уделено V, Li, Co; определения золота (методом ЭТАСС) и серебра (АЭС-ИСП, ПААС) в коллоидных растворах с размером наночастиц 5-50нм.

Автор(ы): Седых Э.М.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Атомно-флуоресцентный анализ

Атомно-эмиссионный анализ

Атомно-эмиссионный анализ

Для экспрессного контроля качества металлургического кремния разработана прямая атомно-эмиссионная с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) методика, позволяющая одновременно определять до 29 примесей:Al, Ba, Be, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Hf, In, K, La, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Pd, Pt, Sr, Ti, Tl, V, Y, Zn и Zr с пределами обнаружения 10⁻⁷– 10⁻⁵% мас. $isr = 2-18\%$.

Для анализа высокочистого (полупроводникового) кремния и оксида кремния разработана комбинированная АЭС-ИСП методика с предварительным концентрированием микропримесей парофазной отгонкой основы пробы в виде SiF₄ в микроволновой печи (МП). Предложена новая конструкция двухкамерного автоклава для МП, которая позволяет одновременно загружать до 3 образцов, и проводить процесс концентрирования при заданной температуре и давлении. Методика позволяет определять до 44 примесей с пределами обнаружения 10⁻⁸– 10⁻⁵мас.% $isr = 2-15\%$.Правильность разработанных методик проверена способом «введено-найдено» и подтверждена сопоставлением результатов анализа, полученных независимыми методами.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработана методика прямого атомно-эмиссионного анализа порошковых проб сложного переменного состава на F, Cl, Br, I; определение элементов группы железа в медно-никелевых рудах; определение высоких концентраций благородных металлов в рудах, отвалах и металлургических отходах.

Автор(ы): Савинова Е.Н., Сукач Ю.С., Тюрин Д.А., Черногорова С.М.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Минеральное сырье

С целью расширения круга анализируемых объектов, повышения информативности метода и улучшения метрологических характеристик методик КХА:

-оптимизированы инструментальные условия ввода растворов при их ИСП-АЭС анализе, что позволило сократить объём раствора, снизить относительное разбавление в 10-100 раз и, в конечном счёте, снизить пределы обнаружения в 2-5 раз;

-выполнена сравнительная оценка метрологических характеристик метода АЭС с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и с дуговым возбуждением спектров (АЭС-ДПТ) для анализа концентратов микропримесей после отделения основы для растворов минеральных кислот, кремния, и оксидов кремния, висмута, вольфрама и молибдена. Показаны преимущества и ограничения АЭС-ИСП метода перед АЭС-ДПТ;

-предложен способ АЭС-ИСП анализа твердых проб с использованием искрового пробоотбора и выполнением градуировки по многоэлементным стандартным растворам («тандем-градуировка»). Показано, что для выполнения «тандем-градуировки» возможно использование в качестве внутреннего стандарта линий основного компонента с близкими к линиям аналитов значениями суммарной энергии ионизации и возбуждения. В этом случае обеспечивается высокая сходимость и правильность результатов анализа КХА. Запущен в эксплуатацию двухструйный плазмотрон (ДДП) новой конструкции в сочетании со спектрометром высокого разрешения «Гранд» (ВМК «Оптоэлектроника»). Благодаря лучшей разрешающей способности и более широкому спектральному диапазону спектрометра в 2-5 раз снижены пределы обнаружения ряда микропримесей (As, Ba, Hg и др.) при прямом анализе порошков (оксиды металлов, природные и биологические

объекты).

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск, Улан-Удэ

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработана методика эмиссионного определения фтора в горных породах, рудах, рыхлых отложениях, почвах, донных осадках, шлаках и золе по способу вдувания-просьпки в дуговой разряд и с использованием многомерной градуировки. Расширенный диапазон определяемых содержаний составил 0,006 – 5 мас. % при увеличении информативности результатов анализа более чем в 2 раза

Автор(ы): Шабанова Е.В. shev@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова)СО РАН,

Иркутск

Объекты

Минеральное сырье

Показана возможность АЭС-ИСП определения основного состава металлоорганических кластерных и координационных соединений на содержание Cr, Mo, W, Re, P, S с погрешностью ~ 1%.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной аргонной плазмой АЭС-ИСП определено содержание 28 химических элементов в волосах. Разработана программа проведения гидролиза волос в микроволновой системе Speedwave MWS-3+

Автор(ы): Евгеньев М.И., Ле Фьюк Кённг, Евгеньева И.И. evgenev@ksu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Для оперативного аналитического обеспечения технологии получения монокристаллов ортогерманата висмута (BGO) разработана экспрессная атомно-эмиссионная с возбуждением в дуговом плазматроне (АЭС-ДДП) методика прямого определения примесей в кристаллах. Пределы обнаружения 35 примесей находятся на уровне 10⁻⁶–10⁻⁴ мас.%. Пробоподготовка заключается в растирании и разбавлении растертой пробы графитовым порошком, содержащим добавку 10% NaCl, в 2 раза, а образцы сравнения готовят смешиванием СО на основе графитового порошка со стехиометрической смесью высокочистых оксидов висмута и германия.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработана новая методика определения примесей элементов в чистых органических веществах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с ионизацией в индуктивно-связанной плазме.

Автор(ы): Конопелько Л.А., lkonop@b10.vniim.ru

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Санкт-Петербург

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Разработаны прямые методики атомно-эмиссионного анализа с возбуждением в дуговом плазматроне (АЭС-ДДП) органов и тканей животных (после леофильной сушки и обугливания при температуре 400°C). Выполнен ДДП-АЭС анализ 40 образцов тканей экспериментальных крыс. Обнаружено повышение содержания Zn, Cu, Mn и Mo в тканях легкого и печени крыс с аллоксановым диабетом по сравнению со здоровыми животными. Изучено влияние внутривенного введения суспензии частиц SiO₂, индуцирующей воспаление, на их содержание в органах. Показано, что через сутки после введения суспензии содержание Zn, Cu и Mn в печени больных крыс снижается в 1,8-2,7 раза, в то время как у здоровых крыс не обнаружено значительных изменений их концентраций.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Атомно-абсорбционный анализ

При анализе почв города Улаанбаатар (Монголия) проведено сравнение аналитических возможностей атомно-эмиссионных, атомно-абсорбционных и рентгенофлуоресцентной методик определения валовых содержаний токсичных и биофильных элементов и их подвижных форм в аммонийно-ацетатных вытяжках. Полученные данные сопоставимы между собой и свидетельствует о корректных условиях выполнения аналитических процедур.

Предложен рациональный комплекс аналитических методик для определения в почвах валовых содержаний 36 элементов и их подвижных форм с нижними границами менее кларков и ПДК. Комплекс обеспечивает снижение экономических затрат при проведении экогеохимических работ за счёт использования прямых методик атомно-эмиссионного, атомно-абсорбционного и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Выполнена оценка

регионального геохимического фона токсичных и биофильных элементов по пробам почв, отобранных в заповеднике Богд-Уул (Монголия).

Автор(ы): Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Объекты

Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

+Методы локального анализа и анализа поверхности

Проведено сравнение метрологических характеристик методов оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда с различными источниками возбуждения плазмы – источником постоянного тока и высокочастотным источником переменного тока. Определена зависимость времени стабилизации параметров плазмы тлеющего разряда с высокочастотным источником возбуждения как функция мощности и напряжения. Показано, что минимальное время стабилизации параметров плазмы при количественном послойном анализе на спектрометре тлеющего разряда GDS 850A с источниками постоянного и переменного тока составляет 0,10 - 0,30 сек., что соответствует глубине травления металлического образца на 0,003 - 0,005 мкм. Показано, что толщина покрытия менее 0,003 мкм является критической при количественном послойном анализе на спектрометре тлеющего разряда. Показано, что линейность калибровочных зависимостей характерна для обоих источников возбуждения плазмы тлеющего разряда. На конкретных примерах продемонстрирована возможность применения одной калибровочной функции в широком диапазоне концентраций большинства определяемых элементов (от 10⁻⁴ до 100 %).

Разработана методика послойного анализа для составов токопроводящих градиентных материалов на спектрометре тлеющего разряда GDS 850A фирмы LECO рассчитанная на широкий диапазон концентраций легирующих элементов в различных матрицах. Проведена калибровка метода по глубине при помощи образцов с известной толщиной покрытия, получена хорошая воспроизводимость результатов. Проведен анализ метрологических характеристик разработанной методики количественный послойного анализа. На значительном экспериментальном массиве количественных послойных анализов жестких дисков для блоков памяти компьютера были определены параметры послойного разрешения методики, воспроизводимость и точность результатов определения. Результатам исследований показали преимущества высокочастотного источника переменного тока, при количественном послойном анализе. Результаты показали лучшее послойное разрешение, меньшую зависимость от фона и шумов различного типа аналитических кривых изменения концентраций элементов по сравнению с источником возбуждения постоянного тока.

Автор(ы): Григорович К.В., Спрыгин Г.С. grigorov@imet.ac.ru
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
Москва
Объекты
Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

+Рентгеновские методы

Разработан и апробирован на реальных объектах ряд методик анализа различных геологических проб:

- методика прямого атомно-эмиссионного анализа порошковых проб сложного переменного состава на F, Cl, Br, I; определение элементов группы железа в медно-никелевых рудах; определение высоких концентраций благородных металлов в рудах, отвалах и металлургических отходах;
- методика многокомпонентного (до 30 элементов) рентгенофлуоресцентного анализа сульфидных руд с учетом широкого разнообразия их состава; разработаны методики количественного определения U, Th, W, Mo в диапазоне концентраций $n \cdot 10^{-10}$ - $n \cdot 10^{-11}$ в почвах и горных породах; методика определения высоких концентраций редкоземельных элементов в щелочных горных породах;
- Методика АЭС-ИСП определения широкого круга элементов при экспериментальном исследовании постадийного кислотного разложения эвдиалита растворами на основе соляной и азотной кислот.

Автор(ы): Центральная аналитическая лаборатория
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва
Объекты
Минеральное сырье

Использование лазеров

Использование лазеров

Разработанный ДЛС комплекс контроля получения высокочистых гидридов доукомплектован в текущем году двумя ДЛС системами, измеряющими содержание метана в арсине и фосфине и этилена в силане.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru
Институт общей физики им А.М.Прохорова РАН
Москва
Объекты
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Создан ДЛС комплекс для самолета лаборатории Росгидромета, обеспечивающий измерения содержания в атмосферном воздухе углекислого газа, метана, и водяного пара. Для водяного пара комплекс обеспечивает также измерение его изотопического состава. Начаты наземные испытания комплекса.

Автор(ы): Надеждинский А.И., NAD@nsc.gpi.ru
Институт общей физики РАН им А.М.Прохорова
Москва
Объекты
Воздух; Природные, технологические и питьевые воды

Разработан ДЛС комплекс для скрининговой медицинской диагностики, обеспечивающий измерения содержания NH_3 , H_2O , H_2S , CO_2 и CH_4 с ладони пациентов и в их выдохе. Проведены испытания работы комплекса на группе из 78 пациентов с различными заболеваниями в Городской клинической больнице №12 совместно с РГМУ им. Н.И.Пирогова.

Автор(ы):
Институт общей физики им А.М.Прохорова РАН
Москва
Объекты
Биологические и медицинские объекты

Тест-методы

Тест-методы

Разработаны тест-пленки для определения токсичных веществ в водных средах.

Автор(ы): Евгенийев М.И., Евгеньева И.И, Николаева Н.Г. evgenev@kstu.ru
Казанский национальный исследовательский технологический университет
Казань
Объекты

Титриметрия

Химические сенсоры

Химические сенсоры

Разработан, апробирован и внедрен в практику способ установления степени порчи зерна в хранилищах (на примере пшеницы, рапса аммиак-селективным сенсором с МУНТ/AZr) с помощью портативного флеш-детектора в режиме «на месте».

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)
Воронеж
Объекты
Пищевые продукты и корма

Получены сенсоры на основе ионных ассоциатов новокаина, лидокаина с тетрафенилборат-ионом и определены их электрохимические характеристики. Методом бионных потенциалов определены коэффициенты селективности электродов. Разработана методика определения новокаина и лидокаина в смесях с цефтриаксоном и цефазолином; изучена устойчивость смешанных растворов во времени. Проведен анализ жидкости ротовой полости на содержание лидокаина и установлено оптимальное время всасывания анестетика из «Лидоксор геля».

Автор(ы): Чернова Р.К. chernov-ia@yandex.ru
Саратовский государственный университет
Саратов
Объекты
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты; Биологические и медицинские объекты

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных, нанокompозитами: многостенные или одностенные углеродные нанотрубки – хитозан для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афабазол» обладает свойствами обратимого ингибитора MAO, что было использовано для его определения. Согласно значениям кинетических параметров (K_m (каж.) и V_{max}), в системах субстрат – моклобемид, имипрамин, афабазол и тианептин с участием дофамина наблюдается двухпараметрически согласованное или рассогласованное ингибирование для всех видов биосенсоров, для тирамина и серотонина - псевдоингибирование (ГЦФН)

Специфичные сочетания субстрат-антидепрессант, позволяющие достичь лучших аналитических характеристик для определения антидепрессантов афабазола, тианептина и имипрамина разработанными биосенсорами - это

адреналин и дофамин. Для определения моклобемида, судя по 50% ингибирующей способности, антидепрессанта рассматриваемых биосенсоров, лучше использовать серотонин.

Наиболее широкий линейный диапазон концентраций выявлен для систем серотонин – моклобемид, афобазол и тианептин – адреналин - от 1×10^{-4} (-5) до $(1-5) \times 10^{-9}$ моль/л, что связано с природой используемого модификатора. Нижняя граница определяемых концентраций составляет $(5-9) \times 10^{-9}$ моль/л для биосенсоров, модифицированных гексацианоферратом никеля, $(5-9) \times 10^{-10}$ для биосенсоров, модифицированных МУНТ и ОУНТ.

Использование электрокаталитического эффекта, наноструктурированных материалов, позволило увеличить область рабочих концентраций, снизить нижнюю границу определяемых содержаний по сравнению с немодифицированными аналогами биосенсоров. Использование модификаторов разной природы позволило улучшить аналитические и операционные характеристики биосенсоров: повысить устойчивость фермента к вымыванию, сохранить более высокую каталитическую активность фермента, расширить диапазон определяемых концентраций, снизить сн, уменьшить погрешность определения.

Разработаны методики определения активного компонента, обладающего антидепрессивным действием, в лекарственных препаратах «Мелипрамин», «Аурорикс», «Афабазол» и «Коаксил» с с Sr не более 0.06-0.09 с

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru или Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Отработана методика определения аминокислот валина, лейцина и изолейцина в водных растворах и в препарате «ВСАА» пьезосенсорами, модифицированными полимерами с молекулярными отпечатками. Оценена способность модифицированных пьезосенсоров к распознаванию аминокислот в лекарственных препаратах и препаратах для питания спортсменов.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработаны селективные сенсоры на легколетучие алкиламины С1-С3: Селективное полимерное покрытие на основе ПДЭГС предложено для суммарного определения азотсодержащих органических соединений и аммиака; комплексное покрытие на основе МУНТ/AZr – для высокоселективного определения ТЭА/аммиака в присутствии воды

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Исследовано влияние степени свежести пива, а также концентрации сухого молока в восстановленном молоке на величину отклика, стабильность и чувствительность ПД-сенсоров на основе перфторированных сульфокатионообменных мембран в различных ионных формах, а также ионоселективных электродов. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы для контроля степени свежести пива и качества восстановленного молока.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработаны методики оценки состояния коньяка и водок по составу равновесной газовой фазы над пробами с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических пьезосенсоров. Методики экспрессные, простые, не требуют длительной подготовки и больших объемов проб. Апробированы в рамках Областных Смотров качества и безопасности алкогольной продукции, проводимых по заказу Общества по защите прав потребителей Воронежской области. Результаты адекватны результатам стандартных испытаний (ВЭГХ, дегустация).

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Погребная Д.А. sibilda1@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

Для создания таллийчувствительного сенсора синтезирован твердый электролит Tl_4HgI_6 , который обладает высокой ионной составляющей проводимости. Найдены основные сенсорные характеристики (угол наклона, предел обнаружения, селективность, область рН, дрейф потенциала) нового таллийселективного сенсора. Показаны стабильность его работы во времени и различные способы его применения для определения ионов таллия в растворах

Автор(ы): Власов Ю.Г. sensor2000@vk5346.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработан способ оценки качества и потребительского предпочтения кондитерских изделий (пастильные, печенье) с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических пьезосенсоров. Способы экспрессные, не требуют длительной подготовки и больших объемов проб. Апробированы в рамках Областного Смотра качества кондитерских изделий, проводимых по заказу Общества по защите прав потребителей Воронежской области. Результаты адекватны результатам стандартных испытаний (ГОСТы, дегустация).

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Погребная Д.А. sibilda1@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

Проведена количественная оценка перекрестного влияния ионов натрия и рН на функцию ионоселективных оптода (оптического сенсора на основе сочетания ионофора и хромоионофора) в физиологическом диапазоне концентраций этих ионов. Создан Na/рН-селективный оптод, с составом мембраны, оптимизированным для функционирования в диапазоне рН цельной крови и сыворотки при близком к норме уровне натрия.

Автор(ы): Михельсон К.Н. konst@km3241.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработана методика оценки эмиссии мономеров и остаточных растворителей из полимерных изделий бытового назначения с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8» на основе химических сенсоров сложной подготовки пробы.

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Другие объекты анализа

Разработан способ экспрессной оценки качества вина по физико-химическим показателям и аромату с применением многоканального анализатора газов «МАГ-8», в массив чувствительных элементов которого входят 6 пьезосенсоров с разнохарактерными пленками. Способ позволяет быстро и менее затратно оценить качество и идентифицировать в большой выборке пробы сомнительного качества и фальсификаты

Автор(ы): Лисицкая Р.П. lisitskaya_raisa@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ),

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработан способ оценки эмиссии летучих растворителей лакокрасочных материалов из текстильных изделий с применением массива пьезосенсоров. Значительно упрощает существующие способы определения с сохранением информативности, правильности результатов.

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Другие объекты анализа

Созданы лактатные биосенсоры на основе модифицированных берлинской лазурью планарных электродов с иммобилизованным ферментом лактатоксидазой в смешанной мембране. Путём интеграции лактатного биосенсора и тонкослойной ячейки разработана система определения лактата в малых объёмах пробы (1,5 мкл). Ячейка апробирована для амперометрических определений лактата в неразбавленных образцах пота.

Автор(ы): Карякин А.А. karyakin@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Исследованы стабильность, распределение чувствительности потенциометрических сенсоров, аналитическим сигналом которых является потенциал Доннана (ПД-сенсоров), и ионоселективных электродов в многокомпонентных водных растворах, содержащих катионы лидокаина, новокаина, щелочных и щелочно-земельных металлов. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы для мониторинга сточных вод медицинских учреждений на содержание в них лидокаина и новокаина.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский ГУ

Воронеж

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Проведена количественная оценка перекрестного влияния ионов натрия и pH на функцию ионоселективных оптода (оптического сенсора на основе сочетания ионофора и хромоионофора) в физиологическом диапазоне концентраций этих ионов. Создан Na/pH-селективный оптод, с составом мембраны, оптимизированным для функционирования в диапазоне pH цельной крови и сыворотки при близком к норме уровне натрия.

Автор(ы): Михельсон К.Н.

СПбГУ (Санкт-Петербургский государственный университет)

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Потенциометрия (в том числе ионометрия)+Спектрофотометрия

Предложены потенциометрические сенсоры с пластифицированными полимерными мембранами на основе органических ионообменников тетраалкиламмония и комплексного соединения серебра (I) с цефалексином.

Определены константы ионизации цефалексина спектрофотометрическим и потенциометрическим методами:

$\lg K_1 = 2,48 \pm 0,01$, $\lg K_2 = 7,31 \pm 0,05$. Установлены области кислотности существования катионной, анионной и цвиттерионной формы антибиотика. Показано, что в системах серебро (I)-цефалексин образуются комплексы AgL (pH 4,2 – 5,8) и $[AgL_2]^-$ (pH 8,1 – 9,5). Значения $\lg \beta$, полученные потенциометрическим и спектрофотометрическим методами, равны $4,14 \pm 0,05$ и $7,27 \pm 0,06$. Произведение растворимости активного компонента мембран – тетрадециламмония с комплексом серебро-цефалексин равно $(1,5 \pm 0,3) \cdot 10^{-8}$.

Определены электроаналитические и операционные характеристики новых потенциометрических сенсоров: диапазон линейности электродных функций в растворах цефалексина составляет $1 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ М; угловой коэффициент - 56 ± 2 мВ/рС; предел обнаружения цефалексина – $8 \cdot 10^{-6}$ М. Время отклика – 25-60 сек., дрейф потенциала 1-2 мВ/сут, срок службы – 2-3 месяца. Определены стационарные сопротивления мембран при варьировании концентрации ЭАК, концентрации примембранных растворов; рассчитаны скорости переноса, проницаемости и потоки ионов, константы диссоциации ЭАК в фазе мембраны. Введение в состав мембран комплекса серебра с цефалексином приводит к понижению сопротивления ($0,5$ – $1,2$ МОм) по сравнению с мембранами, не содержащими серебра (I) ($1,2$ – $1,6$ МОм); $K_d = (1,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$.

Автор(ы): Кулапина Е.Г., kulapinaeg@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Вольтамперометрия и полярография

Предложены способы изготовления электрохимических электродов на основе пучка углеродных волокон и композита «графит спектральной чистоты - полистирол». Благодаря использованию пластификатора электроды хорошо сохраняют форму и могут быть использованы многократно. Электроды позволяют получать методом ВА аналитические сигналы (АС), пропорциональные концентрации, для различных металлов (Cu, Cd, Bi и Pb) без использования солей ртути. Изучена особенность формирования аналитического сигнала Pt и Pd на электродах из углеродного волокна и композиционных электродах. В фоновом электролите, содержащем соляную кислоту и бромид натрия, площади пиков на инверсионных вольтамперограммах пропорциональны содержанию платины в диапазоне концентраций Pt: 0,1-1,2 мг/л. и Pd: 0,1 - 3 мг/л.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Благородные металлы

+Вольтамперометрия и полярография+Амперометрия

Разработаны новые моноаминоксидазные амперометрические биосенсоры на основе печатных графитовых электродов, модифицированных, наноккомпозитами: многостенные или одностенные углеродные нанотрубки – хитозан для определения антидепрессантов. Установлено, что антидепрессант последнего поколения «Афобазол» обладает свойствами обратимого ингибитора MAO, что было использовано для его определения. Согласно значениям кинетических параметров (K_m (каж.) и V_{max}), в системах субстрат – моклобемид, имипрамин, афобазол и тианептин с участием дофамина наблюдается двухпараметрически согласованное или рассогласованное ингибирование для всех видов биосенсоров, для тирамина и серотонина - псевдоингибирование (ГЦФН).

Специфичные сочетания субстрат-антидепрессант, позволяющие достичь лучших аналитических характеристик для определения антидепрессантов афобазола, тианептина и имипрамина разработанными биосенсорами - это адреналин и дофамин. Для определения моклобемиды, судя по 50% ингибирующей способности, антидепрессанта рассматриваемых биосенсоров, лучше использовать серотонин.

Наиболее широкий линейный диапазон концентраций выявлен для систем серотонин – моклобемид, афобазол и тианептин – адреналин - от 1×10^{-4} (-5) до $(1-5) \times 10^{-9}$ моль/л, что связано с природой используемого модификатора. Нижняя граница определяемых концентраций составляет $(5-9) \times 10^{-9}$ моль/л для биосенсоров, модифицированных гексацианоферратом никеля, $(5-9) \times 10^{-10}$ для биосенсоров, модифицированных МУНТ и ОУНТ.

Использование электрокаталитического эффекта, наноструктурированных материалов, позволило увеличить область рабочих концентраций, снизить нижнюю границу определяемых содержаний по сравнению с немодифицированными аналогами биосенсоров. Использование модификаторов разной природы позволило улучшить аналитические и операционные характеристики биосенсоров: повысить устойчивость фермента к вымыванию, сохранить более высокую каталитическую активность фермента, расширить диапазон определяемых концентраций, снизить сн, уменьшить погрешность определения. Разработаны методики определения активного компонента, обладающего антидепрессивным действием, в лекарственных препаратах «Мелипрамин», «Аурорикс», «Афобазол» и «Коаксил» с сSг не более 0.06-0.09 с помощью разработанных биосенсоров

Автор(ы): Медянцева Э.П., Elvina.Medyantseva@ksu.ru или Elvina.Medyantseva@kpfu.ru

Казанский Федеральный университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты; Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Сорбция+Тест-методы

Для разработки оптически прозрачных чувствительных сенсоров исследованы особенности сорбции в желатиновый гель бромпиригаллолового красного (БПГК), образующего с рядом тяжелых металлов комплексные соединения с интенсивной окраской. Установлена зависимость степени извлечения, сорбционной емкости и оптической плотности пленок от времени контакта сорбента с растворами красителей. Степень извлечения БПГК достигает максимального значения при концентрации красителя $5 \cdot 10^{-4}$ М. На сорбционную способность желатина по отношению к БПГК заметное влияние оказывает кислотность среды, в диапазоне pH от 2 до 3 сорбция красителя максимальна. Сделано предположение о составе форм БПГК, сорбируемых в желатиновую матрицу. Исследовано влияние ПАВ на процесс сорбции реагента в желатиновый гель, реакции БПГК, иммобилизованного в желатиновую матрицу, с рядом ионов металлов. Предложена методика сорбционно-спектроскопического определения Pb(II) по реакции с БПГК, иммобилизованным в отвержденный желатиновый

гель. Показана возможность использования иммобилизованных желатиновых пленок для тест-определения свинца.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Починок Т.Б.
Кубанский государственный университет
краснодар
Объекты

+Экстракция

Предложена методика синтеза различных дипиридил диамидов, изучены их координационные свойства в ряду редкоземельных элементов, показана возможность применения синтезированных соединений в полимерных мембранах электрохимических сенсоров для создания новых типов чувствительных датчиков, проведено сравнение влияния структуры лигандов на экстракционные и сенсорные характеристики.

Автор(ы): Легин А.В., Кирсанов Д.О. andrew@KL13930.spb.edu
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты

Хроматографические методы

Хроматографические методы

В рамках ОКР "Разработка средств метрологического обеспечения контроля микроконцентраций взрывчатых веществ в паровой фазе» разработан проект хроматографической методики определения тринитротолуола (ТНТ) в газовой смеси. Проект является необходимым этапом работы по созданию Государственного первичного специального эталона (ГПСЭ), который позволит обеспечить единство газоаналитических измерений в РФ в области контроля паров взрывчатых веществ. ГПСЭ создается на основе современных приборов, позволяющих с наивысшей точностью проводить определение микроконцентраций взрывчатых веществ (ТНТ) в газовых средах.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru
ВНИИМ им. Д.И.Менделеева
Санкт-Петербург
Объекты

Специальные объекты анализа (токсичные, радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, космические объекты и т.п.)

Разработаны хроматографические методики определения диэтиленгликоля в природном газе; молярной доли компонентов природного газа переменного состава с помощью хроматографа газового модели 700; остаточных органических растворителей в чистых органических веществах (методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ/ПИД) и с использованием универсальной сорбционной трубки)

Автор(ы):
ВНИИМ им. Д.И.Менделеева
Санкт-Петербург
Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты; Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Общие вопросы хроматографических методов анализа

Общие вопросы хроматографических методов анализа

Разработан общий алгоритм хроматографической идентификации изомеров, го-мо-ло-гов и конгенов по сочетаниям их газохроматографических индексов удерживания и коэффициентов распределения в гетерофазных системах органических растворителей. Для использования в хромато-распределительном методе предложена гетерофазная система, полярный компонент которой содержит активные атомы водорода в составе гидроксильных групп (2,2,2-трифторэтанол).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты

- Предложен способ оценки времени удерживания несорбируемого ком-по-нента с использованием рекуррентных соотношений в различ-ных тем-пературных режимах хроматографического анализа (изотерми-чес-ких и с линейным програм-ми-рованием температуры).
- Завершен цикл работ по оценке влияния соотношения количеств ха-рак-теризуемых и реперных ком-понентов на значения хроматографи-чес-ких индексов удерживания. Показано, что выявленные закономер-ности идентичны в газожидкостном и газоадсорбционном вариантах хроматографического разделения, обращенно-фазовой ВЭЖХ и капил-лярном электрофорезе и являются одним из главных источников меж-ла-бораторного разброса индексов удерживания.
- Разработан вариант способа количественного анализа методом после-довательных стан-дар-т-ных добавок, при-ме-нимый в условиях нелиней-но-с-ти детектиро-вания. Установлено, что подобная нелиней-ность детекти-ро-вания наиболее типична для такого способа ионизации как электро-спрей в ВЭЖХ-МС.
- Сформулирован критерий возможности газохроматографического ана-лиза термически нестабильных органических соединений. Приме-нение указанного критерия позво-лило пересмотреть природу побочных продуктов, образующихся в ходе синтеза алкилди-азо-ацетатов из соот-ветствующих эфиров аминокислотной кислоты (совместно с кафедрой органической химии химического факультета СПбГУ).

Автор(ы):
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург
Объекты

+Высокоэффективная жидкостная (в том

Разработан принцип синтеза нанокompозитов с ионообменными свойствами и получены новые высокоэффективные аналитические колонки для катионной хроматографии НАКАТЕКС. Принцип получения таких сорбентов достаточно универсален и позволяет получить разделяющие ионообменники для ионной хроматографии с различными свойствами. Разработаны высокоселективные и чувствительные способы определения сложных ионных смесей, в том числе, смесей катионов первой группы и аммония, катионов второй группы на колонке НАКАТЕКС. На базе разработанных сорбентов и методик для метода ионной хроматографии проводились систематические исследования ионного состава природных образцов, таких как: поверхностные воды, осадки, конденсаты вулканических газов и т.п.

Автор(ы): Долгонос А.М. amdolgo@mail.ru
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН
Москва
Объекты

Природные, технологические и питьевые воды; Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.); Другие объекты анализа

Развита теория ВЭЖХ по трем направлениям: исследованы особенности перехода от свободной к конкурентной сорбции; на феноменологическом уровне выведены выражения для характеристики хроматографического удерживания молекулы от состава подвижной фазы и параметров конкурентной сорбции, в том числе, при использовании многокомпонентного элюента; применена теория обобщенных зарядов для расчета параметров удерживания по строению молекул аналита, подвижной и неподвижной фаз.

По результатам работы опубликована монография: А.М.Долгонос. Неспецифическая селективность в проблеме моделирования высокоэффективной хроматографии. М., КРАСАНД. 2012. 256с

Автор(ы): Долгонос А.М. amdolgo@mail.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Тонкослойная хроматография

Тонкослойная хроматография

Показано, что использование в ТСХ модифицированных мицеллярных элюентов, содержащих органический растворитель и мицеллы катионных, анионных или неионных поверхностно-активных веществ (ПАВ), позволяет в 8-10 раз улучшить эффективность и в 2-5 раз селективность разделения аналитов, а также в 2-3 раза повысить чувствительность их определения по сравнению с водно-органическими элюентами. Установлено, что основой улучшения хроматографических параметров является разная степень связывания мицеллами ПАВ компонентов анализируемой смеси и вклад в удерживании сорбатов трех видов равновесий в системах растворитель-сорбент, растворитель-мицелла и мицелла-сорбент. В варианте обращенно-фазовой тонкослойной хроматографии (ТСХ) разработаны методики определения олеаноловой и глицирризиновой кислот в некоторых фармацевтических препаратах и пищевых продуктах в модифицированных мицеллярных подвижных фазах, содержащих хлорид цетилтриметиламмония. S_r составляет- 0,020 - 0,022, что существенно ниже, чем в водно-органических подвижных фазах.

Автор(ы): Сумина Е.Г. suminaeg@yandex

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты;#48;#Пищевые продукты и корма

Предложены различные способы модификации хроматографических систем хиральными селекторами (аминокислоты, циклодекстрины, макроциклические антибиотики) для разделения энантиомеров нестероидных противовоспалительных средств (ибупрофена, кетопрофена и кеторолака) и β -блокаторов (карведилола, пропранолола и соталола) методом ВЭТСХ с денситометрическим детектированием. Для всех энантиомеров получены значения факторов разрешения более 1,5, что позволяет рекомендовать разработанный вариант для препаративных целей. Выявлены возможности хиральной лигандообменной высокоэффективной хроматографии (ЛО ВЭТСХ) для разделения энантиомеров нестероидных противовоспалительных препаратов (модификация подвижной фазы комплексами Cu^{2+}/L -пролин или Cu^{2+}/L -гидроксипролин), β -блокаторов (модификация неподвижной фазы комплексами Cu^{2+}/L -пролин). Получены высокие значения факторов энантиоселективности ($\sim 9,4$) и факторов разрешения (4,4).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

В настоящее время авторы 60% публикаций по ТСХ используют для разделения N-камеру. Однако только предварительный процесс равновесного насыщения пластинки ТСХ парами подвижной фазы требует не менее 60 мин. Для ускорения процессов насыщения аналитической пластинки парами подвижной фазы предложено в кассете параллельно аналитической пластинке на небольшом расстоянии (0,2-1,0 мм) дополнительно располагать «питающую» пластинку, смоченную подвижной фазой. В этих условиях процесс насыщения аналитической пластинки существенно ускоряется, и в результате улучшается воспроизводимость. Для реализации предложенного метода были разработаны специальные кассеты, позволяющие фиксировать аналитические и «питающие» пластинки на небольшом, строго определенном расстоянии друг от друга. Новый подход позволил существенно (до 2 раз) уменьшить время, необходимое для проявления пластинки в N-камере.

Автор(ы): Березкин В.Г. berezkin@ips.ac.ru

Институт нефтехимического синтеза РАН

Москва

Объекты

Разработана система для определения и разделения жирных кислот (ЖК) методом нормально-фазовой тонкослойной хроматографии (НФ ТСХ). Оптимизированы условия хроматографического разделения смеси ЖК с учетом адсорбционных моделей удерживания. Изучено влияние количественного состава, pH водно-ацетонитрильных элюентов на удерживание ЖК в НФ варианте ТСХ. Определена оптимальная форма пластин для разделения фосфолипидного концентрата (ФЛК), рассчитаны термодинамические и кинетические параметры разделения.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Газовая хроматография

Газовая хроматография

Разработана методика определения этанола и изопропанола методом газовой хроматографии. Выбраны оптимальные параметры определения, выявлены оптимальные скорости для определения индивидуальных спиртов и разделения двух спиртов при различных температурах.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Выбраны условия определения фенолкарбоновых кислот (биомаркёров при диагностике сепсиса) в сыворотке крови человека методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Предложен подход, позволяющий значительно повысить достоверность идентификации следовых количеств органических соединений при использовании метода ГХ/МС(ЭИ). В основе подхода лежит выбор наиболее вероятного кандидата с помощью баз данных масс-спектров ЭИ (и индексов удерживания) и последующем сопоставлении экспериментальных масс-спектров неизвестного и предполагаемого соединений (зарегистрированных при одних и тех же условиях) с помощью метода главных компонент и t-критерия Стьюдента.

Автор(ы):

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Разработаны физико-технические основы производства экспрессных газохроматографических поликапиллярных колонок (ПКК) длиной 1м, свернутые в спираль малого диаметра (80 мм) для полевых газовых хроматографов универсального назначения, включая геохимическую съемку при поиске залежей нефти

и газа, экологический контроль, обнаружение взрывчатых веществ. Колонки содержат 1000 капилляров диаметром 40 мкм, внутренняя поверхность которых покрыта неподвижной жидкой фазой SE-30. В частности выявлены технологические параметры сворачивания многоканальных трубок в спираль; получены экспериментальные образцы компактных спиральных поликапиллярных колонок с эффективностью до 15'10³ теоретических тарелок, предназначенные для использования в составе портативных экспрессных газовых хроматографов. Известные ПКК, скрученные в спираль диаметром 120 мм, громоздки для встраивания в полевые приборы. Новые ПКК не имеют аналогов, их применение обеспечит качественно новые возможности полевых хроматографов

Автор(ы): К.х.н. Науменко И.И., <root@multichrom.nsk.ru> Д.т.н. Грузнов В.М. <GruznovVM@ipgg.sbras.ru>

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН –

Новосибирск

Объекты

+Хромато-масс-спектрометрия

Доказано микробное происхождение фенилкарбонновых кислот (ФКК), которые преобладают в метаболическом профиле сыворотки крови больных, находящихся в критическом состоянии. Доказано участие ФКК микробного метаболизма в патогенезе и тяжести критических состояний. Методом ГХ-МС выявлены ключевые метаболиты, такие как фенилуксусная, фенилмолочная, гидроксифенилмолочная и гидроксифенилуксусная кислоты, доказана их клиническая значимость в оценке тяжести состояния и прогнозе летального исхода.

В лаборатории разрабатываются ГХ-МС технологии метаболического профилирования, ведутся исследования по разработке и адаптации методов детекции ароматических гидроксированных и негидроксированных микробных метаболитов для практического применения в условиях клиники. Проводится анализ сыворотки крови с целью диагностики сепсиса, мониторинга критических состояний и объективной оценки эффективности проводимой терапии методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД).

Автор(ы): Гецина М.Л. mgetsina@mail.ru Руководитель лаборатории д.м.н., проф. Белобородова Н.В.

Научно-исследовательский институт общей реаниматологии имени В.А.Неговского» РАМН

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Масс-спектрометрия

В рамках исследования биологически активных компонентов растительного сырья оптимизирован процесс пробоподготовки для парофазного анализа чая «Korean Ginseng Tea» методом ГХ-МС (температура нагрева, скорость подачи пробы в хроматограф, выбор программы градиента температуры и т.д.). В выбранных оптимальных условиях идентифицированы основные вещества, входящие в состав чая с использованием библиотеки масс-спектров NIST. В ходе изучения фрагментации гинсенозидов, присутствующих в чае, методом ВЭЖХ-МС-МС обнаружены следующие тритерпеновые сапонины Rb1, Rb2, Rb3, Rc, Rf и Rd. На масс-спектрах идентифицированных соединений присутствуют молекулярные ионы, соответствующие аддуктам с натрием и характерные фрагменты, которые образуются при отщеплении одной и более молекул воды.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Пищевые продукты и корма

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Оптимизированы методики получения сорбентов с наночастицами золота, модифицированными различными функционализированными органическими лигандами. Изучены возможности повышения селективности разделения модельных соединений (в том числе энантиоселективности) путем изменения свойств стабилизирующего агента и природы носителя

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Предложены новые способы контроля качества многокомпонентных лекарственных препаратов с помощью градиентной жидкостной хроматографии. Разработаны подходы по одновременному определению лекарственных веществ, нормируемых примесей и консервантов в смесях на основе розувастатина кальция, тиоктовой кислоты, винпоцетина, рибоксина и трамадола с пределом обнаружения компонентов до 20 нг/мл при прямой инъекции пробы. Показана возможность за один хроматографический цикл разделять и количественно определять наряду с действующим веществом количественное содержание нормируемых примесей. Применение унифицируемого подхода позволять использовать алгоритм разделения компонентов фармацевтических субстанций, включая действующие вещества и примеси. Разработанные подходы позволяют повысить эффективность обеспечения безопасности лекарственных средств путем использования одностадийного, высокопроизводительного, чувствительного и экспрессного контроля их качества с учетом современных принципиальных требований к аналитическим методам и их валидации в фармацевтическом анализе

Автор(ы): Гармонов С.Ю., serggar@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Предложена схема пробоподготовки сложных матриц (на примере телятины) при определении содержания свободных аминокислот с использованием жидкостной экстракции (этанол) и получением фенилтиокарбамоильных производных и в условиях кислотного гидролиза и дериватизации для суммарного содержания аналитов (пределы обнаружения – 0.12-1.0 мкг/мл). Выявлены возможности ВЭЖХ-определения триптофана в мясе после кислотного гидролиза анализируемой пробы путем введения в нее тиогликолевой кислоты (предел обнаружения – 0.079 ± 0.004 мкг/мл). Реализован способ определения общего содержания серусодержащих аминокислот в сложных матрицах на примере мяса, включающий предварительное окисление пробы надмуравьиной кислотой, проведение кислотного гидролиза 6 М раствором HCl и последующей дериватизации (пределы обнаружения: цистеин – (18 ± 2) мкг/мл; метионин – (16 ± 2) мкг/мл).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Пищевые продукты и корма

Продолжено изучение свойств микроэмульсий в качестве подвижных фаз в высокоэффективной жидкостной хроматографии. Синтезированы и исследованы микроэмульсии, не содержащие додецилсульфата натрия, а только неионогенные ПАВ. На примере смеси гомологов бензола в режиме МЭЖХ при использовании различных

ПАВ показано, что зависимость удерживания от числа метиленовых групп имеет выпуклый характер, что принципиально отличается от зависимости для обычного варианта обращенно-фазовой ВЭЖХ (последняя возрастает по экспоненциальному закону). При анализе тестовой смеси алкилбензолов показано различие в характерах зависимостей энтальпии сорбции в вариантах МЭЖХ и ОФ ВЭЖХ. На основании этих данных предложен механизм сорбции определяемых веществ в МЭЖХ. Предполагается, что сначала аналит взаимодействует с каплей микроэмульсии, а затем уже с неподвижной фазой, и основной вклад в удерживание вносит взаимодействие «капля-сорбент». На примере смеси витаминных форм витамина А показана возможность метода МЭЖХ одновременно определять сильно различающиеся по гидрофобности вещества, что было невозможно в изократическом режиме ОФ ВЭЖХ.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Разработана методика определения антипирина в плазме крови методом ВЭЖХ с пределом обнаружения 0,5мкг/мл и погрешностью методики $\pm 8\%$. Полученные данные могут быть использованы для оценки метаболизирующей функции печени больных с ИБС.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН совместно с НИИПК им. Е.Н.

Новосибирск

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработана методика определения содержания антоцианов в ягодном сырье методом ВЭЖХ на примере плодов жимолости синей (*Lonicera caerulea*) с пределом обнаружения 0,7мг/100г и погрешностью $\pm 13\%$.

Автор(ы):

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН

Новосибирск

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Получены характеристические стероидные профили образцов сыворотки крови и мочи здоровых пациентов и больных с первичным гиперальдостеронизмом (ПГА) и синдромом Иценко-Кушинга (СИК) с последующей обработкой результатов методами главных компонент (МГК) и формального независимого моделирования аналогий классов (SIMCA). Надежность классификации на изученной выборке ВЭЖХ про-фи-лей составила 96 % (1 образец из 24 ошибочно классифицирован как образец без патологий).

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@I26246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Продолжена разработка новых вариантов определения гидразинов методом жидкостной хроматографии. Предложены новые реагенты для дериватизации - глиоксаль и глиоксиловая кислота. На примере метил-, 1,1-диметил- и гидроксипропил- гидразинов показано, что в ходе реакции в условиях избытка реагента образуются с количественным выходом стабильные производные моногидразоновой структуры. Найдены условия предварительного сорбционного концентрирования гидразона НДМГ на картридже для ТФЭ Strata SDB-L с сорбентом на основе сополимера стирола и дивинилбензола соответственно со степенью концентрирования производного из пробы воды 50.

Разработаны методики определения НДМГ на уровне и ниже ПДК в водоемах рыбохозяйственного назначения и хозяйственно-бытового использования без концентрирования и с концентрированием соответственно.

Автор(ы): Шпигун О.А., shpigun@analyt.chem/msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Выявлено влияние природы подвижной фазы (растворитель, pH, содержание воды) на селективность разделения 5,7-динитробензофуразановых производных аминсоединений обращено-фазовой ВЭЖХ.

Автор(ы): М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Я.Р. Валитова

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Исследуется улучшение хроматографических свойств анионообменников для ионной хроматографии на основе сополимера стирола и дивинилбензола за счет дополнительной гидрофизации сорбента на стадии введения функциональных групп. Для сорбентов, полученных по схеме: ацилирование ПС-ДВБ уксусным ангидридом – восстановительное аминирование вторичными аминами – алкилирование оксиранами, исследованы новые области применения. Сорбенты позволяют работать не только с карбонатными в изократическом режиме, но и с щелочными элюентами в градиентном, что позволило определять одновременно до семи неорганических анионов – фторид, хлорид, нитрит, бромид, нитрат, фосфат и сульфат – менее чем за 10 мин с хорошей селективностью и эффективностью.

Разработан новый подход к получению сорбентов с гидрофильными функциональными группами, пространственно удаленными от стирол-дивинилбензольной матрицы гидрофильными спейсерами, содержащими третичные атомы азота и гидроксильные заместители .

Изучены хроматографические свойства синтезированных анионообменников. Анионообменники, содержащие 2 или 3 атома азота в структуре, характеризуются наилучшей селективностью и разделяющей способностью и позволяют проводить разделение восьми неорганических анионов - фторида, формиата, хлорида, нитрита, бромида, нитрата, фосфата и сульфата; эффективность при этом в изократическом режиме элюирования достигает 60000 тт/м

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msru.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Разработана компьютерная программа-тренажер "Жидкостный хроматограф", эмулирующая работу хроматографа "Милихром А-02". Программа предназначена для обучения студентов методу ВЭЖХ в рамках практикума "Физико-химические методы анализа". Программе присвоен гриф "Допущено Учебно-методическим объединением по классическому университетскому образованию в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки ВПО 020100-химия и специальности ВПО 020201-фундаментальная и прикладная химия"

Автор(ы): Барам Г.И. gbaram@mail.ru

ЗАО Институт хроматографии "ЭкоНова"

новосибирск

Объекты

Развиты фундаментальные подходы в области теоретического описания динамических процессов физической адсорбции, конкурентной сорбции и многокомпонентного ионного обмена, на базе которых предсказаны новые эффекты и разработаны компьютерные программы для адекватного моделирования методов высокоэффективной хроматографии. Разработаны математические модели процессов физической адсорбции в области Генри, конкурентной молекулярной сорбции и многокомпонентного ионного обмена, позволяющие описывать работу современных хроматографических методов анализа с использованием фундаментальных физико-химических параметров. Цели моделирования — предсказание поведения веществ в сложных условиях хроматографического эксперимента, оптимизация разделения и идентификация компонентов сложных смесей.

В этой связи

- развит теоретический подход к описанию межмолекулярных взаимодействий, который позволяет проводить априорный расчет параметров адсорбционного равновесия сложных молекул углеводов; предсказан тонкий эффект фазового перехода второго рода при адсорбции молекул с внутренним вращением; обнаружены эффекты ограничения свободы циклических молекул и конформационной перестройки макромолекулы неподвижной фазы при контакте с молекулой адсорбата в газо-жидкостной хроматографии; созданы и находятся в стадии отладки программы (MOLCHROM, INKOVERTI и др.) расчета параметров молекул и их удерживания в газовой хроматографии (газо-адсорбционный и газо-жидкостный варианты) для произвольно заданного температурного режима;- создана модель ВЭЖХ, позволяющая рассчитывать поведение идеальных систем без использования эмпирических данных, а для реальных систем требующая не более двух параметров для неподвижной фазы, обладающих свойством переносимости;
- усовершенствован метод динамической карты хроматографической системы с целью расчета и оптимизации градиентных режимов ионной хроматографии; разработана математическая модель, реализованная в программном продукте IONCHROM.

Исходные данные для программ представляют собой естественные величины, характеризующие подвижные и неподвижные фазы, молекулы, ионы и параметры узлов и режимов хроматографа. Показана удовлетворительная точность моделирования методов высокоэффективной хроматографии

Автор(ы): Хамизов Р.Х., khamiz@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

+Экстракция

Разработана методика определения 0,3-20 мкг/л 11 гербицидов производных мочевины в воде методом ВЭЖХ с детектированием диодной матрицей при 240 нм. Для извлечения гербицидов из воды применена жидкостно-жидкостная микроэкстракция дихлорметаном с диспергированием его ультразвуком. Степени извлечения пестицидов составили 53 – 98 %, коэффициенты концентрирования 78 - 160. Продолжительность анализа составила около 1 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,06

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Хромато-масс-

Разработан способ одновременной идентификации и определения 4 маркеров отравляющих веществ зарина, зомана, VX, RVX и двух продуктов разложения иприта под действием фермента β-лиазы в человеческой моче методом ультра ВЭЖХ-МС-МС (выбраны условия пробоподготовки, программа хроматографического разделения, позволяющая проводить анализ за 8 мин, исследованы масс-спектры фрагментации маркеров). Пределы обнаружения составили 0.1-1 нг в 1 мл мочи.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Специальные объекты анализа (токсичные, радиоактивные, взрывчатые и легковоспламеняющиеся вещества, космические объекты и т.п.)

+Спектрофотометрия

Установлены условия хроматографического разделения месалазина, сульфаметоксазола и сульфадиметоксина в условиях обращено-фазной ВЭЖХ, найдены и обоснованы рабочие условия высокочувствительного и избирательного определения этих лекарственных веществ в моче и слюне, оптимизированы способы их пробоподготовки при высокопроизводительных определениях тест-препаратов процессов ацетилирования. Показана возможность определения месалазина, сульфаметоксазола и сульфадиметоксина в моче и слюне спектрофотометрическим методом на основе реакции с 7-хлор-4,6-динитробензофураксаном и разработаны способы косвенного определения активности N-ацетилтрансферазы на основе оценки фармакокинетических параметров анализов при их экскреции с мочой, сульфадиметоксина в слюне с применением ВЭЖХ и спектрофотометрии и обосновано их использование для персонализации фармакотерапии. Комплексом методов биофармацевтического анализа изучена фармакокинетика тест-препаратов ацетилирования и окисления при хроническом вирусном гепатите В.

Автор(ы): Гармонов С.Ю., serggar@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты;#18;#Биологические и медицинские объекты

+Тонкослойная

Проведены хроматографические (ТСХ и ВЭЖХ) исследования образцов чернил различных цветов (шариковых ручек с чернилами на спиртовой и масляной основах) и производителей для выявления их классификационных признаков. В составе чернил синих и черных цветов основными окрашенными соединениями являются красители ксантенового (родамин В, родамин 6G и др.) и триарилметанового (Метилвиолет, Кристаллвиолет, Виктория голубой и др.) рядов. Разработана схема пробоподготовки для идентификации компонентов чернил методом ВЭЖХ, обеспечивающая эффективное извлечение целевых соединений и воспроизводимость результатов. Изучено влияние различных условий (температура, объем и тип экстрагента, ультразвуковая обработка, продолжительность) на степень извлечения целевых соединений. Обоснованы граничные требования к размеру испытуемой пробы из штриха. Разработана методика идентификации красителей и растворителей в составах чернил шариковых ручек методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием. Подобраны оптимальные условия хроматографирования (сорбент, состав элюента, режим элюирования, влияние на разделение органических добавок, рН, температура). На основе данных о компонентном составе чернил методом главных компонент проведена дифференциация 17 произвольно выбранных образцов и показана возможность использования спектральной идентификации для групповой классификации и дифференциации.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru . Киселева Н.В.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Другие объекты анализа

+Тонкослойная + Спектрофотометрия

Предложен способ разделения кверцетина и (+)-катехина на мезопористом материале МСМ-41, модифицированном триметилхлорсиланом композите, и материале с молекулярными отпечатками флавоноидов. Экспериментально установлено, что хроматографирование смеси флаван-3-олов и флавонолов с использованием мезопористых композитов на основе МСМ-41 и наноструктурированных аналогов МСМ-41 с молекулярными отпечатками полифенольных веществ позволяет концентрировать вещества и выделять фракции индивидуальных компонентов для их дальнейшего определения методами ВЭЖХ, ТСХ, УФ-спектрофотометрии

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Другие хроматографические методы

Хромато-масс-спектрометрия

+Хромато-масс-спектрометрия

Разработана методика хромато-масс-спектрометрического определения примесей в изотопно-обогащенном германе ^{74}Ge ($^{74}\text{Ge} - 99.91, ^{70}\text{Ge} - 0.01, ^{72}\text{Ge} 0.01, ^{73}\text{Ge} 0.06, ^{76}\text{Ge} - 0.01\%$) высокой чистоты. Анализ проводили с использованием хромато-масс-спектрометра Agilent 6890/5973N. Примеси идентифицировали сравнением их масс-спектров с данными базы NIST. Примеси, масс-спектры которых отсутствуют в базе NIST, идентифицировали по осколочным ионам, образованным в результате диссоциативной электроударной ионизации. Установлено присутствие примесей постоянных газов, диоксида углерода, ди- и тригерманов, хлоргермана, пропена, углеводородов и хлорорганических веществ с температурами кипения выше 60°C . Впервые обнаружен бензол, обогащенный изотопом ^{13}C , и сероуглерод, обогащенный изотопом ^{34}S . Значения пределов обнаружения примесей составляют $1 \cdot 10^{-5} - 5 \cdot 10^{-8}$ мол. %.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Институт химии высокочистых веществ совместно с Нижегородским государственным университетом

Нижний Новгород

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

В целях расширения методической базы экологического мониторинга водных объектов разработана методика определения летучих органических соединений в донных отложениях методом хромато-масс-спектрометрии в сочетании со статическим парофазным анализом. Методика позволяет определять более 50 компонентов из одной пробы со следующими метрологическими характеристиками: повторяемость 0,13-0,19; воспроизводимость 0,21-0,28; правильность 14-18%, точность 44-60%.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Предложены методики скрининга и определения некоторых наркотических средств природного и синтетического происхождения методами ВЭЖХ-МС и ГХ-МС, позволяющая проводить одновременное обнаружение более 20 соединений в ходе одного анализа. Методики обеспечивают высокую точность и

надежность идентификации определяемых веществ и могут быть использованы для определения некоторых наркотических средств растительного и синтетического происхождения.

Автор(ы): Темердашев А.З. TemerdashevAZ@gmail.com Киселева Н.В

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Предложена схема анализа водных экстрактов ряда растительных материалов, включающая идентификацию фенольных соединений и флавоноидов методами газовой и жидкостной хромато-масс-спектрометрии и их определение методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ЖХ-МС). На основе предложенной схемы методом газовой хромато-масс-спектрометрии в тысячелистнике идентифицированы фенольные соединения, относящиеся к классам фенолкарбоновых, коричных и кофеилхинных кислот. Методом ЖХ-МС идентифицированы 6 соединений группы кофеилхинных кислот. С помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием на диодной матрице определено содержание 8 фенольных соединений: протокатеховой, транс-кофейной, 3-О-кофеилхинной, 5-О-кофеилхинной, 4-О-кофеилхинной, 3,4-О-дикофеилхинной, 3,5-О-дикофеилхинной и 4,5-О-дикофеилхинной кислот.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Верниковская Н.А.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Разработан способ хромато-масс-спектрального определения примесей в близкипящей основе без предварительного отделения их при пробоподготовке с использованием режима масс-селективного детектирования характеристических ионов. В качестве дополнительной информации использовали соотношение между тремя характеристическими ионами, которое является постоянным. Диапазон определяемых содержаний в режиме селективного мониторинга выбранных ионов составил 0.005 – 10000 мкг/мл.

Автор(ы): Филиппов М.Н. il@igic.ras.ru

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

Москва

Объекты

Установлено образование бис-фенольных продуктов в ходе алкилирования фенолов алифатическими спиртами в присутствии хлорида алюминия. Для их хромато-масс-спектрометрической идентификации был применен новый алгоритм оценки газохроматографических индексов удерживания с использованием безинкрементных аддитивных схем

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

+Газовая хроматография

Разработана методика криогенного концентрирования примесей в водороде методом фронтальной хроматографии. Исследованы органические адсорбенты Tenax TA, Porapak Q, сверхсшитый полистирол и неорганический адсорбент Carborak B-НТ. Общий объем пропускаемого водорода составлял 15 л. Количественная десорбция арсина и фосфина наблюдалась только для адсорбента Porapak Q. Эффективность концентрирования примесей органических веществ (метан и этан) практически одна и та же для всех исследованных сорбентов. Определение примесей проводили газохроматографически с использованием пламенно-фотометрического (арсин и фосфин) и пламенно-ионизационного (метан, этан) детекторов. Хромато-масс-спектрометрическое определение проводили в режиме селективного ионного мониторинга. Достигнутые пределы обнаружения составили: фосфина – $1 \cdot 10^{-10}$; арсина – $3 \cdot 10^{-10}$; метана – $1 \cdot 10^{-10}$; этана – $8 \cdot 10^{-11}$ мол. %.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Институт химии высокочистых веществ совместно с Нижегородским государственным университетом
Нижний Новгород

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Методом ГХ/МС идентифицированы и количественно определены в объектах окружающей среды Байкальской природной территории (поверхностные воды, донные отложения, мягкие ткани моллюсков, печень и внутренности рыб) следующие СОЗ: ПХБ, изомеры ГХЦГ, ДДЕ и его метаболиты, ГХБ, ПАУ. Выявлены некоторые закономерности поступления, распределения и аккумуляции СОЗ в экосистеме "река Селенга-дельта-озеро Байкал", идентифицированы возможные источники и пути поступления СОЗ в озеро Байкал. Для использованных биоиндикаторов рассчитаны коэффициенты биоаккумуляции, сорбции и биоаккумуляции.

Автор(ы): Фадеева В.П. fadeeva@nioch.nsc.ru

Новосибирский институт органической химии СО РАН, Байкальский институт природопользования СО РАН
Новосибирск, Улан-Удэ

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды; Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.)

+Спектрофотометрия

Разработана методика разделения и идентификации триарилметановых, нафтилдифенилметановых, ксантеновых, тиазиновых красителей методом жидкостной хромато-масс-спектрометрии. На примере исследования 32 образцов синих и 11- черных чернил шариковых ручек показана эффективность получения информации об их составе методом ВЭЖХ-ДМД-МС, а комбинация масс-спектрометрии и спектрофотометрического детектирования обеспечивает надежную идентификацию компонентов и высокую чувствительность определения красителей. Предложена методика флуориметрического определения растворителей, наиболее распространенными из которых являются 2-феноксизтанол (в 95% образцов) и бензиловый спирт (в 83% образцов), в чернилах и экстрактах из шариковых ручек. Подобраны оптимальные параметры их детектирования (длина волны возбуждения (255 нм) и эмиссии для 2-феноксизтанола - 297 нм и бензинового спирта - 284 нм), обеспечивающие максимальную чувствительность их определения. Предложена аналитическая схема идентификации и определения основных окрашенных (красители триарилметанового и ксантенового ряда) и минорных компонентов, а также растворителей, входящих в составы чернил для шариковых ручек. Схема апробирована при анализе экстрактов черных и синих чернил различных производителей.

Автор(ы): Темердашев З.А. temza@kubsu.ru Киселева Н.В.

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры; Другие объекты анализа

Электрохимические методы

Общие вопросы электрохимических методов анализа

Общие вопросы электрохимических методов анализа+Наноаналитика

Предложена математическая модель, описывающая электроокисление полидисперсной системы наночастиц металлов с поверхности индифферентного макроэлектрода. Показано, что степень дисперсности ансамбля наночастиц влияет на форму вольтамперограмм их окисления. При увеличении степени дисперсности и уменьшении среднего размера наночастиц область потенциалов окисления увеличивается, при этом величина максимума анодного тока (I_{max}) и его положение относительно оси потенциалов (E_{max}) определяется преобладающей по массе фракцией частиц. В качестве примера изучены особенности электроокисления наночастиц золота разной степени дисперсности, локализованных на поверхности screen-printed электродов. Получено хорошее совпадение параметров экспериментальных и рассчитанных вольтамперограмм, что подтверждает корректность предложенной модели и демонстрирует возможность использования электрохимической информации для суждения о степени дисперсности ансамбля наночастиц (по величинам I_{max}/Q и $\Delta E_{1/2}$) и среднем радиусе частиц (по величине разности E_{max} наночастиц и объемного металла).

Автор(ы): Брайнина Х.З. baz@usue.ru Стожко Н.Ю. sny@usue.ru

Уральский государственный экономический университет

Екатеринбург

Объекты

Кондуктометрия

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработаны методики экспрессного ионометрического определения амоксициллина в жидкости ротовой полости (диапазон определяемых содержаний: $1 \cdot 10^{-4}$ – $1 \cdot 10^{-2}$ М), и исследована фармакокинетика препарата «Флемоксин-солютаб» (действующее вещество - амоксициллин) у больных с инфекцией верхних дыхательных путей, получающих перорально 500 мг препарата. Показано, что $St_{max}=(21,5 \pm 1,5)$ мкг/мл, стационарный объем распределения – $(13,1 \pm 0,3)$ л, общий клиренс – (133 ± 5) мл/мин, период полувыведения – $(1,1 \pm 0,1)$ час. Массивы сенсоров и метод ИНС применены для оценки качества лекарственных препаратов «оксамп-натрий», представляющих смесь оксациллина и ампициллина различных сроков хранения. Средняя погрешность определения составила 5-7%.

Автор(ы): Кулапина Е.Г., kulapinaeg@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Биологические и медицинские объекты;#47;#Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

На примере ионоселективных электродов (ИСЭ) для определения ионов кадмия и свинца исследовано влияние ионов натрия и железа на их потенциалы в условиях оптимизированной гальваностатической поляризации. Впервые показано, что селективность поляризованных ИСЭ превосходит таковую в классических условиях нулевого электрического тока, что расширяет возможности измерений с ИСЭ в сильно разбавленных растворах.

Автор(ы): Михельсон К.Н.
СПбГУ (Санкт-Петербургский государственный университет)
Санкт-Петербург
Объекты
Природные, технологические и питьевые воды

Оптимизирована методика разложения по Кьельдалю различных образцов, содержащих небольшие количества серебра (0,05-0,5%), с целью его дальнейшего определения методом осадительного потенциометрического титрования непосредственно в минерализате. Показаны преимущества использования в кислой среде (pH2) тетрафенилбората натрия как титранта Ag⁺, дающего четко выраженный скачок потенциала, по сравнению с наиболее распространенными титрантами – растворами NaCl и NH₄CNS.

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru
Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН
Москва
Объекты
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

В продолжение работ, посвящённых развитию потенциометрического метода определения антиоксидантной активности разработана методика измерения оксидантной/антиоксидантной активности (ОА/АОА) семенной жидкости. Получены корреляции антиоксидантного состояния эякулята с патологическими состояниями пациента. Показано, что снижение антиоксидантной активности, т.е. дисбаланс между антиоксидантной и прооксидантной системами, играет важную роль в возникновении мужского бесплодия. Оценка АОА семенной жидкости может иметь важное прогностическое и диагностическое значение при изучении патогенеза мужской инфертильности, а также ее терапии. Проведены потенциометрические определения АОАв профилактических напитках производства компании «Таитиан Нони Интернэшнл Ю-Кей Лимитед» («Tahitian Noni Extra Bioactive», «TahitianNoniExtraBioactive», «TahitianNoniMaxBioactive») и исследовано влияние употребления этих напитков на АОА плазмы крови и эритроцитарной массы респондентов, ОА/АОА кожи разработанным ранее неинвазивным потенциометрическим методом. Показано, что употребление напитков, содержащих антиоксиданты, вызывает увеличение их содержания в исследованных биологических объектах и этот эффект тем заметнее, чем выше антиоксидантная активность напитка. При этом действие профилактических напитков на АОА фракций крови проявляется более заметно, чем на кожу. Обнаружено не описанное ранее в литературе явление возникновения окислительного стресса как результата голода и болевых эффектов. Продолжается набор данных для установления референтных норм и критериев наличия патологических состояний кожи.

Автор(ы): Брайнина Х.З. baz@usue.ru Стожко Н.Ю. sny@usue.ru
Уральский государственный экономический университет
Екатеринбург
Объекты
Биологические и медицинские объекты;
Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Исследованы транспортные свойства ионообменных мембран потенциометрических сенсоров на основе додецилсульфатов алкилпиридиния, селективных к ионным ПАВ, в условиях диффузионного массопереноса и постоянного тока. Установлено, что коэффициенты проницаемости, диффузии и степень обогащения и электрическое сопротивление мембран уменьшаются с увеличением концентрации диффундирующих веществ, а коэффициенты распределения, поток катионов, сорбционная ёмкость и селективность мембран увеличиваются с ростом концентрации диффундирующих веществ. При постоянном токе наблюдаются аналогичные тенденции, но значения коэффициентов диффузии, проницаемости, потока и степени обогащения проявляют большие значения, а сорбционной ёмкости и селективности мембран – меньшие, чем при диффузионном массопереносе.

Автор(ы): Кулапина Е.Г., kulapinaeg@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

На примере ионоселективных электродов (ИСЭ) для определения ионов кадмия и свинца исследовано влияние ионов натрия и железа на их потенциалы в условиях оптимизированной гальваностатической поляризации. Показано, что селективность поляризованных ИСЭ превосходит таковую в классических условиях нулевого электрического тока, что расширяет возможности измерений с ИСЭ в сильно разбавленных растворах.

Автор(ы): Михельсон К.Н. konst@km3241.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Химические сенсоры

Исследованы электродноактивные свойства перфторированных сульфокатионообменных мембран, термически обработанных этиленгликолем и растворами аминокислот, витаминов, лекарственных веществ, а также модифицированных наночастицами оксида циркония (IV), для разрабатываемых ПД-сенсоров. Разработаны потенциометрические мультисенсорные системы, включающие ионоселективные электроды и оригинальные ПД-сенсоры на основе наномодифицированных мембран для экспресс-анализа многокомпонентных водных растворов, содержащих аминокислоты, витамины и лекарственные вещества, в различных диапазонах pH. Мультисенсорные системы включают ПД-сенсоры, ионоселективные электроды, электрод сравнения, многоканальный высокоомный потенциометр, компьютерную программу для обработки многомерного отклика массива сенсоров.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+ Хемометрика, математизация химического анализа

Предложен алгоритм и формула для исследования систематических погрешностей, обусловленных линейной аппроксимацией нелинейной электродной функции типа Никольского. Показано, что наиболее эффективный способ избежать введения поправок в результаты анализа – это использование в качестве измерительной функции уравнения Никольского. Предложены варианты функции анализа и их решений для обработки результатов при нелинейной градуировочной характеристике.

Автор(ы): Голованов В.И. vlagolo@yandex.ru

Южно-Уральский государственный университет

Челябинск

Объекты

Исследовано влияние примеси карбоната на результаты титрования сильных и слабых кислот щелочью на потенциометрическом титраторе Metrohm 905. Предложена математическая модель для количественного описания карбонатной погрешности в зависимости от содержания Na_2CO_3 и концентрации кислоты. Относительная карбонатная погрешность имеет величину, равную мольной доле $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$ в титранте и не зависит от природы кислоты и ее концентрации. Предложен способ определения карбонатной погрешности с одновременным установлением титра щелочи по сильной кислоте. Предложены приемы нивелирования карбонатной погрешности анализа при релятивизации измерений на титраторе Metrohm 905.

Автор(ы):

Южно-Уральский государственный университет

Челябинск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Вольтамперометрия и полярография

Вольтамперометрия и полярография

Разработаны методики вольтамперометрического определения в пищевых продуктах

- железа и меди», которая позволяет одновременно проводить измерения элементов в присутствии растворенного кислорода, в диапазоне содержаний для железа от 0,1 до 1000 мг/кг и для меди 0,5 до 300 мг/кг (Sr не более 13%), безопасна с точки зрения «зеленой химии» и не требует больших затрат;
- йода и его органических и неорганических форм;– селена и его органических и неорганических форм.

Автор(ы): Слепченко Г.Б., Дерябина В.И. microlab@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Объекты

Пищевые продукты и корма

Изучена каталитическая активность неорганической пленки гексацианоферрата (III) никеля (II) (ГЦФ Ni), электроосажденной на немодифицированном и модифицированном углеродными нанотрубками (УНТ) электродах из СУ, при окислении маннита и сорбита. Пленка ГЦФ Ni, нанесенная на поверхность СУ, проявляет каталитическую активность при окислении маннита и сорбита. Катализ проявляется в уменьшении перенапряжения окисления субстратов и увеличении тока окисления модификатора. Зависимость тока пика от скорости изменения потенциала указывает на кинетический характер окисления органических соединений. Электродный процесс включает образование в щелочной среде каталитически активных оксо- и гидроксо-форм Ni (III), которые окисляют маннит и сорбит. При переходе на композитный электрод на основе УНТ и ГЦФ Ni наблюдается увеличение каталитического эффекта, а также увеличение стабильности и воспроизводимости каталитического отклика модифицированного электрода. Разработан способ вольтамперометрического определения маннита и сорбита по электрокаталитическому отклику ХМЭ на основе УНТ с иммобилизованной пленкой ГЦФ Ni. Линейная зависимость величины электрокаталитического отклика композитного электрода от концентрации полиспиртов наблюдается в интервале от $5 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-7}$ М. Относительное стандартное отклонение не превышает 5 % во всем определяемом диапазоне концентраций.

Автор(ы): Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Изучено электроокисление алифатических спиртов, содержащих одну или две гидроксильные группы, на электроде из стеклоуглерода (СУ), модифицированного органическими полимерными пленками из тетрасульфоталоцианина никеля (II) (poly-NiTsPc), циклама никеля (poly-NiCyclam), а также с осадком Ni(OH)₂. Среди рассматриваемых модификаторов наибольшая электрокаталитическая активность по отношению к окислению этанола наблюдается на ХМЭ с пленкой из poly-NiCyclam и осадком Ni(OH)₂. Пропанол, бутанол и диэтиленгликоль, также как и этанол, окисляются на рассматриваемых ХМЭ по медиаторному механизму. С увеличением длины алкильного радикала в молекуле спирта увеличивается величина каталитического эффекта и каталитического тока. Каталитические эффекты, наблюдаемые при окислении пропанола-2 и бутанола на ХМЭ с полимерными пленками и осадком Ni(OH)₂, сопоставимы. При окислении диэтиленгликоля на ХМЭ наибольшее значение каталитического эффекта получено на электроде с пленкой poly-NiTsPc. Предложен механизм и рассчитаны кинетические параметры каталитического электроокисления спиртов. Найдены условия получения пленок из poly-NiTsPc и poly-NiCyclam, а также осадка Ni(OH)₂, при которых регистрируются максимальные

каталитические эффекты. Разработаны способы вольтамперометрического определения рассматриваемых одно- и многоатомных спиртов на модифицированных электродах. Нижняя граница определяемых содержаний составляет $5 \cdot 10^{-5}$ М для этанола, пропанола-2, бутанола на электроде poly-NiCyclam-CU и $1 \cdot 10^{-5}$ М для диэтиленгликоля на электроде poly-NiTsPc-CU.

Автор(ы): Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Установлен механизм образования молекулярных нанокластеров металлов, стабилизированных молекулами органических лигандов, химически взаимодействующих с центральным ядром. Показано, что образование таких структур происходит в концентрированных растворах минерально-органических растворителей с высокой сольватирующей способностью, они проявляют избирательную электрохимическую активность как индивидуальные частицы определенного состава, что создает возможность их применения в вольтамперометриид- иф-металлов.

Результаты работы опубликованы в 3 статьях в рецензируемых журналах и в 3 тезисах докладов на международных и всероссийских конференциях.

Автор(ы): Трубачев А.В., e-mail: ipm@udman.ru

Институт механики УрО РАН, г. Ижевск,).

Ижевск

Объекты

Разработана методика модифицирования серебряного электрода арилдиазония тозилатом с аминогруппой в качестве заместителя для измерения аналитических сигналов йода, селена, железа и никеля методом вольтамперометрии.

Исследованы условия вольтамперометрического определения никеля; железа и меди, иодид- и селенит-ионов при их совместном присутствии на органо-модифицированном электроде и возможные механизмы их электрохимических реакций.

Установлены условия вольтамперометрического определения водорастворимого витамина В6, фоновый электролит –буферный хлоридноаммиачный раствор, стеклоуглеродный электрод, Енак = 0,2 В. Изучена обратимость процессов электроокисления витамина В6 на стеклоуглеродном электроде, рассчитаны некоторые физико-химические параметры электродной реакции (pK , n , βn), имеющие аналитическое значение, и предложены вероятные схемы электродного процесса. Изучено влияние ионов неорганических элементов на аналитический сигнал определяемого компонента. Ионы Zn^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Se^{4+} , Fe^{3+} при стократном избытке не оказывают влияния на аналитический сигнал.

Автор(ы): Слепченко Г.Б.; Дерябина В.И. microlab@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Объекты

Разработаны методики определения As(V) и As(III) с использованием твердых углеродсодержащих композитных электродов, модифицированных золотом и железом в кислых средах и в присутствии ионов Mn(II) в щелочных средах

Автор(ы): Колпакова Н.А. nak@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Найдены закономерности вольтамперометрического поведения ряда антиоксидантов – замещенных гидроксibenзолов – в мицеллярных и водноорганических средах, позволившие предложить новые способы определения промышленных и природных антиоксидантов и оценки антиоксидантной емкости (АОЕ) напитков и пищевых продуктов. Так, изучено поведение гидрохинона, пирокатехина, пирогаллола и их водорастворимых производных на стеклоглеродном электроде в мицеллярных средах. В целом, добавление ПАВ приводит к смещению потенциалов анодных и катодных пиков и увеличению их токов. Наилучшие результаты получены в случае катионного ПАВ цетилпиридиний бромид (ЦПБ). При этом наблюдаются минимальная разность потенциалов анодного и катодного пиков и максимальные токи дигидроксibenзолов. Окисление пропилогаллата, а также производных пирокатехина и пирогаллола протекает необратимо как в водной, так и в мицеллярной средах. Природа заместителей в структуре соединений влияет на их вольтамперные характеристики. Токи окисления аналитов линейно связаны с их концентрацией в диапазоне 5-1570 мкМ, а пределы обнаружения составляют 2-15 мкМ. Величина относительного стандартного отклонения при определении аналитов в модельных системах не превышает 5 %. Различие в потенциалах окисления гидроксibenзолов по первой ступени дает возможность их определения при совместном присутствии. На фоне фосфатного буферного раствора на вольтамперограммах смесей гидроксibenзолов наблюдается наложение аналитических сигналов. Однако использование мицеллярной среды ЦПБ позволяет получить отдельные ступени окисления некоторых гидроксibenзолов в смесях. Показана возможность индивидуального определения производных пирокатехина в присутствии производных пирогаллола. Оценено влияние мицеллярных сред ПАВ различной природы на электрохимическое поведение менадиона и ионола. Наилучшие вольтамперные характеристики получены в среде додецилсульфата натрия (ДДС). Ток восстановления менадиона в среде 9 мМ ДДС линейно связан с его концентрацией в ячейке в диапазоне 7-560 и 600-2550 мкМ. Предел обнаружения менадиона (по $S/N=3$) равен 0.5 мкМ. Градуировочный график ионола в среде 10 мМ ДДС линейен в диапазоне 6.15÷615 мкМ с пределом обнаружения 3.5 мкМ в условиях дифференциально-импульсной вольтамперометрии. Разработаны способы определения менадиона и ионола в реальных образцах (лекарственных формах и растительных маслах), основанные на предварительной жидкостной экстракции с последующим вольтамперометрическим детектированием. Гидроксикоричные кислоты (кофеиновая, хлорогеновая, феруловая и п-кумаровая) электрохимически активны в доступной области потенциалов в условиях циклической вольтамперометрии на стеклоглеродном электроде, модифицированном многослойными углеродными нанотрубками, на фоне фосфатного буферного раствора pH 7,4. Для феруловой, п-кумаровой и кофеиновой кислот аналитический сигнал имеет растянутую форму, особенно в области средних и высоких концентраций аналитов. Поэтому использовали дифференциально-импульсный режим поляризации. На дифференциально-импульсных вольтамперограммах наблюдаются четко выраженные пики окисления гидроксикоричных кислот при 0.19, 0.20 и 0.52 В для хлорогеновой, кофеиновой и п-кумаровой кислот, соответственно. Для феруловой кислоты наблюдаются две ступени при 0.37 и 0.44 В, вырождающиеся в один пик при увеличении концентрации аналита. Для рассматриваемых кислот наблюдается линейная зависимость токов окисления от концентрации аналита в растворе. Окисление хлорогеновой, кофеиновой и феруловой кислот протекает с участием гидроксильных групп пирокатехинового фрагмента с образованием соответствующих хинонов. п-Кумаровая кислота окисляется с образованием феноксильного радикала с последующей димеризацией и полимеризацией. Поскольку одним из основных источников гидроксикоричных кислот является кофе, то разработанный подход можно использовать для оценки АОЕ. На дифференциально-импульсных вольтамперограммах кофе наблюдается четко выраженный пик окисления при потенциале 0,2 В, что соответствует потенциалам окисления хлорогеновой и кофеиновой кислот. Следует отметить, что на вольтамперограммах молотого кофе присутствует слабовыраженный пик при потенциале 0,43 В, обусловленный присутствием феруловой кислоты. Вклад хлорогеновой и кофеиновой кислот в высоту анодного пика кофе был оценен методом стандартных добавок индивидуальных кислот. Оценена АОЕ 16 образцов кофе, выраженная в эквивалентах хлорогеновой кислоты. АОЕ растворимого кофе статистически недостоверно ниже, чем АОЕ молотого кофе (148 ± 103 и 194 ± 53 мг/100 мл, $p > 0.05$). Необходимо отметить, что для растворимого кофе различных торговых марок величины АОЕ изменяются в очень широких пределах. Для молотого кофе результаты более близкие по значениям. В целом

полученные значения хорошо согласуются с литературными данными по общему содержанию гидроксикоричных кислот, за исключением торговой марки “Nescafe”, для которой наблюдаются завышенные результаты. Это, вероятно, объясняется добавлением кофеиновой кислоты в процессе производства

Автор(ы): Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработаны новые способы изготовления долгоживущих твердых углеродсодержащих композитных электродов из полиэтиленового концентрата технического углерода для серийно выпускаемых вольтамперометрических анализаторов. Метод изготовления: литье под давлением. Разработаны способы модификации композитных электродов металлами (Au, Fe и др) и способы оценки контроля качества серийно выпускаемых твердых углеродсодержащих композитных электродов, позволяющие повысить качество

Автор(ы): Колпакова Н.А. nak@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Объекты

Разработаны импедиметрические и вольтамперометрические аптасенсоры для определения тромбина на основе полислоистых покрытий электрополимеризованного тионина и гиперразветвленных полиололов Bolthorn с включением наночастиц золота, получаемых путем самосборки на стеклогуглеродных электродах. В качестве аналитического сигнала использовали изменение сопротивления переноса заряда и тока восстановления феррицианид-иона в присутствии тромбина, образующего комплексы с аптамером на поверхности преобразователя сигнала. Оценена эффективность электронного переноса в зависимости от состава модифицирующего покрытия и сделан вывод об отсутствии электронообменных процессов между наночастицами металлов, электрополимеризованным слоем и редокс-индикатором. Разработанные аптасенсоры позволяют определять до 0.1 нМ тромбина в присутствии 10 000-кратных избытков сывороточных белков.

Автор(ы): Евтюгин Г.А. Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработана методика определения перренат-иона в технологических и природных объектах (растворах подземного выщелачивания) методом вольтамперометрии на границе раздела фаз электролит/электролит с применением амперометрических ионоселективных электродов.

Предложена вольтамперометрическая методика определения перхлорат-ионов в почвенных вытяжках, полученных с помощью ядерных (трековых) фильтров. Изучено мешающее влияние нитрат-ионов и гуминовых веществ.

Продемонстрирована возможность вольтамперометрического определения катионов полигуанидиния, основы биоцидных препаратов Экосепт, Полисепт. Биопаг-Д, перспективных для применения в нефтегазовом комплексе и для обеззараживания сточных вод.

Для регистрации электрохимических сигналов использована современная микропроцессорная аппаратура отечественного производства и оригинальная ячейка.

Автор(ы): Зайцев Н.К., Ловчиновский И.Ю.

Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды; Твердые объекты (почвы, донные отложения и др.); Природный газ, нефть и нефтепродукты

С использованием нового класса тозилатных солей арилдиазония созданы органо-модифицированные электроды для определения селена, йода и никеля методом инверсионной вольтамперометрии.

Автор(ы): Колпакова Н.А. nak@tpu.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский политехнический университет

Томск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Химические сенсоры

Изучено электрохимическое поведение стеклоглеродного электрода, модифицированного гибридными органо-неорганическими пленками на основе макроциклических и гиперразветвленных матриц, включающих наночастицы золота и серебра, в реакциях медиаторного окисления дофамина, пероксида водорода и тиохалина. Показано, что введение наночастиц металлов приводит к электрокаталитическому увеличению тока окисления/восстановления и снижению рабочего потенциала на 250-350 мВ относительно аналогичного электрода, модифицированного полимерными материалами в отсутствие металлов. Определены области устойчивости наночастиц металлов в зависимости от условий их осаждения и влияние природы полимерного компонента на аналитические характеристики определения аналитов. Разработаны методики селективного определения указанных соединений в присутствии аскорбиновой и мочевой кислоты в интервале концентраций 0.1 мкМ – 0.1 мМ (пероксид водорода и тиохалин) и 5 нМ – 100 мкМ (дофамин). По результатам вольтамперометрических измерений рассчитаны гетерогенные константы скорости переноса электрона и коэффициент переноса модифицированных электродов. Разработанные модифицированные электроды могут найти применение как преобразователи сигнала электрохимических биосенсоров, а также для селективного определения указанных аналитов в биологических жидкостях

Автор(ы): Евтюгин Г.А., Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+ Хемометрика, математизация химического анализа

Разработаны системы на основе вольтамперометрического «электронного языка» для экспресс-идентификации плохо проводящих многокомпонентных растворов с использованием трубчатых и угольно-пастовых электродов, изучены электрохимические характеристики предложенных устройств, оптимизированы условия измерений при контроле качества и идентификации состава реальных объектов (моторные масла, спиртосодержащие жидкости и др.) в статических и динамических условиях.

Автор(ы): Майстренко В.Н., V_maystrenko@mail.ru

Башкирский государственный университет

Уфа

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Амперометрия

Кулонометрия

Кулонометрия

С помощью гальваностатической кулонометрии изучены антиоксидантные свойства ряда природных компонентов коньяка. Найденны стехиометрические коэффициенты реакций окисления фенольных антиоксидантов коньяка (эллаговой и галловой кислот, сиреневого альдегида, ванилина и кониферальдегида) электрогенерированными бромом и гексацианоферрат(III) ионами. Установлено, что электрогенерированный бром быстро и количественно реагирует со всеми исследуемыми соединениями. Электрогенерированные гексацианоферрат(III) ионы взаимодействуют только с галловой и эллаговой кислотами. Предложены соответствующие схемы реакций. Оценены интегральная АОЕ и железовосстанавливающая способность коньяков и бренди. Интегральная АОЕ по бромому практически во всех случаях выше, чем ЖВС, что объясняется реакционной способностью фенольных антиоксидантов напитков по отношению к титрантам. Такой подход позволяет косвенно оценить вклад альдегидов, которые не вступают в реакцию с электрогенерированными гексацианоферрат(III) ионами. Показано, что с увеличением возраста оба параметра коньяков и бренди повышаются. С увеличением возраста напитков содержание фенольных антиоксидантов растет, что связано со временем их экстракции из дубовых бочек. Установлено, что интегральная антиоксидантная емкость и железовосстанавливающая способность коньяков и бренди коррелирует с суммарным содержанием фенольных антиоксидантов ($r = 0.9572$ и 0.9380 , соответственно). Разработанные подходы могут найти применение при создании новых способов оценки качества коньяков и бренди и выявления контрафактной и фальсифицированной продукции.

Автор(ы): Евтюгин Г.А, Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработаны и запатентованы новый вариант переменноточковой кулонометрии и кулонометрический сенсор Кларка. Начата разработка кулонометрического сенсора на гипохлорит. Разработаны кулонометрические ячейки с насыпными электродами на основе поверхностнослойных углеродных сорбентов

Автор(ы): Яснев И.М., Ермаков С. С., Аверяскина Е. О., Мустя О. В.

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Электрогравиметрия

Другие электрохимические методы

Элементный анализ органических соединений

Элементный анализ органических соединений

Проведен элементный и энергодисперсионный анализ покрытий, полученных при модифицировании полиэфирного текстильного материала двумя способами: в среде сверхкритического диоксида углерода (СК CO₂) низкомолекулярным политетрафторэтиленом (ПТФЭ) и гидрофобизирующим препаратом фирмы «Нува» (Швейцария). Установлено, что материал, модифицированный ПТФЭ в среде СК CO₂, превосходит по гидрофобности ткань, обработанную препаратом «Нува».

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН, Институтом химии растворов РАН

Москва

Объекты

Разработаны методики элементного анализа ряда трудно анализируемых объектов (мочевины, содержащей 13С; твердых и жидких кремнийорганических олигомеров – олигодиэтилсилоксандиолов; перфторированных соединениях – новых двухпалубных сэндвичевых комплексах трехртутного антикрауна (о-С6F4Hg)3; производных перфторалкилтриметоксиборатов; кремнийорганических полимеров, содержащих CuS, и др.).

Автор(ы): Буяновская А.Г. analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

+Титриметрия+Спектрофотометрия

Успешно проведен элементный анализ новых комплексов рения (III) с фторированными β-дикетонами состава CNOFCIRe с использованием нескольких аналитических методов (автоматический анализ, титриметрия, спектрофотометрия)

Автор(ы): Буяновская А.Г. analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения

Ядерно-физические и радиоаналитические методы

Ядерно-физические и радиоаналитические методы

Проведены исследования фазового состава и структурных особенностей в мультиферроиках на основе феррата висмута методом мессбауэровской спектроскопии.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Разработан метод цифровой активационной автордиографии по короткоживущим радионуклидам, отличающийся повышенной селективностью и возможностью проведения картирования радионуклидов по поверхности аншлифа большого размера (десятки кв.см.) для задач скринингового детектирования микровключений элементов платиновой группы. Метод основан на использовании математической обработки серии автордиографических изображений, полученных в процессе выдержки (охлаждения) образца. Разработана специальная методика получения серии автордиограмм, отвечающая требованиям количественной денситометрии при обработке временной серии автордиограмм. Для визуализации полученных результатов разработан способ генерации серии метаизображений, характеризующих пространственную локализацию пикселей в заданном интервале значений периода полураспада (картирование радионуклидов). Разработан способ частотного анализа выборки периодов полураспада, что обеспечивает разрешение зон радионуклидов различающихся по периоду полураспада не менее, чем 0.5 часа. Разработан новый метод и алгоритм контрастирования метаизображений, обеспечивающий автоматизированный поиск микровключений. Разработан обширное программное обеспечение в виде интегрированного пакета. На Рисунке

показано сравнение результатов, полученных СЭМ и автордиографией для некоторых элементов при анализе аншлифа полиметаллической руды Норильского месторождения .

Автор(ы): Колотов В.П. kolotov@geokhi.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Благородные металлы

Создан новый алгоритм определения концентрации элементов Si, Ca, H, Cl и S в околюквацинном пространстве по спектрам гамма излучения радиационного захвата (ГИРЗ), в котором спектры гамма излучения нормируются на величину интенсивности линии 7,65 МэВ, излучаемой железом Fe обсадной колонны при радиационном захвате тепловых нейтронов. Предлагаемый алгоритм уменьшает погрешность определения относительных содержаний характерных элементов по ГИРЗ пласта и, как следствие, увеличивает точность определения коэффициента нефтенасыщенности. (с.н.с. Б.Г.Титов, д.т.н. В.М.Грузнов)

Автор(ы): Титов Б.Г., <TitovBG@ipgg.sbras.ru>, Грузнов В.М. <GruznovVM@ipgg.sbras.ru>

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН –

Новосибирск

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

Создан новый алгоритм определения концентрации элементов Si, Ca, H, Cl и S в околюквацинном пространстве по спектрам гамма излучения радиационного захвата (ГИРЗ), в котором спектры гамма излучения нормируются на величину интенсивности линии 7,65 МэВ, излучаемой железом Fe обсадной колонны при радиационном захвате тепловых нейтронов. Созданный алгоритм уменьшает погрешность определения относительных содержаний характерных элементов по ГИРЗ пласта и, как следствие, увеличивает точность определения коэффициента нефтенасыщенности.

Автор(ы): Титов Б.Г., <TitovBG@ipgg.sbras.ru>, Грузнов В.М. <GruznovVM@ipgg.sbras.ru>

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН

Новосибирск

Объекты

Разработана и смонтирована низкофоновая камера для германиевого гамма-спектрометра, в которой исследовались варианты пассивной защиты из различных материалов. В качестве германиевого гамма-спектрометра использовались детекторы из особо чистого германия с относительной эффективностью = 30% и 45%. Проведен анализ на содержание U и Th различных наборов материалов для внешней защиты (железо и свинец) и для внутренней защиты (медь, олово и вольфрам). Определены их оптимальные толщины. Достигнуто снижение общего уровня фона камеры в диапазоне энергий 0,1 – 3 МэВ с Ge-детектором с эффективностью 30% от 71 имп/с без защиты до 5.6 имп/с со свинцовой внешней защитой и 1.15 имп/с с дополнительной внутренней защитой олово+медь, что соответствует уровням 18.7 и 3.8 имп/с для Ge-детектора с = 100% эффективностью. Для варианта камеры с Ge-детектором с = 45% достигнуто снижение общего уровня фона до 1.49 имп/сек, что соответствует уровню 3.3 имп/с для = 100%. Проведена оценка возможности использования камеры с достигнутыми параметрами для определения содержания U и Th в некоторых материалах. Получено минимально определяемое для 50 г образцов при 24 часовом измерении количество 10-6% . а $^{238}\text{U} \sim 6 \cdot 10^{-6} \%$ масс. . а $^{232}\text{Th} \sim 3 \cdot 10^{-5} \%$ масс. Разработан, изготовлен и испытан макетный образец модуля сцинтилляционного детектора (размером 500x500x50 мм³) для использования его в «активной» защите от космического излучения низкофоновой камеры с германиевым гамма-спектрометром. При его размещении над торцевой режиме антисовпадений поверхностью камеры при работе в с германиевым детектором с $\epsilon = 30\%$ достигнуто снижение общего уровня фона камеры до 0.9 имп/с (соответствует уровню 3.0 имп/с при $\epsilon = 100\%$). Запущена и проверена в эксплуатации система сбора информации на базе аппаратуры цифрового анализа

формы импульсов (Digital Pulse Processing - DPP) фирмы CAEN при использовании низкофоновой камеры с «активной» защитой. С помощью этой аппаратуры проведены измерения фона низкофоновой камеры.

Автор(ы): Андреев Анатолий Васильевич, ava@sci.lebedev.ru

Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности),
Институт ядерных исследований РАН

Москва

Объекты

Разработана физическая модель процессов, происходящих в результате высокоградиентной магнитной фильтрации продуктов коррозии в контурах охлаждения энергетических установок. На основе этой модели проведены расчеты эффективности фильтрации в зависимости от магнитных свойств продуктов коррозии, типов магнитных систем для фильтрации и ряда других параметров.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Разработаны новые подходы для резонансного детектирования в Мессбауэровской спектроскопии с целью повышения разрешающей способности спектральных линий и увеличения чувствительности. Проведены модельные расчеты физических процессов, происходящих в резонансных конверторах, на основе которых предложены варианты конструктивных решений для изготовления макетных образцов детекторов газонаполненного типа, предназначенных для проведения дальнейших исследований их рабочих характеристик.

Автор(ы):

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Другие методы определения

Другие методы определения

Разработаны методики контроля чистоты рельсовых сталей по неметаллическим включениям методами количественной металлографии и фракционного газового анализа. Результаты данной работы использованы на ОАО «Нижнетагильский металлургический комбинат» при разработке нормативного документа предприятия «Методика количественного химического анализа. Сталь. Определение массовой доли кислорода в высокоглиноземистых оксидных включениях. Метод фракционного газового анализа». Разработанные критерии включены в новую редакцию ГОСТ «Рельсы железнодорожные. Общие технические условия».

Автор(ы): Григорович К.В., Арсенкин А., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,

Москва

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

Проведено определение методом цветометрии гидразина, дифениламина, N,N-диметиланилина и др. при содержании 0,05 – 30 мг/м³ в воздухе с использованием пассивных химических пробоотборников с иммобилизованным на силикагеле цветореагентом – 4-хлор-5,7-динитробензофуразаном.

Автор(ы): Евгеньев М.И., Евгеньева И.И., Белов П.Е., Николаева Н.Г. evgenev@kstu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Воздух

Выполнен комплекс работ по исследованию свойств тромбоцитов крови при длительном хранении в условиях консервации ксенонном. Разработан инновационный метод консервации тромбоконцентрата путем насыщения препарата газовой смесью, содержащей ксенон, при повышенном давлении. Изучена динамика изменения остаточного содержания ксенона внутри пакета с тромбоконцентратом на разных сроках операции расконсервирования. Разработанный метод позволяет не только увеличить сроки его хранения с 5 – 7 дней до 3-х недель, но и сохранить функциональность тромбоцитов на высоком уровне. Кроме того, изучение условий расконсервирования тромбоконцентрата позволило определить временной диапазон, необходимый для его выдержки при нормальных условиях с целью обеспечения безопасности препарата для пациента, поскольку ксенон используется при проведении анестезии и его остаточные концентрации в тромбоконцентрате, предназначенном для переливания, должны быть надежно установлены.

Автор(ы): Конопелько Л.А., konop@b10.vniim.ru

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» совместно с ООО "Алгоритм"

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

С целью разработки методики определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации был модернизирован прибор горячей экстракции ТС-600 (фирмы LECO) с одновременным ИК-детектированием CO и CO₂ для проведения калибровки по газовым дозам и точного определения температуры анализа. Разработаны оригинальное программное обеспечение для проведения калибровки прибора и методика калибровки прибора по стандартным образцам чистых оксидов.

Разработана методика определения форм присутствия кислорода в образцах летучих оксидов тугоплавких металлов и оксидов с высокой упругостью диссоциации (NiO, CuO, CoO, Fe₂O₃, SnO₂) методом высокотемпературной экстракции в несущем газе. Проведена оценка правильности и неопределенности полученных результатов.

Разработана методика определения содержания кислорода в германии и кремнии методом высокотемпературной экстракции в несущем газе на газоанализаторе фирмы Leco ТС-600 с нижним пределом определения содержания кислорода в германии менее 0,00003 % (масс.). Определено содержание кислорода в высокоглиноземистых

оксидных включениях. Метод фракционного газового анализа». Разработанные критерии включены в новую редакцию ГОСТ «Рельсы железнодорожные.

Общие технические условия»

Автор(ы): Григорович К.В., Красовский П.В., Гарбер А.К. grigorov@imet.ac.ru

Институт металлургии и материаловедения им. А.А Байкова РАН,

Москва

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

+Кулонометрия

Установлен химический состав биологически активной субстанции на основе перги с привлечением разработанных способов определения водо- и жирорастворимых витаминов, методов оценки аминокислотного, липидного и минерального состава. Проведена стандартизация препарата «Винибис С» на основе субстанции перги как лечебно-профилактического средства, позволяющих компенсировать недостаток биологически активных соединений в организме человека. Использован показатель антиоксидантной емкости крови человека, определяемый кулонометрическим методом, для изучения акустического воздействия на организм в области

250-5000 Гц. Максимальное воздействие на антиоксидантную систему наблюдается при частоте 500 Гц и росте звукового давления от 70 дБа до 90 дБа. Предложен способ защиты от шума путём применения витаминизированного препарата «Винибис С».

Автор(ы): Гармонов С.Ю., serggar@mail.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты; Биологические и медицинские объекты

Методы разделения и концентрирования

Сорбция

Сорбция

Для концентрирования платины(IV) и палладия(II) предложены полимерные сорбенты – сополимеры 1-винил-1,2,4-триазола с акрилонитрилом и метилен-бис-акриламидом (сшивающим агентом). Найдено оптимальное соотношение компонентов в сополимере, обеспечивающее лучшие сорбционные свойства. На основании зависимости сорбционного извлечения комплексов от кислотности растворов, данных элементного анализа, ИК-, КР-спектроскопии установлено доминирующее ионообменное взаимодействие хлоридных комплексов платины и координационное – палладия с атомом азота гетероцикла. Высокие коэффициенты распределения (1,5-2,0) $\cdot 10^5$ элементов свидетельствуют об эффективности предложенного сорбента. Сорбент применен для сорбционно-атомно-абсорбционного определения палладия из тиомочевинных растворов, содержащих черные и цветные металлы.

Автор(ы): Шаулина Л.П. dekanat@chem.isu.ru

Иркутский государственный университет

Иркутск

Объекты

Благородные металлы

Разработаны новые твердофазные целлюлозные сорбенты, импрегнированные гидроксидами, содержащие в своей структуре дополнительные координирующие центры в альдегидной и гидразинной компоненте, в виде тонкослойных фильтров и порошка. Показана возможность группового концентрирования Cd^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} и Pb^{2+} при pH = 9 с использованием полученных сорбентов. Значения динамической обменной емкости фильтров варьируются в пределах 0.4 - 2.6 мг/г, а достигаемые значения коэффициентов концентрирования металлов в процессе их извлечения лежат в диапазоне $5 \cdot 10^3$ – 10^4 мл/г. Линейность градуировочных графиков при рентгенофлуоресцентном определении металлов соблюдается в пределах концентраций 5 – 70 мкг/фильтр для сорбентов в виде фильтров ($m(\text{фильтра}) = (0,050 \pm 0,005) \text{ г}$, $d=25 \text{ мм}$, $\rho=100 \text{ г/см}^3$) и 5 – 100 мкг в виде порошка (0,1 г). Минимально обнаруживаемое содержание элементов на фильтре составило 1,9 - 3,4 мкг, в фазе микрокристаллического сорбента – 1,6 - 2,8 мкг.

Автор(ы): Коншина Дж.Н. jfox@list.ru

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Исследована сорбция сульфаниламидов, окситетрациклина, неомицина и ампициллина на пенополиуретане и сверхшитом полистироле (ССПС) в статических условиях. Даны объяснения особенностей сорбции соединений в зависимости от природы сорбента, кислотности раствора, природы и концентрации соединений. Показано, что сверхшитый полистирол можно использовать для группового концентрирования сульфаниламидов и окситетрациклина в динамическом режиме. Разработана методика динамического концентрирования сульфаметоксипиридазина, сульфаклорпиридазина, сульфаметоксазола и сульфаметазина и

окситетрациклина на микроколонке, заполненной ССПС, с последующим определением соединений в элюате методом ВЭЖХ.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Изучена сорбция паров легколетучих органических соединений, аммиака, легколетучих аминов, воды на тонких пленках пьезокварцевых резонаторов ОАВ-типа, сформированных из однослойных нановолокон, на гальванопленках серебра и палладия в статических и динамических условиях в широком диапазоне расхода газа-носителя, нативных и обработанных после нанесения «травлением» (парами сорбатов высокой концентрации, наводораживание), воздействия ультразвуком. Показано, что ОУНВ, без дополнительной обработки формируют покрытия низкой селективности, высокогидрофобные, с высокой сорбционной емкостью и устойчивостью. Установлены сорбционные характеристики покрытий, оценивающие эффективность, селективность сорбции и эксплуатационные параметры работы пьезосенсоров на их основе, рекомендации для практического применения.

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Синтезированы новые шитые сорбенты на основе N-винилпирролидона или N-винилкапролактама (функциональные мономеры, ФМ) и сшивающего агента (этиленгликольдиметакрилат, СА) при различных соотношениях ФМ и СА. Обоснован выбор полученных сорбентов для статической и динамической сорбции фенола, крезолов, нитрофенолов, нафтолов, карбарила, 2-хлор- и 2,4-дихлорфенолов, фенксиуксусной кислоты из водных сред (питьевые и прудовые воды). Установлены термодинамические параметры сорбции, интерпретирован механизм извлечения.

Автор(ы): Суханов П.Т. pavel.suhanov@mail.ru . Чурилина Е.В. cdv2311@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), Воронежский государственный университет (ВГУ)

Воронеж

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Изучена сорбция гидроксиароматических соединений (фенола, п-нитрофенола) эластичным, жестким пенополиуретанами и отходами целлюлозы. Показана возможность повышения степени концентрирования и степени извлечения фенолов вследствие модификации ППУ и целлюлозы растворами ПЭГ-20000 и Tween-40 в хлороформе.

Автор(ы): Харитонова Л.А. analitikavgta@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Апробированы модели переноса аналита через границу раздела макропористый ионообменник – водный раствор, сделан выбор в пользу модели динамики сорбции, учитывающей влияние диффузионных сопротивлений в каналах слоя и зернах ионообменника. Предложено кинетическое уравнение усовершенствованной модели Томаса, адекватно описывающее зависимость степени извлечения компонента от продолжительности контакта раствора со слоем ионообменника. Рассчитаны выходные кривые сорбции ионов

меди(II), никеля(II), аланина и глицина на комплексообразующих ионообменниках при различной концентрации аналитов и скорости пропускания раствора с учетом изменения степени гидратации ионообменника в различных ионных формах, высоты и порозности слоя сорбента и коэффициентов диффузии. Предложен алгоритм прогнозирования оптимальных условий выделения или разделения алифатических аминокислот из сложных растворов, основанных на различии их коэффициентов диффузии и обмена на неподвижной фазе комплексообразующего сорбента многократной сорбцией из раствора

Автор(ы): Бондарева Л. П. larbon@mail.ru Гапеев А.А. kratos1987@mail.ru ; Загорулько Е.А. Zagorulko.yelena@yandex.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Разработаны новые твердофазные экстрагенты, полученные на основе углеродного наноматериала Таунит и высоко-/сверхсшитого полистирола (ВСПС/ССПС), импрегнированием фосфорсодержащими соединениями дифенил[дибутилкарбамоилметил]фосфиноксидом и триоктилфосфиноксидом. С использованием предложенных сорбентов разработаны способы концентрирования актинидных элементов из 3MnNO_3 в статических и динамических условиях с целью их определения в азотнокислых растворах

Автор(ы): Мясоедова Г.В. Захарченко Е.А., polyorgs@mail.ru
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Установлены равновесные и кинетические характеристики сорбции замещенного бензальдегида (4-гидрокси-3-метоксибензальдегида) ионообменными материалами с функциональными аминогруппами. Установлено влияние pH среды на время достижения равновесия, а также на емкость сорбента по ароматическому альдегиду. Выявлено, что при pH в диапазоне 4-6 преимущественно реализуется хемосорбционный механизм поглощения, что приводит к повышению емкости анионообменника по исследуемому альдегиду.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Изучена сорбция фосфатидилхолина (ФХ) на неионогенном сорбенте «Stirosorb», а также на неионогенных сорбентах «MN-102» и «MN-202», представляющих собой сверхсшитые полистирольные сорбенты с высокой удельной поверхностью ($S_{\text{уд.}}=700-1000\text{ м}^2/\text{г}$). Получены термодинамические кривые сорбции ФХ, изучено pH среды на сорбцию ФХ. Установлено, что сорбция фосфолипидов на неионогенных сорбентах происходит за счет гидрофобных взаимодействий неполярных остатков жирных кислот и матрицы сорбента. Обнаружено образование межмолекулярных связей между фосфатидилхолином и сорбентом «Stirosorb» на основе полученных ИК-спектров фосфатидилхолина и неионогенного сорбента «Stirosorb». Рассчитана предельная адсорбция ФХ на изучаемом сорбенте «Stirosorb», а также определена площадь, занимаемая одной молекулой ФХ в случае сорбции в виде мономолекулярного слоя.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Установлены закономерности динамической сорбции летучих органических веществ из водных растворов и атмосферного воздуха на поверхностно-слойных композиционных сорбентах, в которых мелкодисперсный сорбционно-активный материал удерживается за счет адгезии на поверхности относительно крупнодисперсного макропористого носителя. Показана более высокая эффективность поверхностно-слойных сорбентов по сравнению с традиционными объемно-пористыми, применяемыми для концентрирования летучих органических веществ из водных и газовых сред.

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет
Санкт-Петербург

Объекты

Воздух; Природные, технологические и питьевые воды

Установлено влияние природы аминсоединений на эффективность их пассивного хемосорбционного концентрирования

Автор(ы): М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Н.Г. Николаева
Казанский национальный исследовательский технологический университет
Казань

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Выявлены закономерности сорбции дикарбоновых (щавелевой, янтарной) и оксикислот (молочной, винной, лимонной) сильноосновным полифункциональным анионообменником поликонденсационного типа АВ-16 в динамических условиях. Изучено влияние концентрации насыщающего раствора. Установлено, что при увеличении концентрации растворов всех исследованных кислот наблюдается обострение фронта сорбции на начальном участке за счет электростатических сил (ионный обмен). Экспериментально установлены закономерности сорбции гомологических дикарбоновых кислот анионообменниками различной структуры (АВ-17, АВ-16, ЭДЭ-10П и АН-31) в статических условиях. Обнаружено, что сорбция дикарбоновых кислот исследуемыми ионитами в хлоридной форме осуществляется по двум механизмам: ионному обмену и молекулярной сорбции. Для анионообменников поликонденсационного типа ионный обмен играет доминирующую роль в процессе сорбции, наблюдается обращение правила Траубе. Для смолы АВ-17 доля ионного обмена значительно меньше, по сравнению с молекулярной сорбцией, выполняется правило Траубе. Это связано, по-видимому, с меньшей доступностью функциональных групп данного ионита, имеющего матрицу достаточно плотной структуры, а также с его невысокой емкостью.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru
Воронежский государственный университет
Воронеж

Объекты

На основе данных о гидрофобности, пористой структуре модифицированного МСМ-41 и его сорбционных свойствах предложены оптимальные условия разделения б-токоферола и в-ситостерола в режиме фронтальной хроматографии и концентрирования гидрофобных биологически активных веществ (БАВ) при твердофазной экстракции.

Автор(ы):
Воронежский государственный университет
Воронеж
Объекты

В результате химической модификации мезопористого кремнезема МСМ-41 амино- и метилсиланами в метаноле и толуоле получены сорбенты с узким распределением пор по размерам. Показано, что наличие упорядоченных мезопор и высокой площади поверхности приводит к росту сорбционной емкости по сравнению с традиционными силикагелями в 25-50 раз по отношению к β -токоферолу и в-ситостеролу и увеличению эффективности разделения жирорастворимых биологически активных веществ (БАВ).

Автор(ы):

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Выявлены закономерности сорбции кверцетина на мезопористом материале МСМ-41, модифицированном триметилхлорсиланом композите на его основе, мезопористом материале с молекулярными отпечатками кверцетина из ацетонитрильного раствора. Показано влияние природы растворителя (70% этанол, 96% этанол, ацетонитрил) на адсорбционные свойства мезопористых материалов МСМ-41 и композитов на его основе по отношению к кверцетину и (+)-катехину. Обнаружено увеличение селективности мезопористых материалов к кверцетину при переходе от мезопористого материала МСМ-41 к модифицированному триметилхлорсиланом композиту и мезопористому материалу с молекулярными отпечатками кверцетина.

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Предложен способ концентрирования производных фенотиазина (аминазина, дипразина, тизерцина) на сверхшитом полимере Стиросорб. Изучено влияние кинетических факторов на извлечение гетероциклических соединений из водных растворов, рассчитаны соответствующие значения коэффициентов диффузии. Показано влияние рН среды и ионной силы на сорбцию аналитов. Рассчитаны коэффициенты распределения и значения предельной адсорбции данных веществ на Стиросорбе. Аналиты десорбировали ацетоном, ацетонитрилом, этанолом. Найдено, наиболее высокий выход получен для аминазина при использовании 96%-го этанола

Автор(ы):

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Предложен способ попутного извлечения РЗЭ из горячей промышленной экстракционной фосфорной кислоты с одновременной ее очисткой от загрязняющих примесей. Способ основан на процессе необменного сорбционного разделения кислот и солей на анионитах в фосфатной форме, в результате которого кислота удерживается, а солевые компоненты, включая РЗЭ, выходят из колонны, образуя зону концентрированных перенасыщенных растворов. Десорбция чистой кислоты (регенерация сорбционного слоя) в рабочем цикле проводится сильно разбавленной фосфорной кислотой, для чего используется небольшая доля полученной в предыдущем цикле очищенной кислоты. В лабораторных условиях и на стендовой установке в ОАО НИУИФ изучено влияние технологических параметров: температуры, скорости потока, типа анионита, диаметра зерен, продолжительности отдельных стадий, на динамические характеристики процесса (выходные кривые сорбции и десорбции фосфорной кислоты и примесных компонентов). Это позволило выбрать рациональные условия проведения процесса концентрирования и выделения РЗЭ с одновременной очисткой фосфорной кислоты. Проанализированы некоторые ограничения метода и оценены возможные потери фосфорной кислоты на стадии сорбции и возможности ее разбавления на стадии десорбции. Получены и проанализированы образцы очищенной фосфорной кислоты, а также твердых концентратов и определены их составы, уточнены основные

режимы проведения технологического процесса. Предполагается проведение заводских испытания в рамках подготовки разработанного процесса к промышленному внедрению.

Автор(ы): Р.Х. Хамизов, А.Н. Крачак, Н.С. Бастрыкина, А.Н. Груздева

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН совместно с ООО НТК «Новая химия» и ОАО НИУИФ

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Предложен способ концентрирования лантана и других редкоземельных элементов (РЗЭ) на неполярных сорбентах в виде гидрофобных комплексов. Для извлечения металлов использовали пиридилазонафтол, гидроксихинолин и фенилметилбензоилпиразолон; комплексы извлекали на гексадецилсиликагеле, сверхшшитом полистироле, полистироле, модифицированном винилпирролидоном, а также на фторопласте. Найдены условия извлечения благородных металлов в виде ионных ассоциатов их хлорокомплексов с азотсодержащими реагентами на малополярных сорбентах. Показано, что ионные ассоциаты Pd, Pt и Au можно количественно десорбировать со сверхшшитого полистирола MN-200 солянокислым этанолом. Найдены условия количественной и обратимой сорбции иридия на сорбенте Strata X-AW. Предложены и обсуждены механизмы сорбции и десорбции ПМ. Полученные результаты показывают, что пространственное строение хлорокомплексов оказывает существенное влияние на механизм сорбции платиновых металлов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Выявлены закономерности сорбции б-токоферола из этанольного раствора на активированном 4,0 М HCl клиноптилолитовом туфе. Определены величина предельной емкости монослоя и коэффициент сорбционного равновесия. Установлено, что локализация витамина Е на отдельных адсорбционных центрах сорбента происходит за счет образования водородной связи между фенольным гидроксильным группам препарата, являющимся акцептором протона, и изолированными Si-OH- группами сорбента. Показано влияние природы растворителя (этанола, этилацетата, гексана) на адсорбционные свойства клиноптилолитового туфа. Обнаружено увеличение селективности активированного сорбента к б-токоферолу из более полярного растворителя. Показана возможность применения твердофазной экстракции для выделения альфа-токоферола из растительных масел.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

+Атомно-абсорбционный анализ

Изучена сорбция рутения фосфорорганическими сорбентами (ФОР) из азотнокислых сред, в присутствии NaNO_3 . Показано, что сорбент на основе ФОР может быть использован в хроматографическом выделении рутения из водных растворов вплоть до концентрации NaNO_3 2 моль/л, степень извлечения не ниже 87 %. Разработана методика пламенного атомно-абсорбционного спектрального (ААС) определения рутения в водах и растворах, содержащих высокоактивные отходы (ВАО) с использованием сорбции рутения фосфорорганическими сорбентами (ФОР). Методика позволяет определять рутений в ВАО в интервале концентраций от 1.0 до 40.0 мкг/мл, σ - 2 - 3%.

Автор(ы): Сапрыкин А.И. saprykin@niic.nsc.ru

Институт неорганической химии СО РАН

Новосибирск

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Определены условия использования полимерного сорбента Oasis HLB в пробоподготовке нефтешламов для определения в них полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектором. Подобраны условия очистки гексанового экстракта, позволяющие улучшить метрологические характеристики результатов анализа и повысить надежность идентификации 15 ПАУ, наиболее актуальных для экологических исследований.

Автор(ы): Сафарова В.И., д.х.н., профессор, ugak2004@mail.ru (Обращаться к Шайдуллиной Галине Фатиховне)

Управление государственного аналитического контроля Республики Башкортостан

Уфа

Объекты

Объекты окружающей среды

Разработана комбинированная методика определения фенолов (незамещенный фенол, его хлор-, нитро- и метил- производные), включающая сорбцию аналитов на пористом графитированном углеродном сорбенте, десорбцию субкритической водой, вырезание зоны концентрата с помощью петли-дозатора, фокусирование на начальном участке ВЭЖХ колонки с октадецилсиликагелем и хроматографическое определение в изократическом режиме со спектрофотометрическим детектированием. Показано, что эффективность десорбции фенола и его производных субкритической водой при температуре 175 –200 °С сопоставима с эффективностью десорбции ацетонитрилом при комнатной температуре. Правильность определения фенолов в различных водах по предложенной методике подтверждена методом добавок на примере анализа водопроводной и минеральной воды; показано, что добавки извлекаются количественно, а макрокомпоненты вод не мешают определению фенолов.

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem/msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Объекты

Природные,

+Атомно-абсорбционный анализ+Атомно-флуоресцентный

Изучены физико-химические характеристики и оптимизированы условия сорбции токсичных тяжелых металлов и органических соединений сорбентами на основе углеродных волокон и наночастиц с целью их концентрирования для последующего определения методами хроматографии, атомно-абсорбционного и рентгено-флуоресцентного анализа в природных и технологических водах.

Автор(ы): Майстренко В.Н., V_maystrenko@mail.ru

Башкирский государственный университет

Уфа

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

Экстракция

Экстракция

Изучена возможность применения некоторых ранее полученных ионных жидкостей (ИЖ) для сольubilизации водорастворимых комплексообразующих органических реагентов и извлечения ионов металлов в таких

экстракционных системах. Использовали ИЖ с комплексообразующими анионами – N-лауроилсаркозинат тетраоктиламмония (TOALS) и салицилат триоктилметиламмония (TOMAS). Они не смешиваются с водой и, как было установлено ранее, содержат много воды (> 10% . масс.). Эти ИЖ извлекают из водных растворов такие реагенты, как арсеназо I, арсеназоIII, 4-(2-пиридилазо)резорцин (ПАР), ксиленоловый оранжевый (КО), ализариновый красный С (АКС), нитрозо-Р-соль (НРС). Изучено распределение указанных реагентов между водой и ИЖ отрН, времени контакта фаз. Водорастворимые реагенты использовали для извлечения ионов металлов. Экстракцию кобальта (II) с НРС в ионные жидкости использовали для разработки методики экстракционно-фотометрического определения этого элемента. Для устранения мешающего влияния ионов металлов (Fe(III),Ni(II),Cu(II)), способных образовывать устойчивые комплексы с НРС, применяли реэкстракцию солянокислыми растворами. Предложенные методики экстракционно-спектрофотометрического определения кобальта(II) НРС и ПАР характеризуются низкими пределами обнаружения (до 0.01 мкг/мл).

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru

Московский государственный университет

Москва

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Синтезировано более 20 новых фосфорорганических производных четырех координированного фосфора: аминоксфорильные соединения (α -, β -, γ - аминоксфориноксиды и аминоксфоринаты, аминоксфориновые кислоты), содержащие различные по природе функциональные группы, в том числе и природные аминоксфоры, дифосфорилированные производные азаподандов, фосфорилированные бетаины. Структура полученных соединений доказана комплексом методов ЯМР¹H, ³¹P и ИК – спектроскопии. Для всех аминоксфорильных соединений получены значения констант диссоциации в водно- 2-пропанольной среде. Выявлены закономерности в изменении кислотно-основных свойств при переходе от моно – к бисфосфорилированным аминоксфорам. Изучены процессы пассивного и активного транспорта через импрегнированные жидкие мембраны с участием моно – и бисаминоксфорильных соединений. Оптимизированы условия проведения экспериментов, с помощью варьирования концентрации субстрата и переносчика, концентрации вспомогательных реагентов и тд. Изучены мембранно-транспортные свойства аминоксфориноксидов по отношению к ионам Sc(III), Al(III), Sm(III), Gd(III), Nd(III) и Mg(II) и показана возможность использования моно- и бисфосфорилированных аминов в качестве переносчиков в условиях мембранной экстракции ионов редкоземельных элементов. Высокие значения потоков последних предоставляют возможность отделения этих элементов от сопутствующих ионов магния и алюминия. Установлено, что мембранный транспорт скандия из нитратных сред по механизму симпорта. Изучены экстракционные свойства квазижидких парафиновых эмульсий на основе дипентадецилфосфорной кислоты, а также эмульсий, содержащих бинарные смеси ДПДФК – N,N-бисдигексилфосфинил-метилоктиламин, ДПДФК – N,N'-бис(диоктилфосфорилметил)-1,8-диамино-3,6-диоксаоктан и натриевая соль гексадецилсульфо-кислоты – N,N'-бис(диоктилфосфорилметил)-1,8-диамино-3,6-диоксаоктан. Исследованные эмульсии эффективно извлекают UO₂²⁺ и Sc³⁺ и PЗЭ в широкой области рН.

Автор(ы): Gennady.Evtugyn@ksu.ru

Казанский федеральный университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Синтезированы пять аминметилированных производных 1,2-диоксиантрахинона (АМПА), включая 1,2-диокси-3,3-диметиламинметилантрахинон (ДМАА) и его аналоги: -3,3-диэтиламинметил- (ДЭАА), -3,3-дибутиламинметил- (ДБАА), -3-морфолинометил- (ММА), -3-пиперидинометилантрахиноны (ПМА). Исследованы их физико-химические свойства, а также изучены их реакции комплексообразования с высокозарядными ионами металлов (Sc, Y, La, Ce(III), Sm, Th, Zr) и экстракция образуемых комплексов в бутанол или его смесь с хлороформом в отношении 1 : 1. По значениям рН полуэкстракции катионы металлов расположены в последовательности Sc > Y > Sm > Ce > Zr ≥ Th > La. Разработаны способы экстракционного разделения макро- и

микроколичеств скандия и иттрия, скандия и ряда РЗЭ, а также экстракционно-фотометрического определения циркония и церия, тория и самария, лантана. Предложена методика прямого фотометрического определения фторид-ионов из объектов окружающей среды.

Автор(ы): Дегтев М.И., anchem@psu.ru

Пермский государственный национальный исследовательский университет

Пермь

Объекты

Изучена твердофазная экстракция гидроксиароматических соединений (фенола, п-нитрофенола) эластичным, жестким пенополиуретанами и отходами целлюлозы. Показана возможность повышения степени концентрирования и степени извлечения фенолов вследствие модификации ППУ и целлюлозы растворами ПЭГ-20000 и Tween-40 в хлороформе.

Автор(ы): Харитонов Л.А. analitikavgta@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Разработана простая и экспрессная методика одновременного определения бисфенола А, диэтилстильбэстрола, гексэстрола и диенэстрола в консервированных продуктах (1 – 250 мкг/кг), питьевой воде, алкогольных и безалкогольных напитках (0.25-50 мкг/л) методом газожидкостной хроматографии с детектором по электронному захвату и масс-спектрометрическим детектором. Целевые соединения из пищевых продуктов экстрагировали ацетонитрилом по методу QuEChERS. Дополнительную очистку и концентрирование экстракта осуществляли дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией тетрахлорметаном, после чего ацилировали данные вещества трифторуксусным ангидридом. Продолжительность анализа составила 1 – 1.5 ч.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinv@mail.ru

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Пищевые продукты и корма

Изучена экстракция новокаина из водных сред растворителями разных классов (спиртами, простыми и сложными эфирами, алканами, хлорсодержащими соединениями) и их бинарными смесями. Предложены эффективные экстракционные системы для практически полного извлечения новокаина из плазмы крови и мочи. Обоснованы возможности применения сольватропных реагентов для увеличения количественных характеристик экстракции

Автор(ы): Коренман Я.И. Чибисова Т.В. korenman@vgta.vrn.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ); Военно-воздушная академия им.

Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина

Воронеж

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Предложен способ микроэкстракционного концентрирования эфиров о-фталевой кислоты и галогенорганических веществ в воде с ультразвуковым диспергированием экстрагента. Показаны преимущества разработанного способа по сравнению с капельной микроэкстракцией и экстракцией с диспергированием экстрагента вспомогательным компонентом. Капиллярный сбор экстракта упрощает отбор экстракта, имеющего

меньшую, чем у воды плотность, и устраняет его потери, связанные с испарением. Применение предложенного способа позволило достигнуть пределов обнаружения аналитов 10-5 – 5´10–7 мг/л.

Автор(ы): Крылов В.А. krylov@ihps.nnov.ru

Нижегородский ГУ совместно с Институтом химии высокоочищенных веществ РАН

Нижний Новгород

Объекты

Природные, технологические и питьевые воды

На основе закономерностей экстракции и ультрафильтрации, а также стереохимии органозоля оксигидрата железа(III) при его извлечении из водного золя растворами ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты (Д2ЭГФК) предложена количественная модель экстракции, основанная на представлениях об ионообменной адсорбции Д2ЭГФК наночастицами водного золя.

Автор(ы): Голованов В.И. vlagolo@yandex.ru

Южно-Уральский государственный университет

Челябинск

Объекты

Изучено фазовое разделение в системе ОП-10 – H₂O при температуре помутнения. Получены фазовые диаграммы в области аналитических концентраций ОП-10, применяемых для мицеллярной экстракции. Оценено содержание воды в выделенной мицеллярной фазе методом Фишера. Показана возможность экстрагирования мицеллярной фазой ОП-10 красителей бромфенолового синего и азорубина. рН-модифицированная система ОП-10 – катионный ПАВ предложена для эффективного концентрирования анионных форм азокрасителей – продуктов азосочетания моно- и двухатомных фенолов с 4-нитроанилином при температуре 20 - 25оС. Найдены условия для количественного цветометрического определения резорцина в фармпрепаратах на уровне долей ПДК с погрешностью не превышающей (5-9)%

Автор(ы): Чернова Р.К., Доронин С.Ю. Doroninsu@mail.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Найдены оптимальные условия сверхкритической флюидной экстракции пестицидов из волос. Комбинированный метод, включающий извлечение пестицидов и ГХ/МС определение, применен для анализа волос вьетнамцев, проживающих в различных регионах (в Казани и во Вьетнаме).

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru Le Phuoc (Cuong, M.I. Evgen'ev, F.M. Gumerov)

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

+Потенциометрия (в том числе

Разработан комплекс методик селективного определения фруктозы, глюкозы, галактозы, сахарозы и лактозы в пищевых продуктах и напитках, включающих экстракцию углеводов из углеводсодержащих водных вытяжек и последующий анализ экстрактов физико-химическими методами: оптическими методами; методом тонкослойной хроматографии; с применением безводного потенциометрического титрования

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Бычкова А.А.
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), ; Военно-воздушная академия им.
проф. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА),
Воронеж
Объекты
Пищевые продукты и корма

+Вольтамперометрия и полярография+Атомно-абсорбционный анализ

Разработан экстракционно-вольтамперометрический способ определения цинка, кадмия, свинца и меди. Способ запатентован (решение о выдаче патента РФ на изобретение от 27августа 2012г. Авторы - Темерев С.В., Логинова(Станкевич) О.Б.) В отличие от существующих способов экстракция реализуется в легкоплавкий расплав салицилата тиопириния(ИЖ). Эффективность извлечения подтверждена независимым методом – атомно-абсорбционной спектроскопией.

Автор(ы): Темерев С.В., temerev@mail.ru
Алтайский государственный университет
Барнаул
Объекты
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

Предложена экспрессная методика определения афлатоксинов В1 и М1 в молоке и молочных продуктах методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием. Извлечение афлатоксинов из проб и очистку экстрактов от примесей проводили по методу QuEChERS. Концентрирование очищенных экстрактов осуществляли методом дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции. Пределы обнаружения афлатоксинов В1 и М1 составили 0,1 и 0,01 мкг/кг соответственно. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превысило 0,06. Продолжительность анализа составила 1 - 1,5 ч.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru
Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)
Владимир
Объекты
Пищевые продукты и корма

Предложен способ одновременного определения 6 антибиотиков хинолонового ряда в пищевых продуктах методом ВЭЖХ с диоднолучным детектированием: энрофлоксацина, данофлоксацина, ломефлоксацина, энрофлоксацина, дифлоксацина и оксолиновой кислоты с использованием упрощенной, быстрой и безопасной пробоподготовки QuEChERS. Пределы обнаружения хинолонов при навеске 5 г составили 0,002-0,04 мг/кг. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,09. Продолжительность анализа составляет около 1 ч.

Автор(ы):
Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)
Владимир
Объекты
Пищевые продукты и корма

С использованием микроэмульсий в качестве экстрагента, было осуществлено количественное выделение и последующее хроматографическое определение консервантов - бензойной и сорбиновой кислот из маргаринов.

Существующие способы анализа такого рода объектов предполагают сложную и длительную пробоподготовку. В данном случае время пробоподготовки удалось сократить примерно в 20 раз.

Автор(ы): Шпигун О.А. shpigun@analyt.chem.msu.ru

МГУ им. М.В. Ломоносова

Москва

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная)

Разработана процедура пробоподготовки биологических жидкостей (сыворотка крови и моча) с использованием твердофазной экстракции на сверхшлитором полистиролеPurosep 270 – для мочи и обращенно-фазового сорбента С18 – для сыворотки крови (степени извлечения 75-95 %) при ВЭЖХ и ВЭТСХ определении стероидных гормонов, нестероидных противовоспалительных препаратов и β-блокаторов

Автор(ы): Зенкевич И.Г. igor@IZ6246.spb.edu

Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Хромато-масс-спектрометрия;+Атомно-эмиссионный анализ

Предложен способ сверхкритической флюидной экстракции и хромато-масс-спектрального определения хлор- и фосфорорганических пестицидов из волос человека. Проведено атомно-эмиссионное определение с индуктивно-связанной плазмой содержания химических элементов в волосах. Хемометрически выявлено влияние времени и места проживания человека на содержание токсикантов в организме.

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru

Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Биологические и медицинские объекты

+Хромато-масс-спектрометрия+Газовая хроматография

Предложена методика идентификации (104 наименования) и определения (40 наименований) действующих веществ комбинированных пестицидов различных классов в воде, овощах, фруктах и мясе методами газовой хроматографии с масс-спектрометрическим и электроннозахватным детекторами. Пестициды из образцов овощей, фруктов и мяса экстрагировали ацетонитрилом по методу QuEChERS. Концентрирование экстрактов в 50-60 раз и дополнительная очистка осуществлены дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией. Из воды пестициды извлечены дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией гексаном (степень концентрирования более 100). Пределы детектирования времяпролетным масс-детектором составили 0,01 - 0,02 мг/кг для твердых анализируемых объектов и 1 - 2 мкг/л для воды. Пределы определения пестицидов составили 1 - 2 мкг/кг в твердых объектах и 0,05 - 0,1 мкг/л для воды. Продолжительность анализа составляет 1-2 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,18

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

«Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Газовая хроматография

Разработана быстрая и простая методика одновременного определения трихотоценовых микотоксинов Т-2, НТ-2, дезоксиниваленола и ниваленола в зерне и комбикормах в диапазоне концентраций 0,01 - 5 мг/кг (0,05-5 мг/кг для Т-2) методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. Микотоксины из образцов экстрагировали ацетонитрилом, экстракты очищали по методу QuEChERS. Производные целевых компонентов с трифторуксусным ангидридом получали одновременно с дополнительной очисткой и концентрированием экстракта дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией. Продолжительность анализа менее 1 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 5 %.

Автор(ы): Амелин В.Г. amelinvg@mail.ru

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

Владимир

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Спектрофотометрия

Разработаны методики отдельного определения кофеина и углеводов в энергетических напитках, производимых в России, на уровне $0.05 \cdot 10^{-3}$ - $40 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ кофеина и $0.05 \cdot 10^{-3}$ - $20 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ фруктозы, глюкозы, сахарозы с предварительной экстракцией бинарными смесями гидрофильных и гидрофобных растворителей. Для отдельного определения кофеина и углеводов в энергетических напитках применены методы УФ-спектро-фотометрии и потенциометрического титрования с предварительным экстракционным извлечением аналитов смесями органических растворителей. Методом «введено-найденно» установлено, что погрешность определения кофеина и углеводов в напитках не превышает 5 %. Методика легко выполнима, характеризуется точностью, низкими пределами обнаружения кофеина и углеводов ($0.05 \cdot 10^{-3}$ г/см³), малым расходом реактивов, экспрессностью (продолжительность анализа 40-50 мин).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Бычкова А.А. rusalka_anna@mail.ru
Кривошеева О.А. olesykrivosheeva@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ), Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Спектральные методы

Разработан комплекс экстракционно-спектроскопических способов определения витаминов группы В в водных растворах. Методики применены для определения витаминов в фармацевтических препаратах: «Пиридоксин – Виал 50 мг/мл», «Riboflavin tablets 2 mg», «Цианокобаламин 0,5 мг/мл», «Алфавит». Разработаны методики экстракционно-электрофоретического определения витаминов группы В в таблетированных поливитаминных комплексах «Нейромультивит», «Алфавит – школьник», «Комбилипен Табс» и в растворе для инъекций «Тиамин – Виал 50 мг/мл». Методики апробированы в производственных лабораториях отдела контроля качества ОАО «Верофарм» (г. Воронеж).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Зыков А.В. alekseyzykov86@yandex.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ); Военно-воздушная академия им.

Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Спектральные методы+Капиллярный электрофорез и близкие методы

Разработан комплекс экстракционно-спектроскопических способов определения витаминов группы В в водных растворах. Методики применены для определения витаминов в фармацевтических препаратах: «Пиридоксин – Виал 50 мг/мл», «Riboflavin tablets 2 mg», «Цианокобаламин 0,5 мг/мл», «Алфавит». Разработаны методики экстракционно-электрофоретического определения витаминов группы В втаблетированных поливитаминных комплексах «Нейромультивит», «Алфавит – школьник», «Комбилипен Табс» и в растворе для инъекций «Тиамин – Виал 50 мг/мл. Методики апробированы в производственных лабораториях отдела контроля качества ОАО «Верофарм» (г. Воронеж).

Автор(ы): Коренман Я.И. korenman@vgta.vrn.ru Мокшина Н.Я. moksnad@mail.ru Зыков А.В. alekseyzykov86@yandex.ru
Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ),; Военно-воздушная академия им. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина (ВВА)

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

Другие методы разделения и концентрирования

Другие методы разделения и концентрирования

Изучено влияние полупроницаемых органосилоксановых мембранна эффективность хемосорбционного концентрирования ароматических аминов из воздуха.

Автор(ы): Евгеньев М.И. evgenev@kstu.ru И.И. Евгеньева, В.М. Копылов
Казанский национальный исследовательский технологический университет

Казань

Объекты

Воздух

Рассмотрены предпосылки возникновения, физико-химические принципы, аналитические и технологические возможности хроматомембранных методов разделения веществ. Показаны преимущества этих методов по сравнению с традиционными схемами осуществления массообменных процессов в системах жидкость – газ и жидкость-жидкость

Автор(ы): Москвин Л.Н., moskvinln@yandex.ru
Санкт-Петербургский государственный университет

Санкт-Петербург

Объекты

Продолжены работы по капиллярной хроматодистиляции для концентрирования следов органических соединений из органических растворов и последующего определения всего концентрата этих веществ методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии

Автор(ы): Золотов Ю.А. zolotov@analyt.chem.msu.ru
Московский государственный университет

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Проведен электродиализ раствора гидротартрата лизина для получения двух продуктов – лизина-основания и винной кислоты. Установлена особенность зависимости потока гидротартрат-ионов от плотности тока – наличие плато в области действия барьерного эффекта с последующим ростом массопереноса в области действия эффекта облегченной электромиграции.

Осуществлено электромембранное отделение нуклеиновой кислоты (тРНК пекарских дрожжей) от аминокислоты (глицин) и хлорида натрия. Экспериментально обнаружен электромиграционный перенос РНК через

анионообменную мембрану и диффузионный поток через катионообменную мембрану. Достигнуто частичное разделение компонентов смеси.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Показана возможность извлечения ионов металла из смеси с амфолитом (аминокислотой) Доннановским диализом с сульфокатионообменной мембраной МК-40. Выявлены условия, обеспечивающие селективность и интенсивность массопереноса ионов натрия при Доннановском диализе раствора смеси с фенилаланином через профилированную сульфокатионообменную мембрану МК-40П. Установлен характер влияния и оптимальный диапазон концентрации соляной кислоты в диффузате, позволяющий наиболее эффективно выделять ионы металла. Максимальный фактор разделения ($SF=9$) наблюдали в диапазоне концентраций кислоты 0,3-0,4 М. Полученные экспериментальные результаты показывают возможность применения Доннановского диализа с сульфокатионообменной мембраной для селективного извлечения катионов металла из смеси фенилаланина с минеральными солями

Автор(ы):

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Автоматизация анализа (общие решения)

Автоматизация анализа (общие решения)

Разработан автоматизированный комплекс для градуировки массива сенсоров (количеством до 11 измерительных электродов), хронопотенциометрических измерений и количественного определения компонентов в водных растворах сложного ионно-молекулярного состава. Автоматизированный комплекс включает многоканальный высокоомный потенциометр с внутренней, внешней памятью и выходом на компьютер, а также набор оригинальных компьютерных программ.

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Сконструированы и изготовлены: потоковый пьезодетектор на основе одного универсального высокочувствительного пьезосенсора модифицированного многослойными углеродными нанотрубками (МУНТ), предварительно протравленными HNO_3 , флеш-детектор на основе высоко специфического пьезосенсора с фазой МУНТ, активированной азотнокислым цирконием (AZr)..

Автор(ы): Кучменко Т.А. tak1907@mail.ru . Умарханов Р.У. rus_270487@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Метрология. Стандартные образцы состава

Метрология. Стандартные образцы состава

На основе прибора ЦветЯуза-01-АА вышли с 1.01.2012 ГОСТы: Продукты пищевые. Определение содержания водорастворимых антиоксидантов амперометрическим методом в овощах, фруктах, продуктах их переработки, алкогольных и безалкогольных напитках; Продукты пищевые. Определениесодержания водорастворимых антиоксидантов в клубнях картофеля амперометрическим методом.

Автор(ы): Яшин Я.И., yashinchrom@mail.ru

НТЦ "Хроматография" НПО "Химавтоматика"

Москва

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработан, аттестован и включён в Государственный реестр РФ стандартный образец состава горной породы субщелочной гранит СГ-4 (№ 10135-2012). Состав ГСО характеризуется высоким содержанием калия и низким содержанием кальция при повышенных содержаниях микроэлементов (Zr, Hf, Nb, Ta, W, Sn, La, Ce, Sm, Nd, Pr, Lu, Tb, Eu, Cs, P, F, Sr, Mo, Sc, Mn, Pb, Ag, Tl, U и Th). По результатам межлабораторного эксперимента аттестованы содержания 53 компонентов и элементов, включая 14 лантаноидов. Указаны ориентировочные значения массовых долей H₂O- и шести микроэлементов

Автор(ы): Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Объекты

Минеральное сырье

Разработан и аттестован по результатам межлабораторной аттестации стандартный образец предприятия состава концентрата вольфрамитолюбнеритового (твёрдосплавного) КВГ(Т). Аттестованные значения установлены для 10 макро- и микроэлементов, ориентировочные – для 14 элементов. Единственный внесённый в реестры РФ, МСО СНГ и КОOMET аналогичный по составу СО аттестован только на два элемента.

Автор(ы):

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Объекты

Организован серийный выпуск и поставкановых типов стандартных образцов для обеспечения лечебно-диагностического процесса:

- СО массовой концентрации холестерина в крови для контроля метрологических характеристик биохимических анализаторов крови;

- СО состава искусственной мочи для калибровки и поверки биохимических анализаторов, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний и контроля точности методик определений.

Это позволило впервыеобеспечить комплектную первичную и периодическую поверку биохимических анализаторов отечественного и зарубежного производства.

Автор(ы): Конопелько Л.А., ikonop@b10.vniim.ru

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева совместно с ЗАО «Медлакор» и ЗАО «Витал-диагностик»

Санкт-Петербург

Объекты

Биологические и медицинские объекты

Разработаны алгоритмы обработки спектров (анализируемого и эталонного), обеспечивающие получение результатов определения целевого компонента в анализируемой смеси. Обоснован оптимальный алгоритм обработки спектра. Разработанная на его основе методика обеспечивает аттестацию двухкомпонентных газовых смесей — эталонов сравнения (ЭС-ГС) и стандартных образцов составов газовых смесей 0-го и 1-го разряда (HCl, SO₂, NO и CO в азоте/воздухе), находящихся в баллонах под давлением, в диапазоне молярной доли компонента от 0,05 % до 8,0 % с относительной расширенной неопределенностью измерений в диапазоне от 2 % до 0,4 %.

Автор(ы):

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева

Санкт-Петербург

Объекты

В 2012 г. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» стал разработчиком стандартных образцов (СО) состава для метрологического обеспечения нефтегазовой отрасли. Разработаны СО, имитирующий состав бензина (стабильный газовый конденсат), СО, имитирующие состав нестабильного газового конденсата, и СО, имитирующий состав газа деэтанализации. Утверждено 17 новых типов СО, 16 типов эталонных материалов переведены в ранг СО утвержденного типа, по 14 типам СО проведена процедура продления срока действия свидетельства об утверждении типа.

Автор(ы):

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева

Санкт-Петербург

Объекты

Природный газ, нефть и нефтепродукты

+Рентгеновские методы

Создан стандартный образец предприятия состава колумбита-танталита КТ-1 для электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). Аттестованы содержания Nb₂O₅, Ta₂O₅, FeO, MnO, TiO₂, WO₃, MgO, ZrO₂ и UO₂. СОП предназначен для метрологической аттестации методик определения, градуировки средств измерений и контроля точности результатов при анализе горных пород и минералов методом РСМА.

Автор(ы): Васильева И.Е. vasira@igc.irk.ru

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН

Иркутск

Объекты

Минеральное сырье

Общие вопросы пробоподготовки

Пробоотбор

Пробоотбор

Разработаны новые методологические и методические подходы по контролю состава промышленных выбросов цементных печей с использованием традиционных и альтернативных видов топлив. Совместно с компанией ОАО «ЛАФАРЖ» в практику работ внедрены необходимые системы отбора проб на содержание стойких органических загрязнителей, включая диоксины, позволяющие проводить отбор проб и измерение в них целевых компонентов

по гармонизированным с европейскими стандартами (EN) методикам измерений.

Автор(ы): Конопелько Л.А., lkonop@b10.vniim.ru

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Санкт-Петербург

Объекты

Воздух

Изучены условия пробоподготовки огнеупоров металлургического назначения в условиях микроволнового нагрева, искрового пробоотбора конструкционных сталей перед анализом методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Оптимизированы состав и концентрации кислот, применяемых для вскрытия пробы, параметры искрового пробоотбора (уровень мощности, частота, продолжительность предобжига).

Автор(ы): Ермолаева Т.Н. ermolaeva@stu.lipetsk.ru

Липецкий государственный технический университет

Липецк

Объекты

Металлы, сплавы и другие продукты металлургического производства

Предложено использовать энтеросорбент ЭТС-1 для разделения органических и неорганических форм йода и селена, а также применять ультразвуковое воздействие на стадии десорбции для повышения выхода органических форм йода и селена в водный экстракт.

Автор(ы): Слепченко Г.Б., Дерябина В.И. Umx@bk.ru

Национальный исследовательский инновационный Томский ПУ

Томск

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

Создана специальная установка и отработана техника отбора проб в инертном газе (азоте) неустойчивых на воздухе твердых и жидких ЭОС и полимеров для их последующего взвешивания на ультрамикровесах и автоматического CHN- и CHNS-анализа.

Автор(ы): Буяновская А.Г., analyst@ineos.ac.ru

Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Хеометрика, математизация химического анализа

Хеометрика, математизация химического анализа

Методом главных компонент получена модель, позволяющая проверять подлинность вина по результатам пьезокварцевого микровзвешивания

Автор(ы): Шуба А.А. an-mishina@yandex.ru Лисицкая Р.П. lisitskaya_raisa@mail.ru

Воронежский государственный университет инженерных технологий (ВГУИТ)

Воронеж

Объекты

Пищевые продукты и корма

Изучена возможность применения расчета дескрипторов для прогнозирования температуры вспышки альдегидов, сложных эфиров и карбоновых кислот. Выбор указанных веществ обусловлен их использованием в производстве строительных материалов, фармацевтических и лекарственных препаратов. Для выбранных

соединений рассчитаны дескрипторы, характеризующие особенности топологии (индексы Винера и Рандича) и геометрии (площадь поверхности молекулы и гравитационные индексы) молекул; проанализирован характер их изменения в зависимости от пожароопасных свойств. Получены аппроксимационные уравнения для расчета температуры вспышки предельных альдегидов, алкилацетатов, ароматических карбоновых кислот и ароматических сложных эфиров. Апробация уравнений представлена на примере расчета температуры вспышки ароматических сложных эфиров и ароматических карбоновых кислот, не вошедших в выборку. Относительное отклонение расчетных значений от справочных не превышает 10 %. Полученные уравнения можно применять для прогнозирования температуры вспышки органических кислородсодержащих соединений

Автор(ы): Селеменев В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru Калач А.В. avkalach@gmail.com
Воронежский государственный университет (ВГУ); Воронежский институт Государственной противопожарной службы МЧС России (ВИГППС МЧС)

Воронеж

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Сформулированы базовые принципы прогноза и анализа фотохимических превращений сложных молекул. Эти принципы отражают физическую природу, физико-химические свойства и закономерности наблюдаемого явления, а также учитывают общие особенности постановки и решения квантовохимических задач для сложных молекул (выбор оптимальных моделей, использование эффективных приемов прогностического уровня и пр.). Полученные результаты базируются на количественной теории фотохимических процессов и моделировании кинетики конкретных фотохимических реакций и расчете их квантовых выходов. Предложен алгоритм решения общей теоретической задачи о возможных фотохимических превращениях, если задана только исходная структура молекулы. Показано, что исследование сводится к последовательности шагов от генерации гипотез о формах молекулярных объектов, вероятных путях фотопревращений, конкретизации гипотез за счет учета близкодействия и локальности структурного преобразования, оценки на полуколичественном уровне вероятности процессов (да/нет) и, на конечном этапе, проведения для отобранных вариантов расчета квантовых выходов фотохимических реакций. Указаны способы получения результата на каждом этапе. Показана эффективность нового подхода для решения актуальной задачи – качественного и количественного анализа вещества сложного состава, в том числе и по продуктам его химического и фотохимического превращения (короткоживущие токсичные вещества и др.).

Автор(ы): Баранов В.И., Грибов Л.А.
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Хемометрические алгоритмы применены для определения антиоксидантной емкости виноградных вин

Автор(ы): Султанова Г. Е., Умарова Н. Н., Герасимов М. К., Евгенийев М.И. evgenev@ksu.ru
Казанский государственный технологический университет

Казань

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработан новый метод классификации объектов на гиперспектральных изображениях

Автор(ы): Кучерявский С.В. svkucheryavski@gmail.com
Алтайский государственный университет, Aalborg University
Барнаул, Aalborg (Denmark)

Объекты

+Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработаны алгоритмы многомерного анализа для мультисенсорных потенциометрических систем, учитывающие взаимодействия факторов. Алгоритмы использованы для количественного определения ионов и цвиттерионов аминокислот, витаминов и лекарственных веществ в полиионных растворах, концентрации компонентов в которых являются взаимозависимыми

Автор(ы): Селеменов В.Ф. common@chem.vsu.ru ; alex-n-z@yandex.ru

Воронежский государственный университет

Воронеж

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Потенциометрия (в том числе ионометрия)

Разработан алгоритм и предложена программа расчета критериев возможности потенциометрического титрования «Gnose». Предложенный способ анализа позволяет отдельно определять два иона металлов в их смеси в присутствии мешающих компонентов

Автор(ы): Темерев С.В., temerev@mail.ru

Алтайский государственный университет

Барнаул

Объекты

Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)

+Методы обнаружения и идентификации

Продолжена работа по установлению структуры новых органических соединений с помощью экспертной системы StructureElucidator. Показано, что компьютерные методы извлечения структурной информации существенно расширяют возможности ЯМР спектроскопии. Несмотря на существующее мнение о невозможности установления структуры двух новых органических молекул методами ЯМР, введение спектральных данных (1D и 2D ЯМР спектры) в систему StructureElucidator позволило быстро (13 мин и 0.7 сек) и однозначно установить их структуры. Использование той же системы позволило пересмотреть структуру молекул природного соединения Asprejinone. Правильность новой структуры подтвердил подструктурный поиск в базе, содержащей 425 000 структур и их спектры ЯМР. Ошибочность первоначальной структуры однозначно доказана с помощью экспертной системы без применения дополнительных экспериментов. Начата работа над книгой по установлению структуры органических соединений с помощью экспертной системы StructureElucidator, адресованной аспирантам, продвинутым студентам-химикам, научным работникам. Издание книги намечено на 2013 г

Автор(ы): Эляшберг М.Е. mikhail.elyashberg@gmail.com

Advanced Chemistry Development

Москва

Объекты

Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

+Инфракрасная и КР-спектроскопия

Разработан метод определения качества фруктов в период созревания с помощью спектроскопии в ближнем ИК диапазоне и использования хемометрических алгоритмов.

Автор(ы): Кучерявский С.В. svkucheryavski@gmail.com
Алтайский государственный университет, Aalborg University
Барнаул, Aalborg (Дания)

Объекты
Пищевые продукты и корма

Показана возможность применения различных хемометрических методов для анализа спектроскопических данных в ИК диапазоне (4000-500 см⁻¹). Метод независимых компонент (алгоритмы MILCA, SNICA, SIMPLISMA, JADE, RADICAL, FastICA) применен для выделения спектров индивидуальных компонентов ($R=0.81-1.00$) и последующего количественного анализа ($\text{amari}=0.01-0.17$, отн. погрешность до 15%) смоделированных и реальных смесей органических соединений (до 6 компонентов). С помощью метода главных компонент (МГК) решены классификационные задачи в отношении пленок изотактического полипропилена в клейких лентах, что позволяет идентифицировать объекты по их ИК спектрам.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru
Саоатовский государственный университет
Саратов
Объекты
Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

+Спектрофотометрия

Продолжено изучение применимости хемометрических алгоритмов для исследования равновесий в растворах комплексных соединений. Показано, что применение метода множественной линейной регрессии (МЛР, вариант не прямой градуировки) для обработки данных, полученных в широком интервале длин волн спектрофотометрическим методом, позволяет повысить точность определения условных констант устойчивости по сравнению с традиционными методами. Это объясняется отказом от субъективного выбора единичной длины волны, снижением влияния состава модельных смесей и релятивизацией систематических погрешностей. Предложен и проверен на хорошо известных комплексных соединениях новый алгоритм вычисления констант устойчивости. Алгоритм использован для изучения комплексообразования в водных растворах, содержащих пиридилазонафтол и ионы тяжелых металлов

Автор(ы): Власова И.В. vlaso-iri@yandex.ru
Омский государственный университет
Омск
Объекты
Органические вещества: природные, синтетические, элементоорганические соединения, полимеры

Показано, что хемометрические алгоритмы могут быть успешно применены для определения суммарного содержания одноступенчатых родственных аналитов в их смесях (вплоть до $N = 5-6$) без пересчета на стандартное вещество. Погрешность спектрофотометрического анализа смесей обычно составляют 1-3% отн. (ПЛС) и 3-7% отн. (МЛР), а при анализе смесей с неполностью известным качественным составом – около 10 % отн. Предложенный алгоритм проверен в анализе модельных смесей ароматических углеводородов, алканов и лекарственных соединений, в том числе содержащих неустойчивые компоненты.

Автор(ы): Власова И.В., vlaso-iri@yandex.ru

Омский государственный университет

Омск

Объекты

Продолжено изучение применимости хемометрических алгоритмов для спектрофотометрического анализа смесей органических веществ. Метод проекции на латентные структуры (ПЛС) использован для одновременного определения макро- и микрокомпонентов в N-компонентных смесях ($N = 2-5$). В этом случае оптимальный объем обучающей выборки для построения ПЛС-градуировок должен быть больше объема, рекомендуемого для анализа эквимоллярных смесей. Подобие спектров поглощения компонентов требует увеличения объема выборок до $(N^2 + N - 1)$, а числа учитываемых главных компонент до $2n$. Рекомендации проверены на смесях лекарственных веществ, а также кислотно-основных индикаторов. При оптимальном объеме выборок компоненты определяются с погрешностями до 5 % отн. Разработаны методики анализа лекарственных препаратов, содержащих фенобарбитал и дибазол в качестве микрокомпонентов.

Автор(ы): Власова И.В. vlaso-iri@yandex.ru

Омский государственный университет

Омск

Объекты

Фармацевтические, наркотические и допинговые препараты

+Радиоспектроскопические методы (ЯМР,

Для выявления потенциально небезопасных образцов алкогольных напитков методом ЯМР применен метод главных компонент (МГК). Выявлены образцы, содержащие опасные вещества (диэтилфталат, метанол или этилкарбамат). Методом проекции на латентные структуры (ПЛС) построены модели для количественного определения некоторых компонентов (этанол, метанол, высшие спирты, этилацетат и др.). Результаты коррелируют с данными газохроматографического анализа ($R^2 = 0.92-0.98$). Экспресс-метод ЯМР в сочетании с ПЛС применен для количественного определения этилкарбамата в спиртных напитках из косточковых плодов ($n=119$) и образцах нелегального алкоголя ($n=27$). Время анализа - 15 мин/образец. Валидация ПЛС-моделей проведена при помощи набора образцов ($n=43$), ранее проанализированных методом ГХ/МС.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Пищевые продукты и корма

Разработана методология использования 1H ЯМР-спектроскопии для одновременного определения терпенов (туйона и камфоры), а также основных полифенольных соединений с антиоксидантными свойствами в продуктах питания и лекарственных средствах, содержащих шалфей. Количественное определение розмариновой кислоты и общего содержания туйона возможно с помощью прямого интегрирования сигналов. Для других параметров (суммарозмариновых кислот, карнозола и флавоновых производных гликозидов) необходимо применение хемометрических моделей. Разработанная методика применена для определения перечисленных соединений в разнообразных продуктах ($n=108$). Относительное стандартное отклонение для реальных образцов ниже 10%.

Автор(ы):

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Пищевые продукты и корма

Методы ПЛС и МГК использованы для анализа сыров и мороженого, а также различных марок «Колы». Экспериментальные данные получены методом ЯМР спектроскопия (400 МГц ^1H и ^{13}C). Дискриминация молочных продуктов по типу сырья (молочный жир или растительные жиры) проводится с помощью моделей, полученных для 13 соединений в сыре ($R^2=0.75-0.95$) и 17 соединений (например, жирных кислот и их эфиров) в мороженом ($R^2=0.83-0.99$). Для анализа «Колы» требуется дегазация, добавление 0,1% раствора внутреннего стандарта (TSP) в дейтерированной воде. При pH 4, спектры ЯМР можно рассматривать как "отпечатки пальцев". Найдены кластеры из образцов «Колы» одной и той же марки, выявлены существенные различия между различными брендами.

Автор(ы): Муштакова С.П. mushtakovasp@info.sg.ru

Саратовский государственный университет

Саратов

Объекты

Пищевые продукты и корма

+Метрология. Стандартные образцы состава

Выявлены основные факторы, определяющие систематическую погрешность спектроскопической оценки суммарного содержания антиоксидантов в пищевых продуктах (разная чувствительность определения индивидуальных антиоксидантов, неаддитивность светопоглощения смесей). Разработан алгоритм прогнозирования систематических погрешностей, вызванных разной чувствительностью определения аналитов при оценке их суммарных содержаний в пересчете на стандартное вещество. Установлено, что при оценке содержания антиоксидантов эти погрешности связаны с различиями в стехиометрии и скорости окисления индивидуальных соединений. Точность оценки значительно повышается при выражении суммарного содержания антиоксидантов в моль-экв/дм³, а также при теоретически обоснованном выборе стандартного вещества. Показано, что при оценке суммарного содержания антиоксидантов по методу FRAP отклонения от аддитивности вызываются конкурентным замедлением параллельно протекающих редокс-реакций, для повышения точности анализа в этих случаях следует увеличивать избыток окислителя. Значения АОА, найденные после исключения вышеуказанных систематических погрешностей, достоверно коррелируют с другими показателями состава и качества тех же продуктов. В частности, выявлена достоверная линейная корреляция величины АОА с общим содержанием фенольных соединений по Фолину-Чиокальтеу, содержанием антоцианов, флавоноидов и другими частными показателями состава, а также с оценками АОА, полученными другими известными методами.

Автор(ы): Цюпко Т.Г., tsytko@kubsu.ru

Кубанский государственный университет

Краснодар

Объекты

Пищевые продукты и корма

Предложены принципы моделирования матриц плана дисперсионного анализа методом Монте-Карло, а также приемы исследования мощности тестовых статистик в электронных таблицах. Предлагаемый подход упрощает отыскание оперативных характеристик критерия по сравнению с ГОСТ Р «Мощность тестов для средних и дисперсий».

Автор(ы): Голованов В.И. vlagolo@yandex.ru

Южно-Уральский государственный университет

Челябинск

Объекты

Разработаны алгоритмы прогнозирования предельной величины систематической погрешности, возникающей при оценке суммарных содержаний однотипных аналитов в пересчете на стандартное вещество. При прогнозировании учитывается выбор стандартного вещества, а состав индивидуальных проб не учитывается. Правильность новых алгоритмов подтверждена при спектрофотометрическом, кондуктометрическом и

рефрактометрическом анализе модельных смесей. Новые алгоритмы позволяют оптимизировать выбор стандартных веществ и условия измерения интегральных показателей типа фенольного индекса, обобщенной антиоксидантной активности, суммарного содержания нефтепродуктов и т.п.

Автор(ы): Вершинин В.И. vyvershinin@yandex.ru

Омский государственный университет

Омск

Объекты

+Общие вопросы хроматографических

Развит теоретический подход к описанию динамики многокомпонентных ионообменных процессов и созданы на ее основе математические модели, компьютерные программы, проведены априорные расчеты сложных изократических и градиентных режимов ионной хроматографии, найдены принципиально новые решения, которые дают возможность быстрого и обоснованного выбора условий разделения и правильной идентификации компонентов.

Автор(ы): Долгонос А.М. amdolgo@mail.ru

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Москва

Объекты

Другие общие вопросы

Научно-организационная деятельность совета в 2012 г.

XXXVI Годичная сессия совета состоялась 26 июня 2012 г. в Санкт-Петербурге в рамках 4-ой Всероссийской конференции «Аналитические приборы». Открыл сессию председатель совета академик Ю.А. Золотов. Его вступительное слово публикуется отдельно. С отчетом о научных достижениях в области аналитической химии в 2011 г. выступил член бюро совета чл-корр. РАН О.А. Шпигун. Сообщение о научно-организационной работе совета в 2011 г. и планах на 2012-2013 гг. сделала ученый секретарь совета к.х.н. И.Н. Киселева.

Большой интерес вызвал доклад д.х.н. М.А. Проскурнина «Направления развития аналитической химии: российские публикации на фоне мировых». Докладчик рассмотрел цитирование российских химиков-аналитиков в отечественных журналах и за рубежом. «В целом наши ученые уступают в числе публикаций и числе их цитирований не только ведущим странам (США, Великобритания, Германия, Япония, Китай), но очень многим достаточно малым и развивающимся странам. При этом имеется тенденция отставания этих показателей от года к году в течение последних 10 лет. Цитирование публикаций российских химиков-аналитиков в российских научных журналах зарубежными коллегами практически близко к нулю, известны только работы наших ученых, публиковавшиеся в 20-30 ведущих зарубежных журналах. Уровень наиболее цитируемых публикаций российских аналитиков высок, что отмечают иностранные эксперты, однако в целом ситуация с публикациями российских химиков-аналитиков выглядит весьма негативно.»

Важной частью заседания стало награждение лауреатов премий совета за 2011 г. - д.х.н., профессора кафедры органической химии Санкт-Петербургского ГУ Л.А. Карцовой, премированной за создание и развитие новых направлений в капиллярном электрофорезе и жидкостной хроматографии, д.т.н., профессора кафедры физических методов анализа Иркутского государственного университета А. Н. Смагуновой, удостоенной премии за существенный вклад в развитие рентгенофлуоресцентного анализа, к.х.н. Ю. Б. Монаховой (Саратовский ГУ), отмеченной молодежной премией за цикл работ в области применения хемометрических методов и квантово-химических расчетов в анализе смесей сложного состава, и к.х.н. А. В. Крылова (Нижегородский ГУ) – молодежная премия за цикл работ в области масс-спектрометрического определения экотоксикантов в объектах окружающей среды в сочетании с предварительным микроэкстракционным концентрированием. Лауреаты рассказали о своих работах.

В заключение члены совета одобрили деятельность НСАХ в 2011 г.

Бюро совета. 17 января 2012 г. состоялось очередное заседание бюро совета. Обсуждались научно-организационная работа совета в 2011 г., план работы на 2012 г., состояние дел с изданием книг серии «Проблемы аналитической химии». Утверждены оргкомитеты некоторых предстоящих конференций и подведены итоги конкурса на премии совета за 2011 г.

Начата подготовка II Съезда аналитиков России, который состоится в апреле 2013 г. параллельно 11-ой Международной выставке «АналитикаЭкспо'2013». Съезд включит научную конференцию, 37-ю Годичную сессию совета, пост-симпозиумы по хемометрике, преподаванию аналитической химии, по истории и методологии аналитической химии, тест-методам, школу молодых ученых, круглые столы, культурную программу и другие мероприятия. Утвержден оргкомитет съезда.

Подведены итоги конкурса на премии НСАХ РАН за 2011 г.

Утверждено создание в рамках Комиссии по хроматографии Рабочей группы по ионному обмену и ионообменной хроматографии (председатель – В.Ф. Селеменев).

Вступительное слово

председателя Научного совета РАН по аналитической химии
академика Ю.А. Золотова на XXXVI Годичной сессии совета 26 июня 2012 г.

Предыдущая годичная сессия научного совета состоялась в конце июня 2011 г. в Архангельске. За прошедший после этой сессии год сообщество российских аналитиков потеряло несколько своих членов. 26 июня 2011 г. скончался Александр Григорьевич Витенберг – доктор химических наук, профессор Санкт-Петербургского университета, известный специалист в области газовой хроматографии, один из создателей метода парофазного анализа. В конце ноября 2011 г. не стало доктора химических наук Игоря Дмитриевича Ковалева, заведовавшего лабораторией в Институте химии высокочистых веществ РАН, крупного ученого в области физических методов анализа высокочистых веществ. В январе 2012 г. мы потеряли кандидата химических наук Геннадия Михайловича Колесова, заведующего одной из лабораторий Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, ответственного секретаря редколлегии «Журнала аналитической химии». 29 апреля 2012 г. ушёл из жизни Дмитрий Иванович Курбатов, доктор химических наук, профессор, главный научный сотрудник Института химии твердого тела УрО РАН, работавший в области вольтамперометрического анализа функциональных материалов, бывший председатель Уральского отделения научного совета, участник Великой Отечественной войны. 10 июня 2012 г. не стало Рашиды Фатиховны Салихджановой, видного ученого, специалиста по электрохимическим методам и приборам.

В мировой аналитической химии существенно расширились работы по медицинской диагностике средствами химического анализа, по анализу лекарств и пищевых продуктов, по применению аналитических методов в молекулярной биологии и биотехнологии. В нашей стране эта тенденция также четко видна.

Если говорить о методах анализа в аспекте мировой аналитической химии, то прежде всего нужно отметить изменение положения масс-спектрометрии. Метод становится не только мощным в отношении, в частности, чувствительности и селективности, что было известно и ранее, но и доступным, а с созданием приборов, работающих в «комнатных» условиях, в том числе портативных, становится массовым, приобретает совершенно новые возможности. Отсюда следует, в частности, вывод о необходимости более энергичного включения этого метода в учебные курсы аналитической химии.

Продолжаются масштабные исследования по созданию приборов на основе микрофлюидных систем.

2011 год дал немало развитию российской аналитической химии, решению научных, экономических и социальных проблем средствами химического анализа. Достижения за этот год отражены в отчете научного совета, хотя, может быть, и не полностью, поскольку не все организации, учреждения, компании представляют в совет соответствующие сведения. Можно привести несколько примеров работ, представленных в отчете.

В Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН совместно с Институтом общей физики им. А.М. Прохорова РАН разработан лазерный масс-спектрометр, использующий новый метод ионизации путем лазерной десорбции-ионизации органических соединений с поверхности структурно разупорядоченных полупроводниковых подложек (метод SALDI). Оригинальный узел ввода пробы обеспечивает нанесение анализируемой жидкой пробы на поверхность структурно разупорядоченной подложки при атмосферном давлении и быстрое перемещение подложки с нанесенной на ее поверхность пробой в вакуумную камеру масс-анализатора без существенного изменения давления в ней. Изготовлены опытные образцы прибора, предназначенные для экспресс-анализа жидких биологических проб и применения в фармакокинетике.

В том же институте совместно с кафедрой аналитической химии МГУ им. М.В. Ломоносова предложен новый метод исследования растворов – электроиндуцированная термолинзовая спектроскопия. Выведено уравнение, связывающее концентрацию определяемого элемента с термолинзовым сигналом.

В Институте аналитического приборостроения РАН создана система для высокочувствительного и селективного экспресс-определения инсулина в биопробах, которая может быть использована в диагностике сахарного диабета, а также при контроле качества инсулина на стадиях его производства. Использован метод конкурентного иммунного анализа. Продукты реакции разделяют электрофорезом на микрофлюидном чипе и регистрируют с помощью лазерно-индуцированной флуоресценции. Метод позволяет определять инсулин менее чем за 3 минуты.

На кафедре аналитической химии МГУ предложены способы получения новых наноструктурированных материалов на основе пенополиуретана (ППУ), модифицированного наночастицами золота: получение наночастиц в растворе с последующей их сорбцией на ППУ и синтез наночастиц непосредственно в матрице ППУ. Наночастицы золота в матрице ППУ сохраняют способность к поверхностному плазмонному резонансу. Полученные материалы можно использовать в качестве чувствительных элементов оптических датчиков для определения окислителей и восстановителей; принцип действия датчиков основан на использовании процессов образования и разрушения наночастиц золота в матрице ППУ.

Защищено несколько докторских диссертаций (Цюпко, Власова, Ревельский, Тихомирова, Крылов, Беклемишев и др.).

В мире увеличивается число выставок, прямо связанных с химическим анализом. Помимо традиционных выставок Pittcon в США, Analytica в Германии и АналитикаЭкспо в России, теперь организуются дочерние выставки мюнхенской «Аналитики» в Китае и Индии. Кроме того, аналитическое оборудование демонстрируется на многих других выставках – Achema в Германии, на сессиях Американского химического общества, на выставках «Химия» и «Лаборатория Экспо» в Москве и т.д. Последняя выставка «АналитикаЭкспо», в организации которой принимает участие научный совет, состоялась в апреле 2012 г. и была довольно успешной.

Появился новый журнал «Аналитика». Журнал гляцевый, рекламно-информационного характера, но всё равно полезный. Кстати сказать, под названием «Analytika» издается журнал в Польше, причем один из номеров был целиком выпущен на русском языке.

В нашей стране за истекший год вышло немало книг по аналитической химии; список приведен в отчете совета.

Теперь несколько соображений проблемного характера.

1. В некоторых высших учебных заведениях уменьшают число учебных часов, выделяемых на аналитическую химию, кафедры аналитической химии иногда объединяют с другими кафедрами, есть примеры ликвидации кафедр. Существуют разные причины для этого, в том числе порожденные самими аналитиками. Продолжать обучать преимущественно классическим методам, в то время как в практике применяются в основном современные инструментальные методы – это терпят до какого-то предела. Кроме того, многие кафедры в профилированных вузах оторваны от проблем аналитического контроля соответственных производств, предоставляя этим заниматься специальным кафедрам (если они этим вообще занимаются). Всё это порождает у руководства некоторых вузов ощущение ненужности аналитической химии.

2. В последние годы многие вузы, прежде всего федеральные и исследовательские университеты, получают значительные средства и активно приобретают современное аналитическое оборудование. Этому, разумеется, можно только радоваться. Но иногда вместо того, чтобы основательно осваивать соответствующие, подчас новые для кафедры методы, готовить специалистов, способных квалифицированно использовать приборы, на этих приборах сразу начинают делать научные работы и посылать статьи в журналы. В ряде случаев

вырисовывается удручающая картина непрофессионализма, непонимания и неучета особенностей сложных методов и приборов.

3. На прошлой сессии научного совета был доклад о том, где лучше публиковать научные работы. Прошедший год подтвердил своевременность этого обсуждения. Импакт-факторам журналов, индексам цитирования, индексам Хирша стали придавать существенное значение при рассмотрении заявок на гранты, при оценке деятельности учреждений, их подразделений и отдельных ученых. Между тем в России, как, наверное, ни в одной другой стране, много научных работ публикуется в изданиях, не попадающих в мировой информационный поток, не сканируемых системами учета публикаций и цитирований. Разве можно себе представить, чтобы оригинальные научные работы по аналитической химии публиковались в ученых записках Лондонского университета или вестнике Калифорнийского университета? У нас же сплошь и рядом научные статьи печатаются в разных ведомственных или региональных изданиях, а то и вовсе в малотиражных сборниках. Этим наносится немалый ущерб престижу нашей науки. Не должно быть погони за числом публикаций, лучше одна статья, скажем, в *Analytica Chimica Acta*, *Analytical and Bioanalytical Chemistry* или в «Журнале аналитической химии», чем десять или даже двадцать в издании, которое научному миру не известно.

В будущем году мы соберемся на большой II Съезд аналитиков России. Хотелось бы, чтобы наряду с обычными научными докладами мы заслушали и обсудили сообщения о подобных общих, проблемных вопросах.

Всероссийские конференции в 2012 г.

27 февраля – 2 марта, Подмоскowie: 8-ой Международный симпозиум «**Современные методы анализа многомерных данных**» (WSC-8);

10 - 13 апреля, Москва, КВЦ «Сокольники»: Конференция «Химический анализ» на 10-ой юбилейной выставке «АналитикаЭкспо-2012», включала лекцию Ю.А. Золотова «Российская химия сквозь призму времени, семинар «**Современные методы хроматографического анализа**» (300 участников); Кафедра аналитической химии им. И.П.Алимарина МИТХТ участвовала в организации семинара на тему «Противоречия в химико-аналитической практике и пути их преодоления» в рамках выставки «Аналитика-Экспо-2012» (вместе с фирмами «Росхимреактив» и ООО «Эконикс-Эксперт») (Председатель программного комитета А.Г.Дедов зам. председателя А.А.Ищенко. Опубликован сборник тезисов.

3 – 8 июня, Уфа, Абзаково: VIII Всероссийская конференция «**Электрохимические методы анализа**» (190 участников);

6 июня, Москва, МВЦ «КрокусЭкспо»: Конференция «**Методы анализа и контроля качества воды**» (250 участников);

26 – 30 июня, Санкт-Петербург: IV Всероссийская конференция с международным участием «**Аналитические приборы**» и 36-я Годичная сессия НСАХ РАН в рамках этой конференции (200 участников);

19 – 26 августа, Улан –Удэ: выездное заседание бюро совета – Всероссийский симпозиум «**Актуальные проблемы развития аналитической химии. Методы анализа объектов окружающей среды**» (300 участников);

23 – 29 сентября, Туапсе: Всероссийская конференция с международным участием **по аналитической спектроскопии** и Всероссийская молодежная научная **школа по аналитической спектроскопии** (338 участников);

8 – 13 октября, Красноярск: IX Научная конференция «**Аналитика Сибири и Дальнего Востока**» (280 участников);

5 – 8 декабря, Москва, пос. Московский: 13-я Европейская конференция по химии объектов окружающей среды «ЕМЕС'13» (110 участников)

Решение

IX научной конференции «Аналитика Сибири и Дальнего Востока»

С 8 по 13 октября 2012 г. в Сибирском федеральном университете прошла IX научная конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока 2012» (АСДВ-2012). Учредителями конференции являются Российская академия наук, Научный совет РАН по аналитической химии, Сибирское отделение ИСХ РАН, Сибирский федеральный университет. Генеральным спонсором конференции выступила компания Bruker, официальными спонсорами – компании «ИНТЕРТЕК Трейдинг Корпорейшн», «Шелтек АГ» и «Химэксперт», спонсорами – компании «Интерлаб», «Реолгрейд-сервис», «Найтек Инструментс», «Донау Лаб Москва», «АВРОРА Лаб», «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ», «Элемент», «ТЕСКАН», «Термо Техно», «Мерк-Милипор», «Сервис-центр «ХромоСиб», «Экситон Аналитик», «Химмед Сибирь».

Научная программа включила следующие направления:

Секция 1. Теоретические основы аналитической химии

Секция 2. Спектрометрические методы

Секция 3. Электрохимические методы

Секция 4. Хроматографические и другие методы разделения и концентрирования

Секция 5. Анализ важнейших неорганических, органических, биологических, медицинских, фармацевтических, геологических объектов, нефти и нефтепродуктов, объектов окружающей среды

Секция 6. Метрология и стандартизация методик анализа; разработка стандартных образцов состава, вопросы хемометрики и математического обеспечения аналитической химии

В рамках конференции проводился круглый стол «Преподавание аналитической химии в высшей школе» и Молодежная школа «Современные спектроскопические методы в анализе объектов окружающей среды». В рамках конференции были организованы экскурсии в Центр коллективного пользования СФУ, Институт нефти и газа СФУ.

Кроме научной программы участники конференции имели возможность познакомиться с достижениями аналитического приборостроения на выставке научных разработок и оборудования, также были проведены семинары ведущих фирм в области аналитического приборостроения: международных компаний ИНТЕРТЕК Трейдинг Корпорейшн, «Интерлаб», «Элемент», 4 мастер-класса компании Bruker - одной из ведущих фирм в области исследовательского приборостроения

Информационная поддержка осуществлялась с помощью сайта конференции <http://asfe12.sfu-kras.ru>. Регистрация участников и прием тезисов докладов был организован путем «on-line» системы, расположенной на сайте.

В программе и сборнике материалов представлено 413 докладов. Заявлено для участия более 150 устных докладов (пленарных, ключевых и секционных). География участников конференции и их количество неуклонно расширяется. Помимо традиционно широкого участия представителей научной общественности городов Сибири увеличивается интерес, проявляемый к конференции, со стороны представителей европейской части РФ, ближнего и дальнего зарубежья (Ирландия, Австралия, Азербайджан, Казахстан, Беларусь, Украина и др.). Для участия в конференции были приглашены видные представители науки, бизнеса и производства, преподаватели

вузов, для чтения пленарных и устных секционных докладов, в том числе в рамках проведенной молодежной школы.

Анализ и краткое описание работы конференции АСДВ-2012 приведено в табл. 1, 2.

Таблица 1. Характеристика участников мероприятия

Всего	В том числе								
	По квалификации		По региональной принадлежности		По отраслевой принадлежности			По возрасту	
	Докт наук	Канд. наук	Из дальн. заруб.	Иногородних РФ	Из вузов	Из НИИ РАН	Из пром. пред-й и отрасл. НИИ	Молодых учен.	Студ.
280	35	140	3	256	75	105	100	90	–

Таблица 2. Характеристика представленных докладов

Всего докл.	В том числе									
	По форме			По региональной принадлежности		По отраслевой принадлежности			По возрасту	
	Пленарных и ключевых	устных	стенд.	Из дальнего заруб.	Иногородних РФ	Из вузов	Из НИИ РАН	Из пром. пред-й и отрасл. НИИ	молодых учен.	Студ.
266	21	141	125	3	240	95	120	51	96	–

По результатам работы конференции издан сборник материалов. Участники конференции отметили высокое качество издания материалов конференции.

Для участников конференции была организована культурная программа с посещением достопримечательностей города Красноярск, экскурсия в г. Дивногорск и Красноярскую ГЭС, экскурсия на теплоходе по Красноярскому морю.

В связи с тем, что конференция принесла несомненную пользу в научном развитии и в установлении контактов между учебными и научными учреждениями различных городов России, а также между фирмами-производителями аналитического оборудования, оргкомитет конференции принял решение:

Отметить высокий научный уровень докладов и четкую организацию конференции, семинаров и мастер-классов.

Рекомендовать:

1. Придать статус конференции (для обсуждения), например, Всероссийская конференция с международным участием.

2. Активно привлекать к участию конференции известных ученых из ближнего и дальнего зарубежья, в том, числе выходцев из России, а также представителей промышленных предприятий, экологических и фармацевтических и других организаций.
3. Предусмотреть в рамках конференции АСДВ отдельную молодежную конференцию или молодежную секцию в рамках конференции
4. Приглашать на конференцию представителей аккредитуемых организаций для ознакомления участников конференции с законодательной базой аттестации и аккредитации испытательных лабораторий.

Председатель оргкомитета,
проректор по науке и
международному сотрудничеству

С.В. Верховец

Ученый секретарь конференции

С.И. Метелица

Семинары

Московский семинар по аналитической химии – 4 заседания

Общероссийский семинар по диодной лазерной спектроскопии им. А.М. Прохорова – 2 заседания, №.17 и 18. Выпущены два сборника докладов семинара. Организаторы: Отдел ДЛС Института общей физики им. А. М. Прохорова РАН, Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, Научный центр волоконной оптики РАН, Институт спектроскопии РАН, Научный совет РАН по проблеме «Спектроскопия атомов и молекул», Научный совет РАН по аналитической химии.

Московский семинар по аналитической химии

В 2012 году проведено четыре семинара, присутствовало 450 человек.

На семинаре **«Сорбенты на основе наночастиц для разделения и концентрирования»** (28.02.2012) д.х.н. **Г.И.Цизиним** (МГУ им. М.В. Ломоносова) был представлен краткий обзор работы III Всероссийского Симпозиума «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» и Всероссийской научной школы по аналитической химии, прошедших в сентябре 2011 г. в Туапсе. Обсужден широкий круг вопросов: теория и методология разделения и концентрирования, подходы и методы (сорбция, экстракция, электрохимические и мембранные методы и др.); концентрирование в методах спектроскопии, хроматографии, электрофорезе; практическое применение концентрирования и разделения в аналитической химии и радиохимии, приборы, автоматизация, компьютеризация.. С большим успехом прошла школа молодых ученых. В докладе **«Ковалентно модифицированные углеродные нанотрубки как сорбенты для концентрирования тяжелых металлов»** (д.х.н. **С.С.Гражулене**, ИПТМ РАН) показана перспективность применения углеродных нанотрубок (УНТ) в качестве сорбентов в аналитической химии для разделения и концентрирования ионов металлов, радиоизотопов, органических веществ. Рассмотрены способы и механизмы ковалентной модификации УНТ. Показана зависимость эффективности модификации (и сорбции) от типа оксиданта и его концентрации, температуры, времени контакта с УНТ. Сорбционная емкость зависит от условий синтеза УНТ (температуры и катализатора). Низкие температуры синтеза и использование никелевого катализатора приводят к получению дефектных структур УНТ, наиболее восприимчивых к воздействию сильных оксидантов при модификации. Это повышает эффективность модификации, увеличивая концентрацию введенных в УНТ кислородосодержащих групп, и, соответственно, – увеличивает сорбционную емкость. Приведены конкретные методики для

концентрирования примесей на ковалентно модифицированных УНТ, а также гибридные методы анализа и их метрологические характеристики. Рассмотрены перспективы использования сорбентов на основе УНТ в капсулированном виде для разделения ионов металлов в магнитном поле; в капиллярном электрофорезе и других видах концентрирования и разделения микроколичеств веществ. В сообщении к.х.н. **О.Б.Моходоевой** (ГЕОХИ РАН) «**Новые сорбционные материалы для извлечения радионуклидов: твердофазные экстрагенты и полимерные композиты на основе углеродных нанотрубок Таунит**» представлены новые типы сорбционных материалов для извлечения радионуклидов из азотнокислых растворов: твердофазные экстрагенты, в которых УНТ Таунит использованы в качестве твердого носителя, и полимерные композиты на основе комплексообразующих полимеров и УНТ Таунит. Твердофазные экстрагенты, полученные импрегнированием Таунита азот- и фосфорорганическими соединениями, могут быть использованы как для концентрирования актинидов и РЗЭ при их аналитическом определении, так и для выделения радионуклидов при переработке растворов отработавшего ядерного топлива. Полимерные композиты на основе полиакрилонитрила (ПАН) с амидоксимными и гидразиновыми группами, а также на основе термостабилизированного ПАН, полученные с добавлением Таунита, обладают достаточной химической и термической устойчивостью и высокой сорбционной емкостью по отношению к палладию, что может быть использовано для сорбционного выделения палладия из азотнокислых растворов. На семинаре был также представлен доклад д.х.н. **А.В.Пирогова** (МГУ им. М.В. Ломоносова) «**Наноземльсии в аналитической химии**».

26 марта 2012 года состоялся семинар, посвященный **анализу органических соединений методом масс-спектрометрии**. Представлены основные достижения в области современной масс-спектрометрии (д.х.н. **А.Т.Лебедев**, МГУ им. М.В. Ломоносова). Докладчик отметил, что масс-спектрометрия является единственным аналитическим методом, способным надежно определять суперэкоксиканты: полихлорированные дибензодиоксины и дибензофураны. Масс-спектроскопия изображений (имиджинг) – уникальное направление, возникшее в конце XX века. Метод позволяет детектировать и картировать распределение тысяч самых разнообразных соединений в органах и тканях животных и растений, в минералах и пищевых продуктах. Сверхвысокая разрешающая способность масс-спектрометрии с преобразованием Фурье позволяет идентифицировать и оценивать уровни индивидуальных родственных природных соединений без предварительного разделения. Возникли новые дисциплины: петрономика и туминомика. Выделены основные тенденции развития экологической масс-спектрометрии: развитие миниатюризации и использование методов атмосферной ионизации (DESI, DART, EASX, DAPSX и т.д.), что позволяет проводить анализы за один ввод пробы; увеличение числа аналитов, которые можно исследовать одновременно методами ГХ-ГХ-МС и ГХ(ЖХ)МС-МС, повышение надежности анализов благодаря использованию масс-спектрометрии высокого разрешения и тандемной масс-спектрометрии, законодательно отмеченные в документах Евросоюза. Повышается эффективность работы с электронными библиотеками масс-спектров. Развитие лазерной техники привело к появлению принципиально новых подходов и методов в органической масс-спектрометрии. Доклад к.х.н. **А.А.Гречникова** (ГЕОХИ РАН) был посвящен развивающемуся **методу, основанному на поверхностно-активированной лазерной десорбции/ионизации – методу SALDI**. Определенные соединения предварительно наносятся из раствора (при анализе жидкой фазы) или адсорбируются (газовая фаза) на поверхность специально приготовленной подложки – эмиттера ионов. На поверхность эмиттера воздействуют импульсным лазерным излучением, что приводит к ионизации и десорбции ионов определенных соединений. Полученные ионы анализируются масс-спектрометром. Представлена история создания SALDI, рассмотрены основные факторы, определяющие эффективность образования ионов на поверхности при воздействии импульсного лазерного излучения. Рассмотрены основные подходы к приборной реализации метода: использование серийных времяпролетных масс-спектрометров с матрично-активной лазерной десорбцией-ионизацией; сочетание SALDI с газовой хроматографией и времяпролетной масс-спектрометрией; новый способ

ввода пробы в ионный источник масс-спектрометра, использующий несколько активных поверхностей, установленных симметрично на вакуумно плотном узле вращения. Эффективность лазерной десорбции-ионизации для летучих соединений экспоненциально зависит от величины основности. Предел обнаружения высокоосновных соединений составляет единицы фемтограмм, что до двух порядков величины лучше, чем у серийных масс-спектрометров с электронной или химической ионизацией. Аналитическая ниша SALDI – высокочувствительное определение органических и биоорганических соединений с массами до 2000 а.е.м. и величиной сродства к протону свыше 850 кДж/моль. Приведены примеры применения SALDI для детектирования аминокислот и пептидов, on-line анализа газовых сред, лекарственных препаратов в биологических жидкостях. Рассмотрены перспективные направления: разработка мембранных систем ввода пробы (мембраной служит эмиттер ионов); сочетание SALDI с тонкослойной хроматографией, комбинированный вариант SALDI/Orbitrap-MS. В докладе «**Определение нефти и нефтепродуктов в окружающей среде**» (д.х.н. **Е.С.Бродский**, Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н.Северцова РАН) представлены методы идентификации источников разлива нефтепродуктов. Основой для сравнения являются различные группы углеводородов и гетероатомные соединения нефти, имеющие характеристические диагностические признаки, устойчивые к воздействию окружающей среды. Основные определяемые группы соединений это гомо- и гетероатомные полициклические ароматические соединения, нефтяные биомаркеры, а также суммарные (блочные) аналитические характеристики. Химические «отпечатки пальцев» - основной метод для идентификации источников нефтяных разливов и дифференциации их от фоновых загрязнений. Анализ «отпечатков пальцев» осуществляется поэтапно от предварительного скрининга к детализированному анализу. Предварительный скрининг (метод ГХ-ПИД) – определение нефтепродуктов. Детализированный анализ осуществляется методами ГХ-МС, ГХ-ГХ, ГХ-изотопная МС. Хемометрические методы позволяют обрабатывать большие массивы данных. При идентификации источников загрязнения необходимо иметь базы данных, включающие сырые нефти, нефтепродукты разных классов (тяжелые, легкие топлива, смазочные масла и т.п.), смеси и выветренные образцы. На семинаре был также представлен доклад П.С. **Метальникова** (Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов) «**Определение остаточных количеств лекарственных средств в пищевой продукции методами ВЭЖХ-МС**».

На семинаре, посвященном **анализу археологических объектов** (24.04.2012), заслушано 4 доклада. В докладе д.и.н. **М.В. Добровольской** (Институт археологии РАН) «**Методы аналитической химии и изотопного анализа в актуальной археологии**» отмечено, что проблемы современной археологии предоставляют широкое поле для междисциплинарных исследований. Среди областей археологической науки, наиболее традиционно связанных с методами аналитической химии и геохимии, названы следующие:

- Радиоуглеродное датирование, связанное с использованием AMS (акселераторной масс-спектрометрии). Это позволило снизить минимально достаточные количества углерода (в отдельных случаях до 50-100 микрограмм). Применение биохимических методов очистки органических составляющих из древних материалов (кости, дентина и пр.) в процессе пробоподготовки привело к пересмотру устоявшихся дат по некоторым памятникам эпохи палеолита. Работы в этом направлении проводятся в Oxford Radiocarbon Accelerator Unit (ORAU), публикации по этой тематике представлены в журнале Radiocarbon (Arizona University).
- Использование данных о $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ соотношении в эмали зубов и костной ткани людей из слоев археологических памятников позволяет решать вопросы миграции (Journal of Archaeological Science). Этот методический прием нашел отражение в монографии «Handbook of Environmental Isotope Geochemistry» (под ред М. Baskaran), Берлин, 2011 г.

- Палеодиетологические реконструкции на основании данных о $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ и $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ в коллагене костной ткани людей и животных – наиболее популярное направление в палеоэкологических исследованиях (Journal of Archaeological Science).
- Палеоклиматические реконструкции, основанные на показателях содержания ^{18}O в органике и минеральных составляющих объектов из слоев археологических памятников. Для определения As, Sn, Ni, Pb, Ag и др. в медных и бронзовых изделиях эпохи неолита и бронзы широко используются РФ и АЭ спектральный анализ (работы школы Е.Н. Черныха). Исследования легли в основу формирования важнейшего понятия для археологии раннего металла «металлургическая провинция».
- Изучение антропогеохимических связей в древних биоценозах проводится ААС и РФ методами (определение макро- и микроэлементов). Объекты исследования – скелетные ткани, эмаль зубов людей и животных.

В сообщении д.и.н. **М.Б.Медниковой** (Институт археологии РАН) показан **опыт применения РФА для реконструкции особенностей ритуальной практики в эпоху ранней бронзы (IV тыс. до н.э.)**. Проведено исследование химического состава покрытия скелетированных останков представителя майкопской археологической культуры (погребен в кургане могильника Марьинская-3, терраса р. Куры). Установлено, что при погребении применяли киноварь (HgS). Соединения ртути использовали либо для прижизненного лечения, либо в ритуальных целях при захоронении. Применение РФА позволило дать объективную оценку распространения определенных культурных традиций и даже ритуалов. В сообщении **И.А. Сапрыкиной** (Институт Археологии РАН) **"Возможности использования методов аналитической химии при исследовании археологического металла (на примере ювелирных изделий эпохи Великого переселения народов (IV-VII вв. н.э.)"** отмечено, что метод РФА позволяет работать в музейных условиях, определять широкий спектр элементов и обеспечивать сохранность археологического предмета. Исследован состав металла ювелирных изделий эпохи Великого переселения народов. Разработана и апробирована методика классификации древних сплавов. Для эпохи Великого переселения народов выделены основные типы сплавов, использовавшиеся в период IV-VII вв., определены ареалы их преимущественного распространения. Данные химического состава цветного металла являются одним из основных источников для реконструкции различных аспектов как производственной культуры древнего общества, так и его социальной стратификации; позволяют получать новые сведения о возможных рудных источниках; расширяют наши представления о торговых и иных связях между регионами и т.д. Исследовательская практика сталкивается с необходимостью определения аутентичности исследуемого образца, где возможности аналитической химии позволяют получить решающую информацию (в частности, метод изотопного датирования объектов, изготовленных из металла, по изотомам свинца и олова). В сообщении д.б.н. **А.В. Тиунова** (Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова) **«Изотопный анализ археологических материалов: в поисках экологических смыслов»** показано, что изотопный анализ легких элементов (δD , $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$, $\delta^{18}\text{O}$, $\delta^{34}\text{S}$) стал одним из ключевых инструментов в разных отраслях палеоисследований (палеоэкологии и археологии). Применение «стабильно-изотопного анализа» (СИА) позволяет получить хорошие результаты при исследовании палеопопуляций, обитавших в условиях изотопно-гетерогенных ландшафтов и трофических связей (берег моря, граница С3 и С4 растительности и т.п.). Разрешающая способность СИА постоянно повышается по мере увеличения точности анализа и накопления эмпирического материала о распределении изотопов в рецентных экосистемах. Отмечено, что необходимо инициировать программу интегрированных исследований рецентных и палеоэкосистем на территории России и прилегающих регионов. Особого внимания заслуживает исследование «трофической связки» суша – пресные воды разного типа; исследование в степной зоне традиционного животноводства и лесостепи; исследование соотношения и причин внутри- и межпопуляционной дисперсии изотопного состава.

Семинар 29 мая был посвящен вопросам метрологии. **Ю.А. Карпов** (ГИРЕДМЕТ) сделал доклад на тему **«Некоторые общие проблемы метрологии химического анализа»**. Задачей любого химического анализа в любом случае является получение правильного результата. Процедура анализа носит экспериментальный характер и в части определения величины аналитического сигнала относится к измерениям. Однако эти измерения (метрологи называют их аналитическими) имеют свои особенности – наличие в жизненном цикле анализа неизмерительных этапов, таких как пробоотбор, пробоподготовка, химическое преобразование пробы, отсутствие эталона моля - учитывая, что в аналитической химии развивается отдельное направление – метрология химического анализа, начало которому породила всемирно известная монография профессора В.В. Налимова «Применение математической статистики в анализе вещества». После этой книги появились другие монографии и учебники, а вслед за ними большое число нормативных документов – отечественных и зарубежных стандартов, методических указаний, правил и рекомендаций. Без знания этих источников современному аналитику не обойтись. Поэтому необходимо на разных уровнях озаботиться обучением работников аналитических лабораторий вопросам «химической» метрологии. Во-вторых, следует отметить, что метрология анализа – это не простое следование инструкциям и правилам, а творческий процесс, требующий времени, квалификации и таланта. Поэтому в докладе рассмотрены наиболее сложные проблемы метрологического характера, возникающие при разработке и описании аналитических методов. Это оценка метрологической прослеживаемости, т.е. привязки методики анализа к первичному эталону или базовому опорному значению физической величины; это оценка правильности анализа; это проблема создания и применения стандартных образцов и образцов сравнения; это оценка пределов обнаружения и определения. Отдельно рассмотрен вопрос исследования так называемого бюджета неопределенности, т.е. оценки основных источников погрешностей (систематических и случайных) разрабатываемых методик анализа. В заключение сделан вывод о необходимости обязательного метрологического сопровождения всех видов аналитических исследований и решения при этом как фундаментальных, так и прикладных задач. **М.Н. Филиппов** (ИОНХ РАН) рассказал о метрологии **«безэталонных» методов анализа**.

Работа комиссий и отделения совета в 2012 г.

Комиссия по хемометрике:

- проведена подготовка к Восьмому Международному зимнему симпозиуму «Современные методы анализа многомерных данных» (WSC-8), намеченному на февраль 2012 г. (Ответственный - А.Л.Померанцев);
- составлен и опубликован (*J. Chemometrics*, 26, 299-310, 2012) обзор по методам аналитического контроля процессов. Материалы обзора и другие публикации авторов отражают новые тенденции в развитии хемометрических методов и их применении в аналитическом контроле, в частности в фармацевтической промышленности.

Комиссия по международным делам продолжила научно-организационную деятельность, связанную с участием российских ученых в работе международных организаций химической направленности. П.С. Федотов участвовал в ежегодном собрании отделения «Химия и окружающая среда» Международного союза теоретической и прикладной химии (ИЮПАК), состоявшемся в мае 2012 года в Берлине. Т.А. Марютина приняла участие в ежегодном заседании отделения аналитической химии ИЮПАК (июнь 2012 г, Сицилия). Б.Я. Спиваков участвовал в заседании отделения аналитической химии Европейской ассоциации химических и молекулярных наук, приуроченном 4-му Конгрессу ассоциации (август 2012 г., Прага, Чехия). Члены НСАХ также продолжили работу в редакционных коллегиях международных журналов (П.С. Федотов – *Separation & Purification Reviews*, А.А. Карякин – *Electroanalysis*).

Комиссия по информационной поддержке совета

Комиссия по издательским делам (состояние дел на коне 2012 г.)

До конца 2011 года вышло пять книг (в скобках – редакторы-составители): Биохимические методы анализа (Б.Б. Дзантиев); Химический анализ в медицинской диагностике (Г.К. Будников); Внелабораторный химический анализ (Ю.А. Золотов); Химические сенсоры (Ю.Г. Власов); Изотопная масс-спектрометрия легких газообразующих элементов (В.С. Севастьянов).

В 2013 г. вышла из печати: Фармацевтический анализ (Г.К. Будников, С.Ю. Гармонов).

Близка к завершению подготовка книг: Капиллярный электрофорез (Л.А. Карцова); Химический анализ геологических объектов (Г.Н. Аношин). Проточный химический анализа (Ю.А. Золотов); Использование нанообъектов в химическом анализе (С.Н. Штыков).

На разных стадиях подготовки (и просто в согласованных планах) книги: Анализ пищевых продуктов (Я.И. Яшин); Хромато-масс-спектрометрия (Е.С. Бродский, Э.Н. Вирюс); Миниатюризация химического анализа (М.А. Проскурнин); Методы анализа и исследования нанообъектов (М.Н. Филиппов); Обнаружение взрывчатых веществ (И.В. Рыбальченко); Аналитическая химия редких и благородных металлов (Ю.А. Карпов); Химический анализ нефти и нефтепродуктов (А.Г. Дедов); Люминесцентный анализ (Г.И. Романовская).

Комиссия по хроматографии

- подготовила и провела семинар «Современные методы хроматографического анализа» на 10-й Международной выставке «АналитикаЭкспо 2012» (апрель, Москва, КВЦ «Сокольники», более 100 участников);
- готовила 2-ю Всероссийскую конференцию «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез (Краснодар, пос. Агой, 26 - 31 мая 2013 г.).

Комиссия по электрохимическим методам анализа готовила VIII Всероссийскую конференцию «Электрохимические методы анализа» (Уфа, Абзаково, 3 – 8 июня 2013 г.).

Комиссия по оптическому спектральному анализу

- организована и проведена Всероссийская конференция с международным участием по аналитической спектроскопии и Всероссийская молодежная научная школа по аналитической спектроскопии (23 – 29 сентября, пос. Агой Туапсинского района, 338 участников);
- проведены два заседания №17 и №18 Общероссийского семинара по диодной лазерной спектроскопии имени А.М.Прохорова (28 марта и 31 октября 2012 г., Москва).

Комиссия по масс-спектрометрии

- подготовлен и проведен семинар «Практические аспекты применения методов газовой хроматографии/ масс-спектрометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии / масс-спектрометрии» (февраль, 2012), 45 участников;
- проведен семинар «Практические аспекты применения элементного и изотопного анализа методом масс-спектрометрии» (апрель 2012), 18 участников;
- вышли из печати книги:

А.Т.Лебедев (Ed) “Comprehensive Environmental Mass Spectrometry”, ILM Publications, UK, 2012, 510p.;

А.Т.Лебедев, К.А.Артеменко, Т.Ю.Самгина “Основы масс-спектрометрии белков и пептидов” Москва, Техносфера, 2012, 176 с.;

- осуществлен перевод и издание книги “Принципы масс-спектрометрии в приложении к биомолекулам” Ред. Ю.Ласкин. Техносфера, 607 с, 2012. Перевод Лебедева А.Т. и Метальникова П.А.

Комиссия по анализу металлов и сплавов

Члены комиссии принимали участие в работе Всероссийской конференции по аналитической спектроскопии с международным участием - 3 доклада, и в Байкальском материаловедческом форуме (9-13 июля 2012г., Улан-Удэ) – 2 доклада.

Комиссия по анализу фармацевтических объектов готовила семинар к выставке «Аналитика Экспо 2013» (16 – 19 апреля 2013 г., Москва, КВЦ «Сокольники»).

Члены комиссии (д.м.н., проф. Скальный А.В.) приняли участие в организации и проведении III-го съезда Российского общества медицинской элементологии. Организаторы мероприятия: ОСОО «Российское общество медицинской элементологии»; Федерация Европейских обществ по изучению микроэлементов и минералов (FESTEM); Научный совет по медицинской биотехнологии РАМН и Минздравсоцразвития РФ; Российский научный центр восстановительной медицины и курортологии Росздрава; ФГУН Институт токсикологии ФМБА России (г.Санкт-Петербург); Институт биоэлементологии Оренбургского государственного университета; Российский спутниковый центр Института микроэлементов ЮНЕСКО (г.Оренбург) (11-13 мая 2012 г., Москва – Углич). Число участников – 104.

Ассоциация «Экоаналитика» подготовила и провела конференцию «Методы анализа и контроля качества воды» (6 июня, Москва, МВЦ «КрокусЭкспо», 250 участников).

Центральный регион

Московский государственный университет тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, кафедра аналитической химии им. И.П.Алимарина участвовала в организации семинара на тему «Противоречия в химико-аналитической практике и пути их преодоления» в рамках выставки «Аналитика-Экспо-2012» (вместе с фирмами «Росхимреактив» и ООО «Эконикс-Эксперт») Опубликован сборник тезисов.

Московский государственный университет технологии и управления им. К.Г. Разумовского, кафедра аналитической химии организовала III-ю Международную межвузовскую конференцию, посвящённую памяти доктора химических наук, профессора, Заслуженного деятеля науки и техники РФ Юрия Аркадьевича Клячко «Современные методы аналитического контроля качества и безопасности продовольственного сырья и продуктов питания» (28 ноября 2012 г., Москва, ул. Земляной Вал. 73), 89 участников.

Северо-Западное отделение

Организовало и провело

- Всероссийскую конференцию «Аналитические приборы»(26 – 30 июня 2012 г., Санкт-Петербург).

Организаторы: Российская академия наук, Научный совет РАН по аналитической химии, Российское химическое общество им. Д.И. Менделеева, Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербургский государственный университет. Число участников – 200;

- VI Всероссийскую конференцию молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием «Менделеев-2012»(3 – 6 апреля 2012 г., Санкт-Петербургский государственный университет). Организаторы, в том числе от НСАХ РАН: Санкт-Петербургский государственный университет, РХО им. Д.И. Менделеева, РФФИ. Число участников – 1015.

Группой компаний ЛЮМЭКС проведены:

- четвертый научно-практический семинар «Жидкостный хроматограф ЛЮМАХРОМ. Аналитические возможности и практическое применение» (22 – 26 октября 2012 г., Санкт-Петербург, 68 участников):

- четвертый научно-практический семинар «Определение микро- и макроколичеств элементов в различных объектах. Аналитические возможности и практическое применение атомно-абсорбционных спектрометров МГА-915 и РА-915» (26 – 30 ноября 2012 г., Санкт-Петербург, 62 участника).

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. За отчетный период опубликованы 11 статей и книга, принято участие в 2-х международных форумах, сделано 17 докладов на международных и Всероссийских конференциях и семинарах. Организован и проведен в Санкт-Петербурге в июне 2012 г. семинар на актуальную тему: «Применение новых типов стандартных образцов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в лабораторной медицине».

Северо-Кавказское отделение

Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии приняла участие в организации и проведении Всероссийской конференции с международным участием **по аналитической спектроскопии** и Всероссийской молодежной научной **школы молодых ученых по аналитической спектроскопии** (23 – 29 сентября 2012 г., пос. Агой Туапсинского района Краснодарского края). Организаторы мероприятия: Министерство образования и науки РФ, Российская академия наук, Научный совет РАН по аналитической химии, Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Институт спектроскопии РАН, Кубанский государственный университет. В мероприятиях приняли участие 338 специалистов.

Уральское отделение

Башкирский государственный университет принял участие в организации и проведении VIII Всероссийской конференции по электрохимическим методам анализа «ЭМА-2012»
Организаторы: НСАХ РАН, ИОХ УНЦ РАН, АН РБ, Минобрнауки РФ, БашГУ. Ответственные: проф. Будников Г.К., проф. Майстренко В.Н.(Уфа – Абзаково; 3-9 июня 2012 года). Число участников – 293.

Пермский национальный исследовательский университет, кафедра аналитической химии, студенческое научное общество «Новая химия» провели 1-ую студенческую школу-конференцию «Современные аспекты химии» (20.11.2013 – 23.11.2013), 108 участников.

Сибирское отделение

Сибирское отделение НСАХ РАН совместно с Сибирским Федеральным университетом под эгидой РАН организовали и провели научную конференцию «Аналитика Сибири и Дальнего Востока» (8 – 13 октября 2012 г., Красноярск). Отчет представлен выше.

Омский государственный университет, кафедра аналитической химии

- приняла участие в организации **III Всероссийской научной молодежной школы-конференции «Химия под знаком СИГМА: исследования, инновации, технологии (14-22 мая 2012 г. Омск).** Школа-конференция была проведена под эгидой СО РАН, приехало более 200 участников, преимущественно молодых ученых и аспирантов из разных городов Сибири. Работала секция «Аналитическая химия и физико-химические методы исследования», где было сделано 12 ключевых и устных докладов, в работе секции участвовало около 50 человек. Такие конференции проходят в Омске каждые 2 года, но секция по аналитике была организована впервые;

- приняла участие в организации конференции **«Аналитика Сибири и Дальнего Востока»**

2013 г.

1. **16 – 19 апреля, КВЦ «Сокольники: 11 Международная выставка «АналитикаЭкспо 2013»:**
 - 16 апреля, 14:00: Лекция Я.И. Яшина «О чем говорят на международных конференциях по химическому анализу»;
 - 18 апреля, 10:00 – 15:00: Семинар по анализу лекарственных препаратов (готовит Комиссия по анализу лекарственных препаратов);
2. **26 – 31 мая, пос. Агой Туапсинского района Краснодарского края: 2-ая Всероссийская конференция по аналитической хроматографии и капиллярному электрофорезу.** Организаторы: Министерство образования и науки РФ, Российская академия наук, Научный совет РАН по аналитической химии, Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, ИОНХ РАН, Кубанский государственный университет, ЗАО НТЦ «БиАСеп». Обращаться: Татаурова Ольга Геннадьевна, Тел.: (495)922-98-26; (495)939-25-36, Факс: (495)939-32-41; **E-mail:** info@biasep.ru
3. **17 – 21 июня, Москва: Международная конференция по диодной лазерной спектроскопии № 9, TDLS'2013.** Организаторы мероприятия: Connecticut College, New London, Connecticut USA, General Physics Institute, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia, ETH Zurich, Zurich, Switzerland, The Space Research Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow Institute of Physics and Technology, Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, The Institute for Spectroscopy of the Russian Academy of Sciences, Council on Spectroscopy of the RAS, Council on Analytical Chemistry of the RAS. Обращаться:Надеждинский Александр Иванович, Тел.: 8(499)135-8281; E-mail NAD@nsc.gpi.ru .
4. **23 – 27 сентября, пос. Московский: II СЪЕЗД АНАЛИТИКОВ РОССИИ;**
5. **7 – 11 октября, Красноярск: XX Международная Черняевская конференция по химии, аналитике и технологии платиновых металлов** (Красноярский ФУ);
6. **8 – 11 октября, пос. Московский: IV Всероссийская конференция с международным участием «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы»** (Всероссийское масс-спектрометрическое общество, МГУ)

Для сведения

2 – 8 июня, Уфа – Абзаково: IX Всероссийская конференция «Химия и медицина» и Молодежная научная школа. Организаторы РАН, Минобрнауки РФ, АН РБ, ИОХ УНЦ РАН, Башкирский ГУ. Ответственный – проф. Майстренко В.Н.

2014 г.

1. **23 – 28 июня 2014 г. Калининград – Светлогорск: 11-я Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды («Экоаналитика-11»),** пройдет на базе Калининградского государственного технического университета, E-mail: uni@bga.gazinter.net; Тел.: (4012) 92-50-17, Факс: (4012) 91-66-90
2. **конец августа - сентябрь 2014 г., Иркутск: Всероссийская конференция по рентгеновским методам анализа**

3. 28 сентября – 04 октября 2014 г., Краснодар-Туапсе: IV Всероссийский симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» с международным участием <http://scanchem.ru>

2015 г.

1. Конец июня 2015 г., Санкт-Петербург: Конференция по преподаванию аналитической химии, пройдет на базе Санкт-Петербургского ГУ
2. Сентябрь 2015 г, Москва: Первая Всероссийская конференция по анализу медицинских объектов, пройдет на базе Московского ГУ

Информацию о международных конференциях см. на сайте www.rusanalytchem.org

Комиссии и отделения совета

Комиссия по хроматографии организует II-ю Всероссийскую конференцию «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» с международным участием. (26 - 31 мая 2013 г., пос. Агой Туапсинского района Краснодарского края

Комиссия по анализу фармацевтических объектов готовит семинар по анализу лекарственных препаратов на выставку «АналитикаЭкспо 2013».

Член комиссии д.м.н., проф. Скальный А.В. член правления FESTEM, член оргкомитета Симпозиума примет участие в организации и проведении: V International FESTEM Symposium on Trace Elements and Minerals (22–24 мая 2013 г. Avignon, France). Организаторы мероприятия: Federation of European Societies on Trace Elements and Minerals (FESTEM); French Speaking Society on Trace Elements (SFERETE). Ответственный: Isabelle Hininger-Favier, isabelle.hininger@ujf-grenoble.fr, avignonfestem2013@yahoo.fr

Комиссия по оптическому спектральному анализу

Март, октябрь 2013 г., Москва: Общероссийский семинар по диодной лазерной спектроскопии имени А.М. Прохорова №19 и № 20. Организаторы мероприятия: Отдел диодной лазерной спектроскопии Института общей физики им. А. М. Прохорова РАН, Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, Научный центр волоконной оптики РАН, Институт спектроскопии РАН, Научный совет РАН по проблеме «Спектроскопия атомов и молекул», Комиссия по оптическому спектральному анализу НСАХ РАН. Обращаться: А.И.Надеждинский Александр Иванович. тел.: 8(499)135-8281; E-mail NAD@nsc.gpi.ru;

17-21 июня 2013 г., Москва: Международная конференция по диодной лазерной спектроскопии №9 TDLS 2013 (См. выше).

Центральный регион

Московский государственный университет технологии и управления им. К.Г. Разумовского, кафедра аналитической химии

- Ноябрь 2013 года, Москва, ул. Земляной Вал, 73: IV-ая Международная межвузовская конференция, посвящённая памяти д.х.н, профессора, Заслуженного деятеля науки и техники РФ Юрия Аркадьевича Клячко «Современные методы аналитического контроля качества и безопасности продовольственного сырья и продуктов питания». Научный руководитель конференции: ректор МГУТУ им. К.Г. Разумовского д.э.н., профессор Иванова В.Н., ответственный за мероприятие: зав. кафедрой аналитической химии им. Ю.А. Клячко д.х.н., профессор Орлова Валерия Аркадьевна, тел./факс: 8-495-640-54-36 доб.44-05; E-mail: ah@mgutmu.ru .

Северо-Западное отделение

17 – 22 февраля 2013, г. Санкт-Петербург: 1-я Зимняя школа-конференция с международным участием «Новые методы аналитической химии» Организаторы: Санкт-Петербургский государственный университет, Северо-Западное отделение НСАХ РАН, РХО им. Д.И. Менделеева, РФФИ. Ответственный за мероприятие – д.х.н., профессор, зав. кафедрой аналитической химии Москвин Леонид Николаевич, E-mail: moskvinln@yandex.ru

Северо-Кавказское отделение

Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии примет участие в организации и проведении II Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» с международным участием. (26 - 31 мая 2013 г., пос. Агой Туапсинского района Краснодарского края

Уральское отделение

21 – 22 ноября 2013 г., Пермь: Региональная конференция «Химический анализ и окружающая среда». Организаторы: Кафедра аналитической химии Пермского национального исследовательского университета, студенческое научное общество «Новая химия». Ответственные за мероприятие – зав. кафедрой Дегтев Михаил Иванович и Студенческое научное общество «Новая химия», E-mail: anchem@psu.ru

Сибирское отделение

7-11 октября 2013 г., Новосибирск: II Всероссийская научная конференция «**Методы исследования состава и структуры функциональных материалов**» (МИССФМ-2013). Организаторы: Сибирское отделение НСАХ РАН, Институт катализа СО РАН, Институт неорганической химии СО РАН. Ответственный - д.х.н., профессор Малахов Владислав Вениаминович, E-mail: malakhov@catalysis.ru

Иркутский государственный университет планирует провести курсы повышения квалификации по рентгенофлуоресцентному методу анализа и метрологии аналитической химии (140 час) (март - апрель 2013 г, Иркутск). Ответственный: д.т.н., профессор Смагунова Антонина Никоновна, телефон: (3952)52-10-47, факс: (3952)42-59-35; E-mail: rfa@chem.isu.ru, smag@chem.isu.ru

1. Золотов Ю.А. Химический анализ для всех, всех, всех. М.:ГЕОС, 2012. – 232 с.
2. Очерки российской аналитической химии. Авторы-составители Золотов Ю.А., Карандашев В.К., М.:КУРС, 2012.- 536 С.
3. Золотов Ю.А. Новый век аналитической химии. М.: ЯНУС-К, 2012.-248 С.
4. Фармацевтический анализ.(Серия «Проблемы аналитической химии», Т.16). Монография. Составители Будников Г.К., Гармонов С.Ю., М.: АГРАМАК-МЕДИА, 2013.- 778 С..
5. Долгоносов А.М.. Неспецифическая селективность в проблеме моделирования высокоэффективной хроматографии – М., КРАСАНД. – 2012 – 256 с.
6. Ищенко А.А., Фетисов Г.В., Асланов Л.А. Нанокремний: свойства, получение, применение, методы исследования и контроля. – М.: Физматлит. – 2011. – 664 с.
7. Lebedev A.T. (Ed) “Comprehensive Environmental Mass Spectrometry”, ILM Publications, UK, – 2012, – 510 p;
8. Лебедев А.Т., Артеменко К.А., Самгина Т.Ю. “Основы масс-спектрометрии белков и пептидов” – М.: Техносфера. – 2012. – 176 с.
9. Принципы масс-спектрометрии в приложении к биомолекулам. Под ред. Дж. Ласкин, Х. Лифшиц. Перевод Лебедева А.Т. и Метальникова П.А. – М.: Техносфера. – 2012. – 607 с.
10. Афтанас Л.И., Березкина Е.С., Бонитенко Е.Ю., Вареник В.И., Грабеклис А.Р., Демидов В.А., Детков В.Ю., Исанкина Л.Н., Киселев М.Ф., Ломакин Ю.В., Нечипоренко С.П., Николаев В.А., Скальный А.В., Скальная М.Г. Элементный статус населения России. Часть 3. Элементный статус населения Северо-Западного, Южного и Северо-Кавказского федеральных округов / под ред. А.В.Скального, М.Ф.Киселева. – СПб.: Медкнига «Элби-СПб», – 2012. – 448 с.
11. Скальный А.В., Сальникова Е.В., Кудрявцева Е.А. Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды. – Оренбург: ООО ИПК «Университет», – 2012. – 188 с.
12. Karganov M., Alchinova I., Arkhipova E., Skalny A. Laser correlation spectroscopy: nutritional, ecological and toxic aspects // Biophysics / ed.by A.N.Misra. – InTech, Rijeka, Croatia, 2012. – P.1-16. ISBN 978-953-51-0376-9.
13. Сальникова Е.В., Кудрявцева Е.А., Лебедев С.В., Скальный А.В. Токсикологическая химия: учебное пособие. – Оренбург: ООО ИПК «Университет», 2012. – 228 с. ISBN 978-5-4417-0100-6.