

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | |
|---|-----------|
| ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ..... | 5 |
| ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ. ИССЛЕДОВАНИЕ РАВНОВЕСИЙ. НОВЫЕ РЕАГЕНТЫ .. | 5 |
| МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА. РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА | 6 |
| ХЕМОМЕТРИКА, МАТЕМАТИЗАЦИЯ И АВТОМАТИЗАЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИЗА | 9 |
| МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ | 11 |
| МЕТОДЫ ОБНАРУЖЕНИЯ И ИДЕНТИФИКАЦИИ..... | 11 |
| МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ..... | 12 |
| <i>Сорбция.....</i> | <i>12</i> |
| <i>Экстракция.....</i> | <i>15</i> |
| <i>Мембранные методы</i> | <i>18</i> |
| ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА | 18 |
| <i>Общие теоретические основы электроаналитической химии</i> | <i>18</i> |
| <i>Потенциометрия.....</i> | <i>19</i> |
| <i>Вольтамперометрия</i> | <i>20</i> |
| <i>Кулонометрия</i> | <i>25</i> |
| <i>Иные методы (Биоэлектрокатализ).....</i> | <i>25</i> |
| ХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ..... | 26 |
| ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ | 30 |
| <i>Развитие теории методов, компьютерное моделирование.</i> | <i>30</i> |
| <i>Газовая хроматография</i> | <i>31</i> |
| <i>Высокоэффективная жидкостная хроматография</i> | <i>31</i> |
| <i>Бумажная и тонкослойная хроматография</i> | <i>33</i> |
| <i>Капиллярный электрофорез и родственные ему методы.....</i> | <i>34</i> |
| <i>Хромато-масс-спектрометрия</i> | <i>36</i> |
| СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ | 37 |
| <i>Методы атомного спектроскопического анализа</i> | <i>37</i> |
| <i>Методы молекулярного спектроскопического анализа</i> | <i>39</i> |
| <i>Рентгеновские методы.....</i> | <i>42</i> |
| МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ | 45 |
| ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА | 46 |
| МЕТОДЫ ЛОКАЛЬНОГО АНАЛИЗА И АНАЛИЗА ПОВЕРХНОСТИ | 47 |
| КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ | 47 |
| БИОХИМИЧЕСКИЕ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА..... | 48 |
| ТЕСТ-МЕТОДЫ | 54 |
| ПРОТОЧНЫЙ АНАЛИЗ. АНАЛИЗ В ПОТОКЕ | 55 |
| МИКРОЧИПЫ В АНАЛИТИКЕ | 58 |
| ОРГАНИЗОВАННЫЕ СРЕДЫ В АНАЛИЗЕ | 58 |
| НАНОАНАЛИТИКА | 59 |
| ИНЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ | 60 |
| АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ..... | 61 |
| АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ..... | 65 |

| | |
|--|------------|
| НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ, В ТОМ ЧИСЛЕ ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА И ПОЛУПРОВОДНИКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ | 65 |
| БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ..... | 68 |
| ПРИРОДНЫЕ И СИНТЕТИЧЕСКИЕ ВЕЩЕСТВА, ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ, ПОЛИМЕРЫ..... | 68 |
| БИОЛОГИЧЕСКИЕ И МЕДИЦИНСКИЕ ОБЪЕКТЫ, ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ..... | 71 |
| ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И КОРМА..... | 75 |
| ПРИРОДНЫЙ ГАЗ, НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ..... | 76 |
| ОБЪЕКТЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ | 77 |
| <i>Воды</i> | 77 |
| <i>Воздух</i> | 79 |
| <i>Почвы</i> | 79 |
| <i>Некоторые другие результаты прикладных исследований</i> | 80 |
| НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА | 83 |
| КНИГИ..... | 103 |
| СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРИСЛАВШИХ МАТЕРИАЛЫ В ОТЧЕТ | 104 |

В Научный совет РАН по аналитической химии в 2007 г. поступили отчеты из 67 институтов РАН, вузов и других организаций. Поступившие материалы, разделенные по различным направлениям аналитической химии и отредактированные председателями соответствующих комиссий совета, составили настоящий отчет. Некоторые разделы заканчиваются выводами, в которых оценены представленные работы, отражены их уровень и актуальность, указаны направления, на которые следует обратить больше внимания.

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Теоретические основы. Исследование равновесий. Новые реагенты

В Саратовском ГУ квантовохимическими методами *ab initio* изучено электронное строение ряда органических молекул (малоновый диальдегид, ацетилацетон, тиомалоновый альдегид, производные анилина, фенола и тиофенола; 8-гидроксихинолин, 8-меркаптохинолин, трополон) и перераспределение электронной плотности при образовании внутримолекулярной водородной связи, ВВС. По-видимому, ВВС не влияет на механизм хелатообразования органических соединений с ионами металлов, однако ее разрыв вносит вклад в энергетический эффект реакции. Изучены ВВС и молекулярная структура 2-нитрозофенола, *орто*-нитрозофталинов и их хинон-монооксимных таутомеров. Энергия образования ВВС для нитрозоформ выше, чем в случае оксимных таутомеров (за исключением 2-нитрозофенола). Рассчитаны химические сдвиги спектров ЯМР ^1H , ^{13}C , ^{15}N , ^{17}O ; оптимизированные геометрические параметры и химические сдвиги ПМР хорошо согласуются с экспериментальными данными. Установлено, что значения pK_a замещенных тиофенолов линейно коррелируют с зарядами на атоме серы и на группе SH, суммами зарядов на атомах заместителя и связанного с ним атома углерода ароматического кольца, энергиями высшей занятой молекулярной орбитали тиофенолов и тиофенолят-анионов.

В Уральском ГУ реакцией азосочетания получены комплексоны 4-N-(2-карбоксииэтил)-5-карбоксияминоазобензол-4'-сульфонат натрия и 4,6-ди-N,N-(2-карбоксииэтил)-аминоазобензол-4'-сульфо кислота. Охарактеризованы электронные спектры поглощения, предложены схемы кислотно-основных равновесий в водных растворах. Определены константы комплексообразования с ионами меди(II), выбраны условия спектрофотометрического определения меди.

В Удмуртском ГУ изучены гомо- и гетеролигандные комплексные соединения ртути (II) с моноаминными карбоксилсодержащими комплексоном и гидроксикарбоновыми кислотами; рассчитаны константы устойчивости. Предложена математическая модель для расчета равновесных концентраций частиц в многокомпонентных системах, содержащих полиядерные комплексы, комплексы со смешанными лигандами и металлами, а также протонированные и гидроксокомплексы.

На кафедре АХ СПбГУ исследованы реакции комплексов платины $[\text{PtCl}_2(\text{RCN})_2]$ (R = Me, Et, CH_2Ph , Ph) с тетраметилгуанидином и дифенилгуа-

нидином, определен состав и свойства продуктов. Проведено исследование реакционной способности координированных к платине(II) нитрилов RCN (R = Me, Et, CH₂Ph, Ph) и диметилцианамида по отношению к реакции циклоприсоединения оксазолиноксидов.

В Южном федеральном университете синтезирован трийодид 9-амино-10-метилакридиния, установлена его молекулярная и кристаллическая структура, оценена константа устойчивости, характеризующая способность галогенида органического катиона удерживать элементный иод. Получен дитрийодид параксилуленбис(тетрагидротиофения), C₁₆H₂₄I₆S₂. Методом РСА изучена его структура, выполнена оценка способности интергалогенида и трийодида серосодержащего органического дикатиона удерживать молекулярный иод.

В Кубанском ГТУ изучена ионизация лимонной кислоты в водном растворе в присутствии добавок сильной минеральной кислоты. В нейтральных, слабокислых и кислых растворах лимонная кислота существует либо в димерной, либо в тримерной форме. При добавлении соляной кислоты вначале происходит подавление ионизации полимерных форм, а затем - распад полимерных форм цитратов с образованием мономерных форм и диссоциация последних по первой ступени.

Метрология и стандартизация анализа. Разработка стандартных образцов состава

Метрология и стандартизация. Во ВНИИМ им. Д.И.Менделеева разрабатывается концепция национальной системы метрологического обеспечения (МО) для определения состава веществ и применения метода изотопного разбавления для масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС ИСП). Концепция определяет принципы и особенности системы МО, а также стратегические цели и пути ее совершенствования на краткосрочный период и до 2020 г. Рассматривается возможность применения метода изотопного разбавления для МС-ИСП при создании Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонентов в жидких средах. Наличие такого эталона позволит проводить аттестацию высокочистых неорганических и органических соединений на более высоком уровне точности; точнее определять неорганические и органические микропримеси в высокочистых веществах; осуществлять выпуск СО в ранге эталонов сравнения, в том числе СО с аттестованным изотопным составом, соответствующих международным метрологическим требованиям, для градуировки и поверки аналитических приборов и контроля точности определений, а также для обеспечения контроля выпускаемых СО; обеспечить участие ВНИИМ им. Д.И. Менделеева в ключевых и пилотных международных сличениях.

Разработаны проекты национальных стандартов и межгосударственных стандартов «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах»; «Газ природный. Руководство по отбору проб»; комплекс из 7 межгосударственных стандартов под общим наименованием «Газы горючие природные. Хроматографический метод определения компонентного состава»; «Газы горючие природные. Расчетный метод

определения объемной теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе».

Разработаны методики определения карбонилсодержащих веществ в воздухе населенных мест и рабочей зоны методом ВЭЖХ с использованием активного пробоотбора и ГСИ «Методы контроля соответствия серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением установленным метрологическим характеристикам».

В 2007 г. в рамках международных исследований, проводимых под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества, Международного комитета мер и весов и Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений, разработаны технологии приготовления высокоточных газовых смесей для градуировки аналитической аппаратуры: «Аммиак в азоте»; «Исследование количественной полимеразной цепной реакции (PCR)»; «Неорганические растворы (нитриты и нитраты)»; «Кислород в азоте»; «Диоксид углерода в воздухе»; «Гексан в метане»; «Ключевые сличения эталонов влажности»; «Ключевые сличения эталонных образцов природного газа». Завершена работа «Пилотные сличения в области измерения размеров частиц». Результаты исследований позволили увеличить число позиций измерительных и калибровочных возможностей высшей точности России в международной базе данных, представленной на сайте Международного бюро мер и весов www.bipm.org. В настоящее время общее число измерительных и калибровочных возможностей высшей точности в области физико-химических измерений, зарегистрированных на основе результатов исследований составляет 230 позиций.

На кафедре АХ СПбГУ предложен способ генерирования стандартных газовых смесей с заданной концентрацией летучих органических веществ в потоке газа-носителя на основе хроматомембранной газовой экстракции с применением композиционных угольно-фторопластовых матриц. Выявлены закономерности и разработана адекватная физико-химическая модель этого процесса. Доказаны преимущества предложенного способа по сравнению с традиционным барботированием и хроматомембранной газовой экстракцией на немодифицированных матрицах.

В Уральском ГЭУ аттестованы две методики определения антиоксидантной активности биологических объектов и антиоксидантной активности пищевых продуктов, продовольственного сырья, БАД и витаминов методом потенциометрии с применением анализатора МПА-1.

На кафедре ФАХ Томского ПУ проведена работа по стандартизации на уровне ГОСТ Р инверсионно-вольтамперометрических методик определения йода и витамина С в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Введены в действие ГОСТы «Продукты пищевые. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения концентрации йода»; «Продукты пищевые. Вольтамперометрический метод определения концентрации витамина С». Основным разработчиком является Томский ПУ при участии ФГУП ВНИИСагропродукт (г.Краснодар) и научно-производственного предприятия ООО «Эконикс-Эксперт».

Разработаны, метрологически аттестованы и прошли экспертизу методики «Лекарственные препараты. Вольтамперометрический метод определения

азитромицина дигидрата», «Сырье растительное, экстракты и напитки на его основе. Вольтамперометрический метод определения органических и неорганических форм селена» (селен от 0,01 до 1,0 мг/мл); «Вина виноградные, плодовые и виноматериалы. Методика определения лимонной кислоты методом потенциометрического титрования» (лимонная кислота от 0,1 до 5,0 мг/мл); «Биообъекты (волосы, ткани). Инверсионно-вольтамперометрический метод определения хрома» (хром от 0,005 до 5,0 мг/мл); «Волосы. Методика определения кальция методом амперометрического титрования» (от 0,1 до 20 мг/мл); «Биообъекты (волосы). Инверсионно-вольтамперометрический метод определения марганца, сурьмы и висмута».

Стандартные образцы. Во ВНИИМ им. Д.И.Менделеева в 2007 г. утверждено 98 новых типов эталонных материалов – стандартных образцов состава веществ. 10 типов эталонных материалов зарегистрированы в качестве Государственных стандартных образцов (ГСО). По 14 типам ГСО проведена процедура продления срока действия сертификата. Разработан ГСО гранулометрического состава (доломитовый порошок ДП10), предназначенный для проведения испытаний средств индивидуальной защиты органов дыхания на устойчивость к запылению; диапазон аттестованных значений размеров частиц от 1,5 до 18 мкм; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 7\%$. Создан новый тип ГСО массовой доли инертной пыли в диспергированном угольном порошке, предназначенный для контроля пожаро- и взрывоопасности в шахтах; диапазон массовой доли инертной пыли в диспергированном угольном порошке от 0,5 до 97%; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 3\%$.

Разработан новый тип эталонных материалов – СО гранулометрического состава на основе сферических частиц СМС-55, СМС-225, СМС-555, СМС-750, СМС-3000. Номинальные значения средних размеров частиц 55, 225, 554, 752, 3000 мкм соответственно; относительная погрешность аттестованного значения $\pm (4 - 1)\%$. СО предназначены для градуировки и поверки аэрозольных и гидрозольных счетчиков частиц, анализаторов размеров частиц.

В ИГХ СО РАН разработан и внесен в Государственный реестр РФ ГСО состава гранат-биотитового плагиогнейса ГБПг-1. В ГСО аттестованы содержания 51 элемента и компонента, для 11 даны ориентировочные значения содержаний.

В Уральском государственном техническом университете изготовлены, аттестованы и внесены в Государственный реестр СО состава растворов ниобия (V), тантала (V) и циркония (фторидные растворы), циркония (IV) и рутения (IV) (хлоридные растворы), рения (VII) и церия (III) (азотнокислые растворы). Образцы предназначены для метрологического обеспечения методов масс-спектрального, атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой и других видов анализа. Изготовлены, аттестованы и внесены в Государственный реестр СО удельной активности нуклидов плутония в закиси-окиси урана (СОУА Pu 10) и (СОУА Pu 100). Образцы предназначены для контроля погрешностей методик определения удельной активности радионуклидов плутоний-238 и плутоний-239 в уране и его соединениях. Продлены сроки действия типов и годности СО состава уранилфторида (СОУ Тс), СО удель-

ной активности нептуния –237 в закиси-окиси урана (COY Np), CO удельной активности плутония-239 в закиси-окиси урана (COY Pu) и CO состава растворов урана (VI) (комплект CO U). Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации признаны в качестве международных 4 типа CO: массовой доли ртути (комплект COРт), состава графита (комплект СОГ-21), состава графитовых коллекторов микропримесей (комплекты СОГ-24 и СОГ-37).

На кафедре неорганической и аналитической химии Удмуртского государственного университета созданы и метрологически аттестованы образцы для контроля показателей качества природной воды, которые могут быть использованы в аналитических лабораториях для целей внутрилабораторного контроля качества выдаваемых результатов и проверки стабильности градуировочных характеристик средств измерений. Образцы имитируют содержание основных компонентов природной воды – Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- и других. Аттестованы значения содержания компонентов, оценены их погрешности, погрешности от нестабильности и неоднородности материала.

Хеометрика, математизация и автоматизация методов анализа

Уральский ГЭУ. На основании методологии распознавания образов разработано программное обеспечение к вольтамперометрическому анализатору «ИВА-5», позволяющее осуществлять экспрессное определение сразу четырех элементов (Cu, Pb, Cd, Zn) в природных водах. Алгоритм обучения программы, позволяющий постоянно пополнять базу эталонов, способствует повышению точности анализа и расширению границ определяемых концентраций. Время анализа природной воды на содержание Cu, Pb, Cd и Zn составляет 3 минуты. Правильность анализа подтверждена результатами атомно-абсорбционной спектроскопии.

Кафедра АХ Омского ГУ. Исследована и сопоставлена адекватность разных способов компьютерного моделирования молекулярных спектров поглощения в УФ-области. Моделирование спектров многокомпонентных смесей вели, вводя нормально распределенные случайные погрешности при постоянном или переменном стандартном отклонении (s). Традиционный способ ($s = \text{Const}$) приводит к неадекватным моделям, а затем и к неточной расшифровке состава смеси по методу множественной линейной регрессии (МР). Хорошее совпадение с экспериментом наблюдается только при переменном значении s . Изучена применимость хеометрического метода проекции на латентные структуры (PLS) для анализа смесей органических веществ по их спектрам поглощения в УФ-области. При той же точности результатов метод PLS позволяет анализировать более сложные смеси (в частности, шестикомпонентные), а при анализе одной и той же смеси дает меньшие погрешности по сравнению с другими расчетными алгоритмами (МР, метод Фирордта).

ИГХ СО РАН. На основе теории информации, методов многомерного статистического анализа и статистики объектов нечисловой природы разработана модель расшифровки дуговых атомно-эмиссионных спектров как последовательного решения вычислительных и классификационных аналитических

задач. С использованием созданных табличных форматов представления справочных и экспериментальных спектральных данных разработаны алгоритмические описания:

- модели аналитического параметра (АП) спектральной линии с учетом ее спектрального окружения и хемометрического способа выбора оптимального варианта АП;

- регрессионных моделей, таких как: множественная линейная регрессия – МЛР (МНК- n), регрессия на главных компонентах (РГК) и проекции на латентные структуры (ПЛС), адаптированных к спектральным данным для построения градуировочных зависимостей различной размерности, рангового критерия для их сравнения и хемометрического способа выбора модели градуировки оптимального типа и структуры;

- оценок соответствия полученных результатов нормативам погрешности количественного или полуколичественного анализа.

Информационная модель использована при разработке интегрированного программного продукта для компьютерной обработки спектров "Автоматическая расшифровка дуговых эмиссионных спектров" (ИПП АРДЭС). Он ориентирован на обработку спектров, полученных по способам вдувания-просыпки и испарения из канала электрода порошковых проб и зарегистрированных многоканальными анализаторами МАЭС (ООО "ВМК-Оптоэлектроника", г. Новосибирск).

С использованием автоматизированного спектрального оборудования и технологии обработки спектров в ИПП АРДЭС разработана и аттестована методика атомно-эмиссионного анализа (АЭА) геологических образцов по способу вдувания-просыпки. Метрологические характеристики результатов определения 17 элементов соответствуют III-IV категориям Классификации методов лабораторного анализа по точности результатов. Методика использована для получения новых данных по геохимии пород и руд золоторудного месторождения "Погромное" (Восточное Забайкалье).

Автоматизация и компьютеризация прямого АЭА твердых природных образцов обеспечили улучшение метрологических характеристик результатов и пределов обнаружения аналитов, повышение достоверности первичной геохимической информации для различных этапов геолого-геохимических исследований, сохранив такие особенности визуальной интерпретации спектров как: многоэлементность (информативность), широкий диапазон определяемых содержаний, устойчивость к спектральным и неспектральным помехам, обусловленным изменением макро- и микросостава проб.

Кафедра АХ РХТУ им. Д.И. Менделеева. Представления нечеткой логики применены к анализу данных газохроматографического анализа водочной продукции российского производства. Используя величины степени истинности нечетких логических высказываний о составе объекта анализа, можно сделать предположение о марке сырья, из которого были изготовлены анализируемые образцы, и установить соответствие их требованиям действующих стандартов.

Кафедра общей и неорганической химии Саратовского ГУ. Метод Монте-Карло использован для разделения многокомпонентных смесей органической и неорганической природы. Количественный анализ смесей прово-

дился методами MILCA и SNICA, принадлежащими к весьма широкой категории методов анализа независимых компонентов (Independent Component Analysis, ICA) и "слепого" разделения источников (Blind Source Separation, BSS) по смесям произвольной природы. Базовая задача, решаемая ICA/BSS методами, состоит в определении индивидуальных (чистых) сигналов и их относительных вкладов по известным (измеренным) сигналам смесей (суперпозициям). В хемометрике данная задача возникает в контексте количественного безэталонного спектрального анализа (определении спектров и концентраций индивидуальных химических компонентов) по спектрам линейных смесей в условиях, когда ни число, ни характер компонентов априори неизвестны. Отличительными особенностями методов ICA/BSS является их истинный безэталонный характер, заключающийся, в частности, в отсутствии необходимости привлечения методов расчета чистых спектров (математических эталонов), а также применимость к данным спектроскопического эксперимента любого типа для количественного анализа.

Использованные методы базируются на декомпозиции смешанных сигналов по критерию минимума взаимной информации (меры "информационного родства") компонентов, а также (дополнительно в SNICA) - с условием неотрицательности чистых компонентов. Серией статистически репрезентативных экспериментов было показано, что по точности и производительности MILCA и SNICA успешно конкурируют, а в заметном числе случаев и превосходят специализированные методы хемометрики, в то же время представляя собой междисциплинарные инструменты с широкой областью применения с разносторонней аудиторией пользователей. Численные алгоритмы реализованы в виде программ для Windows и Linux с опциональным MATLAB интерфейсом и свободно доступны для использования в виде исходных кодов.

МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методы обнаружения и идентификации

В ИК СО РАН продолжены исследования по определению стехиографическим методом дифференцирующего растворения (ДР) малых концентраций фаз, присутствующих в анализируемых веществах в виде случайных примесей, побочных продуктов синтеза или специально вводимых добавок. Методом ДР исследовано около 30 систем и получены данные об изменении фазового состава образцов в процессах термо- и механохимической обработки, при воздействии реакционной среды в условиях катализа, при введении в состав катализаторов модифицирующих добавок и т.п. Объектами анализа были катализаторы, носители, сорбенты, другие функциональные материалы, а также природные минералы. Фазовый состав изучавшихся объектов был в той или иной степени неизвестным, поэтому применение для их анализа безэталонного метода ДР часто являлось единственно возможным и эффективным. Как правило, условия динамических процессов ДР реализовывались в режиме стехиографического титрования, что позволяло в каждом конкретном случае оптимизировать показатели селективности и эффективности этих процессов. Как правило, результаты ДР о качественном и количественном составе образцов согласовывались с данными РФА, ИК, электронной микроскопии высокого разрешения.

разрешения. Важнейшим результатом научных исследований, выполненных в 2007 году, можно считать приложение метода ДР для исследования механизма и кинетики твердофазных реакций, проходящих в многоэлементных многофазовых системах неорганической природы. Получены уникальные результаты при исследовании процессов в системе Mo-Te-V-Nb-O. В этой сложной системе, содержащей аморфные пространственно неоднородные фазы переменного состава, были количественно охарактеризованы сложные процессы образования и распада фаз, проходящие во времени и при программировании температуры. Получены кинетические зависимости, характеризующие превращение исходных, промежуточных и конечных фаз, а также данные о проходящих при этом изменениях стехиометрии фаз переменного состава.

Методы разделения и концентрирования

Сорбция

На кафедре АХ МГУ продолжены работы по синтезу и исследованию сорбционных свойств материалов с молекулярными отпечатками органических соединений. Синтезированы кремниевые золь-гель материалы с молекулярными отпечатками цефотаксима – цефалоспоринового антибиотика третьего поколения. В статических условиях установлено, что цефотаксим сорбируется лучше родственного препарата цефтриаксона. Методом термической радикальной полимеризации с использованием акриламида и метакриловой кислоты в качестве функциональных мономеров синтезированы новые материалы – полимеры с молекулярными отпечатками кверцетина и сульфаниламидов (сульфаниламида, сульфаметоксипиридазина, сульфаклорпиридазина и сульфаметоксазола). Проведена оценка удельной поверхности и сорбционных свойств новых сорбентов.

Разработана методика синтеза ормосилов – ксерогелей кремниевой кислоты с содержанием аминогрупп в интервале 0,5 – 15%. В статических и динамических условиях изучена сорбция флавоноидов (рутина, кверцетина и дигидрокверцетина), а также продуктов их окислительной конденсации. Для флавоноидов установлен смешанный механизм сорбции с преобладанием внутренней диффузии, для продуктов окислительной конденсации – смешанный механизм.

Исследована сорбция сульфаниламидов на сверхсшитом полистироле. Даны объяснения особенностей сорбции в зависимости от времени контакта фаз, кислотности раствора, природы и концентрации соединений. Показано, что сверхсшитый полистирол можно использовать для группового концентрирования сульфаниламидов. Разработана методика динамического концентрирования сульфаниламидов на микроколонке с последующим определением соединений в ацетонитрильном элюате спектрофотометрическим методом по реакции конденсации с *n*-диметиламинокоричным альдегидом.

Обнаружены неописанные ранее гетерогенные химические реакции, протекающие с участием концевых толуидиновых групп пенополиуретана (ППУ) и ароматических альдегидов и выявлены основные факторы, оказывающие влияние на хемосорбцию ароматических альдегидов на ППУ: кислотный состав водной фазы, время контакта фаз, концентрация вступающих в реакцию

веществ. Оптимизированы условия получения продуктов взаимодействия ППУ с бензальдегидом, 3-нитробензальдегидом, 4-нитробензальдегидом, 4-(N,N-диметиламино)бензальдегидом, 4-(N,N-диметиламино)коричным альдегидом и 4-гидрокси-3-метоксибензальдегидом. С применением спектроскопии диффузного отражения и ИК-спектроскопии обнаружены и интерпретированы полосы поглощения, свидетельствующие о химическом модифицировании этих полимеров. Обоснована схема хемосорбции ароматических альдегидов на ППУ; показано, что ППУ вступает в гетерогенные реакции конденсации с ароматическими альдегидами с образованием интенсивно окрашенных полимерных оснований Шиффа.

Для концентрирования анионов из растворов синтезированы (совместно с Кубанским ГУ) целлюлозные фильтры с четвертичными аммониевыми группировками. Содержание функциональных групп на фильтре составило 1 мМ/г. Изучена сорбция на этих фильтрах молибденовых гетерополикомплексов кремния и фосфора, а также арсената, хромата и ванадата.

В ГЕОХИ РАН с использованием ионных жидкостей (ИЖ) предложен новый способ получения «твердофазных экстрагентов», предназначенных для сорбционного концентрирования и извлечения микроэлементов из растворов сложного состава. Установлено, что путем закрепления фосфониевых ионных жидкостей на полимерных матрицах могут быть получены эффективные комплексообразующие «твердофазные экстрагенты» для избирательного концентрирования актинидных и благородных элементов из сильноокислых растворов. Выбраны наиболее перспективные матрицы и ИЖ для синтеза «твердофазных экстрагентов», определены условия закрепления ИЖ на твердой фазе и условия концентрирования актинидных элементов из 0,5–5 М азотной кислоты и благородных металлов из 1–3 М соляной кислоты.

В Уральском ГУ продолжено изучение сорбционных свойств полисилоксанов на основе смешанных оксидов кремния, алюминия и циркония состава: $(\text{SiO}_2)_2 \cdot \text{X} \cdot \text{SiO}_{1.5} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_n(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH})_{2-n}$, где при $n=0$ $\text{X}=\text{SiO}_2$ (**I**), Al_2O_3 (**II**) или ZrO_2 (**III**); при $n=1$ $\text{X}=\text{TiO}_2$ (**IV**). Все исследованные полисилоксаны являются оригинальными материалами, полученными в лаборатории синтеза органических соединений ИОС УрО РАН золь-гель методом. Изучена кинетика сорбции ионов меди(II), кобальта(II) и никеля(II) на этих сорбентах. Обработка кинетических кривых сорбции полисилоксанами **I-IV** показала, что механизм процесса довольно сложен.

В Иркутском ГУ в статическом и динамическом режиме исследованы сорбционные свойства материалов на основе диметилформамидных (ДМФА) растворов 2-метил-1,3,5-оксазепин – 4-тиона (МТ). В качестве твердого носителя использовали х/б ткань, марлю, фильтры с синей лентой и картон. Сорбирующие материалы готовились путём пропитки носителя раствором МТ в ДМФА. Исследовано влияние концентрации МТ, кислотности раствора на извлечение Cd, Au, Pd, Cu, Ag. Оценены ёмкостные и кинетические характеристики по отношению к Cu и Ag. Сорбционный материал на основе марли (патрон) в динамическом режиме обеспечивает полноту извлечения микроколичеств ионов меди и серебра при кислотности 1 моль/л. Извлекали медь и серебро из растворов, содержащих Ni, Co, Zn, с дальнейшим атомно-абсорбционным определением элементов в элюате. Возможность применения

сорбционного материала показана на примере анализа стандартных образцов руд.

На кафедре АХ Воронежской ГТА изучена сорбция равновесных компонентов газовых фаз искусственных пищевых ароматизаторов в тонкие пленки сорбентов различной природы. Установлен механизм взаимодействия в системах сорбат-сорбент, оптимизированы условия эффективной сорбции. Разработаны способы экстракционно-сорбционного концентрирования: гидрохинона с применением жесткого пенополиуретана (ППУ), модифицированного трибутилфосфатом; фенола, *n*-нитрофенола, нафтолов и их нитрозопроизводных эластичным и жестким ППУ, модифицированными растворами ПЭГ-20000 и Twin-40 в хлороформе, триоксиламина в гексане и триоктилфосфиноксидом.

В Томском ГУ достигнута совместимость аналитических реагентов с полиметакрилатной матрицей (ПММ) без потери прозрачности и способности вступать в аналитическую реакцию в твердой фазе с определяемым компонентом. На примере комплексообразования с ионами меди, свинца и ртути завершено исследование аналитических свойств дитизона и диэтилдитиокарбамината, иммобилизованных в полиметакрилатной матрице; предложены новые оптические чувствительные элементы для визуального и твердофазно-спектрофотометрического суммарного и селективного определения металлов (последнее достигается за счет обменных реакций в полимерной матрице). Рассчитаны условные константы устойчивости ряда комплексов металлов в ПММ с указанными реагентами.

Предложен механизм гетерофазного извлечения ионов металлов из водных сред с помощью волокнистого гидрофобного полиолефина, заключающийся в том, что при пропускании раствора через сорбент система переходит в метастабильное состояние в результате пересыщения, обусловленного отрицательной адсорбцией гидратированных ионов на границе раздела фаз «раствор - гидрофобный полимер» и «раствор-воздух». Следствием этого является образование гидрофобных частиц твердой фазы, состоящей из низкоразмерных частиц гидроксидов металлов; в зависимости от величины этих частиц происходит как механическое их задерживание (фильтрация волокнистым материалом), так и безынерционная флотация – адгезия гидрофобной частицы поверхностью пузырька воздуха с последующей адсорбцией гидрофобным сорбентом. Экспериментальные данные хорошо согласуются с предложенным механизмом. Фазовый состав осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, выделенного при сорбции ионов меди на полипропиленовом волокне/вате, определен методом рентгеновской дифракции.

В ИГЕМе РАН совместно с Орловским ГУ синтезирован новый класс полимерных комплексообразующих сорбентов (ПКС) - производных полистирол-2-окси- $\langle 1\text{-азо-1}\rangle$ -2'-оксибензола, имеющих во втором бензольном ядре различные по электронной природе пара- и орто-заместители. Исследованы физико-химические и аналитические свойства этих ПКС, сорбция свинца и цинка. Установлены корреляции между константами диссоциации (pK'_a) функциональной аналитической группой (ФАГ) сорбента и pH_{50} хелатообразования исследуемых элементов, между pK'_a и устойчивостью образуемых комплексов, pK'_a и зарядом атома кислорода комплексообразующей группы.

Разработаны сорбционно-вольтамперометрические методы анализа питьевых, природных и сточных вод.

Совместно с Курским ГУ в рамках изучения хемосорбции микроэлементов ПКС установлены корреляции между гидролитическими свойствами катиона элемента (pK гидролиза) и pH_{50} сорбции. Корреляции получены для катионов Fe^{3+} , VO^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} и сорбентов, синтезированных на основе аминополистирола и замещенных фенолов введением в полимерную матрицу структурного фрагмента, имеющего в орто-положении к фенольному гидроксилу кислотные группы различной структуры.

В Институте монокристаллов НАН Украины исследованы условия сорбционного удаления гуматов из природной воды, предшествующего визуальному или спектрофотометрическому определению перхлоратов (комплексы с тионином). Наиболее эффективным материалом для сорбции в динамическом режиме является $\gamma-Al_2O_3$, обеспечивающий 90 % извлечение гуматов из водных образцов.

Экстракция

На кафедре АХ МГУ исследована проточная экстракция 2-нитрозо-1-нафтолата кобальта в системе вода–толуол с термолинзовым детектированием в кварцевом микрофлюидном чипе со сложной формой сечения канала и модификацией части поверхности гидрофобными группами (октадецилсилан). Определены диапазоны стабильности поверхности раздела фаз при различных скоростях водной и органической фаз и оптимальные скорости обеих фаз для проведения экстракции, а также оптимальное место детектирования в микроканале. Для инициации переноса вещества через границу раздела фаз использовано резкое снижение скорости потока органической фазы при постоянной скорости водной фазы, что позволило сократить время определения и повысить чувствительность и воспроизводимость определения.

С целью расширения ассортимента доступных ионных жидкостей (ИЖ) исследована возможность получения новых ИЖ на основе анионов карбоновых кислот и катионов замещенного аммония/фосфония, в том числе содержащих дополнительные комплексообразующие центры. Оценены температура плавления, вязкость, полярность, растворимость в воде и другие свойства полученных ИЖ. Выбраны оптимальные условия извлечения некоторых ароматических соединений (фенолов, аминов и аминифенолов). Изучено влияние pH , времени контакта фаз, соотношения объемов фаз, присутствие электролита на степень извлечения. Сопоставление экстракционных свойств ИЖ со свойствами 1-октанола показало, что ИЖ на основе катионов четвертичного аммония – более эффективные экстрагенты, чем 1-октанол. Исследованы свойства новых ИЖ на основе замещенного аммония и диалкилимидазолия для извлечения ионов металлов. Определены условия эффективной экстракции ионов щелочных и щелочноземельных металлов в ИЖ в присутствии краун-эфира. Исследована зависимость извлечения металлов от различных факторов, изучен химизм экстракции. Показана принципиальная возможность использования гидрофильной водорастворимой ИЖ на основе диалкилпириди-

ния для извлечения ионов металлов в присутствии высаливателя, что позволяет существенно расширить число ИЖ, пригодных для экстракции.

Изучена сверхкритическая флюидная экстракция органических микропримесей из жидких и твердых фармацевтических препаратов и субстанций при использовании растворителей различной полярности.

На кафедре общей и неорганической химии Саратовского ГУ изучено экстракционное концентрирование ПАУ анионными ПАВ в кислой среде на основе «точки помутнения». Рассмотрены достоинства и недостатки данного метода. Изучены условия фазового разделения ряда анионных ПАВ (децилсульфата, додецилсульфата, додецилсульфоната, додецилбензолсульфоната натрия) в кислой среде. Показана возможность применения этих ПАВ для экстракционного концентрирования пирена и его производных из модельных водных растворов и их последующего флуориметрического определения в концентрате.

Показано, что моно и бислои додецилсульфата натрия способны эффективно солубилизировать аналиты из водной среды. В частности, сорбция нестероидных противовоспалительных препаратов (ибупрофена, напроксена, кетопрофена, фенпрофена) составляет до 97 %. В качестве оптимального растворителя для десорбции данных препаратов выбран метанол. В случае адмицелл степень извлечения выше, чем в случае гемимицелл, и для изученных препаратов превышает 80 %.

В Пермском ГУ исследована экстракционная система диантипирилметан (ДАМ) или его гомолог – бензойная кислота – HCl (H_2SO_4) – NH_4SCN – ион металла, в которой расплавом является органический реагент – бензойная кислота. Экстракция осуществляется при 353-358 К. Понижение температуры приводит к образованию твердой массы, в которой количественно находится экстрагируемый ион металла. Исследованы тройные системы вода – ДАМ (ПДАМ, ИБДАМ, ГДАМ) – органическая кислота на наличие области двухфазного жидкого равновесия. В качестве кислоты, кроме бензойной, рассмотрены салициловая, хлор-, дихлор- и бромбензойная кислоты. Изучено влияние соляной и серной кислот на фазовое состояние систем, а также межфазное распределение олова(II, IV), молибдена(VI), ртути(II), цинка, кадмия, кобальта(II) и других ионов металлов. По значениям $\text{pH}_{1/2}$ составлены ряды экстрагируемости хлоридных комплексов ионов металлов, установлен состав извлекаемых комплексов. Предложены уравнения экстракции ионов металлов, рассчитаны константы распределения и экстракции комплексов. Изучено межфазное распределение 12-ти редкоземельных элементов, а также скандия и иттрия в системе вода – антипирин – пирокатехин. Найдены условия их количественного извлечения, установлена линейная корреляция между $\text{pH}_{1/2}$ экстракции и радиусом ионов. На примере лантана и европия установлен состав извлекаемых комплексов. В качестве экстрагента для извлечения золота, кобальта и молибдат-аниона предложено использовать перхлоратную соль тетра(диэтиламино)фосфония. Синтезированы два новых реагента – нонил- и децилдиантипирилметан. Изучены их физико-химические свойства, а также распределение с их участием ионов ртути в керосин и хлороформ. Изучена растворимость пентаэритритов в четырехкомпонентной системе пентаэритрит, дипентаэритрит – формиат натрия – водно-органическая смесь при 75 и

90°C. Результаты исследований будут использованы в технологических расчетах для создания установки выделения дипентаэритрита из производственных потоков пентаэритрита на ОАО "Метафракс".

На кафедре химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета совместно с Электростальским политехническим институтом (филиалом) Московского института стали и сплавов показана возможность применения ацетонитрила для экстракции двухатомных фенолов из водно-солевых растворов для последующего определения методом обращенно-фазовой ВЭЖХ. Найдены оптимальные соотношения количеств ацетонитрила, воды и высаливателя $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в экстракционной системе.

Разработан новый экстракционный способ извлечения антиоксидантов фенольного типа из растительных масел. Использована экстракционная система, включающая изопропиловый спирт, воду и сульфат аммония в качестве высаливателя. Найдены оптимальные условия определения ионола в присутствии фенола и алкилфенолов в изопропанольном экстракте методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с УФ-детектором.

Изучена жидкостная экстракция гидрохинона, метола, фенола и формальдегида 1,4-диоксаном в присутствии сульфатов аммония и лития. Оптимизированы условия вольтамперометрического определения гидрохинона и метола в водном и неводном растворах. Предложена вольтамперометрическая методика раздельного определения микроколичеств метола и гидрохинона в экстракте и водном растворе.

Изучено влияние состава бинарных растворителей на экстракцию фенолов, определены коэффициенты распределения серии п-алкилфенолов между бинарной смесью типа неполярный растворитель – кетон, кетон-кетон и водной средой, получены полуэмпирические зависимости, описывающие коэффициенты распределения, найдены составы смешанных растворителей с выраженным синергетическим эффектом.

На кафедре АХ Воронежской ГТА оптимизированы условия экстракционного извлечения из водно-солевых растворов: α -аминокислот гидрофильными растворителями и их двух- и трехкомпонентными смесями; пищевых сульфазокрасителей, ванилина, этилванилина и ванилиновой кислоты смесями гидрофильных растворителей; антоцианового красителя водорастворимыми полимерами.

На кафедре АХ Воронежского ГУ предложен способ экстракционно-хроматографического выделения полифенольных соединений из рябины и косточек винограда. Разработана методика разделения и выделения флавоноидов методом тонкослойной хроматографии с использованием различных систем элюирования. Показано, что использование ТСХ, методов УФ- и ИК-спектроскопии позволяет идентифицировать соединения, относящиеся к флавоноидам.

В Кубанском ГТУ обнаружено, что в присутствии бензоата калия в водно-диоксановой смеси образуется трехфазная жидкостная система. Средний слой этой системы (на основе ионов калия, бензоата и диоксана) проявляет особые физико-химические свойства как экстрагент и аналитический реагент.

Мембранные методы

На кафедре АХ Воронежского ГУ разработан метод выделения и концентрирования основных аминокислот электродиализом с чередующимися биполярными и катионообменными мембранами. Получены зависимости коэффициента концентрирования от плотности тока, скорости подачи раствора и начальной концентрации аминокислоты. На первом этапе исследования получены коэффициенты концентрирования выше 40.

Саратовский ГУ. Исследованы транспортные свойства нанопермеационных мембран (порообразователи – полиоксиэтилированные нонилфенолы с различным числом ОЭГ) в условиях самодиффузии растворов. Показано влияние природы и концентрации примембранных растворов полиэтоксилатов на проницаемость и поток НПАВ через молекулярные сита. Рассчитаны коэффициенты диффузии, коэффициенты распределения и обмена, емкость мембран.

Кафедра АХ Воронежского ГУ. Разработан новый способ определения скачка потенциала на границе раздела фаз ионообменная мембрана/раствор, позволяющий оценивать концентрацию потенциалопределяющих ионов в фазах раствора и мембраны. На основе этого метода разработаны основы создания потенциометрических сенсоров для определения аминокислот в растворах. Разработан кондуктометрический метод измерений свойств гетерогенных мембран. Метод основан на контактном измерении импеданса двух и одной мембран с последующим их векторным вычитанием для определения истинной электропроводности. С помощью разработанной методики проанализированы опытные партии тонких гетерогенных ионообменных мембран МА-41 и МК-40 производства ОАО «Щекиноазот».

Электрохимические методы анализа

Общие теоретические основы электроаналитической химии

Уральский ГЭУ. Исследовано влияние микрорельефа твердой поверхности на структурную организацию металла-модификатора и его электрохимическую активность. На примере изучения процессов разряда-ионизации золота и висмута на твердой поверхности с разным микрорельефом установлены закономерности влияния микрорельефа твердой поверхности и способов модифицирования электродов на структурную организацию и электрохимическую активность металла-модификатора. Установлено, что наиболее электрохимически активные ультрамикро- и наноструктуры металла-модификатора образуются из соединений, иммобилизованных на микронеоднородной и дефектной графитсодержащей поверхности. С уменьшением размера частиц металла-модификатора возрастает электрохимическая активность электрода, а также улучшаются показатели вольтамперометрического определения элементов (предел обнаружения, нижняя граница определяемых концентраций, воспроизводимость и правильность результатов анализа, экспрессность). На основе микроскопического и электрохимического изучения свойств электродов установлена взаимосвязь аномальных явлений («обратный» ток) с образованием пассивирующей пленки на поверхности металла-модификатора с низкой элект-

трохимической активностью. Предложены способы модифицирования электродов, исключая образование пассивирующей пленки и улучшающие электроаналитические показатели электродов.

Потенциометрия

Кафедра АХ Казанского ГУ. Разработаны твердо-контактные пленочные электроды на основе нейтральных ионофоров на тиакаликсареновой платформе и полианилина, получаемого путем электрополимеризации на графитовых и стеклоуглеродных электродах. На примере тетрапроизводных с морфолидными, гидразидными, пирролидиновыми фрагментами в заместителях нижнего обода определена потенциометрическая селективность сигнала в отношении ионов переходных металлов. Установлена возможность определения 10 нМ - 100 мкМ ионов серебра в присутствии 10000-кратных количеств других ионов, за исключением ионов ртути (II) и железа (III). Селективность сигнала определяются конформационной подвижностью заместителей и природой азотсодержащего фрагмента в них. Разработаны методики определения серебра в воде и лекарственных препаратах «Аргосульфам» и «Серебро-сульфадиазин».

Кафедра АХ МГУ. С использованием ИСЭ на основе ионообменников определена растворимость в воде десяти ионных жидкостей (ИЖ) различной природы: на основе катионов диалкилимидазолия, алкилпиридиния, тетраалкиламмония и тетраалкилфосфония. Обнаружено, что в ряду имидазолиевых ИЖ природа аниона влияет на растворимость в большей степени, чем изменение длины алкильной цепи в катионе. При переходе от ИЖ, содержащих катионы замещенного имидазолия или пиридиния, к ИЖ на основе катионов фосфония или аммония также обнаружено существенное снижение растворимости. Ионометрически обнаружены процессы ассоциации в водных растворах ИЖ; в области высоких концентраций ИЖ найдена концентрация, при которой наблюдается нарушение линейной зависимости $E - pC$ и показано, что ее значение определяется природой катиона. Полученные значения подтверждены кондуктометрически. Ионная жидкость салицилат триоктилметиламмония, отличающаяся низкой растворимостью в воде, использована в качестве мембраноактивного соединения ИСЭ на салицилат-ион.

Уральский ГЭУ. Предложен потенциометрический метод с использованием медиаторной системы для определения интегральной антиоксидантной активности природных, биологических и синтетических объектов. Дано термодинамическое обоснование использования потенциометрического метода для исследования антиоксидантной активности объектов. Выбрана медиаторная система, удовлетворяющая термодинамическим и кинетическим требованиям, необходимым для взаимодействия окисленного компонента медиаторной системы с антиоксидантами исследуемых образцов, обеспечивающая максимальный аналитический отклик. Выбран материал индикаторного электрода, исследована кинетика реакции антиоксидантов биообъектов с окисленным компонентом медиаторной системы; оценена антиоксидантная активность различных фенолов и полифенолов, модифицированных гетероциклами, такими как пиримидин, 1,2,4-триазин и их азолоанелированные производные.

РХТУ им. Д.И. Менделеева. Для решения ряда аналитических задач необходимо развитие электрохимических методов определения нейтральных электрохимически неактивных органических соединений. К таким соединениям относятся, в частности, аминогликозидные антибиотики гентамицин, амикацин, канамицин. Их определение – трудная задача для электроаналитической химии. Особенностью аминогликозидов является относительно большая доля гетероатомов в таких группировках как -ОН, -NH₂, -COOH (в гентамицине, амикацине и др.); то есть эти соединения представляют собой комплексообразующие реагенты. Предложено использовать растворы металлов в качестве реагентов для избирательного взаимодействия с такими соединениями. Последующее определение полученного заряженного соединения можно провести ионометрическим методом. Спектрофотометрическим методом изучено комплексообразование гентамицина с медью (II), определены оптимальные условия образования комплекса и установлен его состав – 1:1. Синтезировано электродноактивное соединение – ионный ассоциат из комплекса гентамицина с медью и гидрофобного аниона – тетрафенилбората, тетракис(п-хлорфенил)бората и тетракис(п-фторфенил)бората. На основе ионных ассоциатов приготовлены пластифицированные мембраны ИСЭ для определения гентамицина. Лучшие результаты получены при использовании тетракис(п-хлорфенил)бората натрия. Электродная функция линейна в интервале концентраций гентамицина $5 \cdot 10^{-2} - 10^{-4}$ М. Наклон электродной функции составляет 24 мВ.

Уральский ГУ. На основе ниобатов с перовскитоподобной ($Ba_3ZnNb_2O_9$, $Ba_3CuNb_2O_9$ и $Pb_3ZnNb_2O_9$) и пироклорной ($Pb_{1-x}Ca_xNb_2O_7$, $Sr_{2-x}Cu_xNb_2O_7$ и $Pb_{5-x}Sr_xNb_4O_{15}$) структурами сконструированы, аттестованы и апробированы в потенциометрическом анализе новые ИСЭ для определения свинца, меди и цинка. ИСЭ с мембранами на основе ниобатов $Pb_{1,9}Ca_{0,1}Nb_2O_7$, $Pb_{1,8}Sr_{0,2}Nb_2O_7$ и $Sr_{1,8}Cu_{0,2}Nb_2O_7$ рекомендованы как индикаторные для определения ионов свинца и меди методами прямой потенциометрии (интервал линейности электродной функции $10^{-4} - 10^{-1}$ моль/л) и потенциометрического титрования. В качестве титранта в осадительном титровании свинецсодержащих растворов пригоден раствор сульфата калия, для медьсодержащих – раствор гексаацаноферрата (II) калия.

Кафедра АХ Томского ГУ. Разработаны методики дифференцированного потенциометрического определения железа(III) и меди(II) из одного раствора, а также серебра(I) и меди(II), тоже из одного раствора.

Вольтамперометрия

Кафедра АХ Казанского ГУ. Обнаружена электрокаталитическая активность электрода, покрытого пленкой гетеровалентного оксида-цианида рутения, при электроокислении гентамицина в кислой среде. Электрокаталитический эффект на ХМЭ по сравнению с немодифицированным электродом проявляется в уменьшении перенапряжения и увеличении тока окисления этого соединения. Модифицированный электрод использован для вольтамперометрического определения антибиотика в стационарных и в проточных условиях. Линейная зависимость аналитического сигнала в условиях проточно-

инжекционного анализа от концентрации гентамицина наблюдается в широком интервале концентраций: от 0,01 до 5,0 мкМ. Предел обнаружения составляет 5,0 нМ.

Установлено, что использование электрода, покрытого пленкой из нафтона с включенными частицами золота, позволяет проводить селективное определение дофамина (ДА) в присутствии аскорбиновой и мочевой кислот. Определены условия регистрации максимального каталитического тока. Частицы золота, электроосажденные на графитовом электроде, проявляют электрокаталитическую активность при окислении ДА. Нафтоновая пленка способствует концентрированию дофамина на поверхности электрода. Анионы аскорбиновой и мочевой кислот электростатически отталкиваются от катионообменной пленки и не мешают определению ДА, то есть нафтоновая пленка улучшает селективность определения ДА. Предложен способ вольтамперометрического определения ДА. Линейная зависимость величины электрокаталитического отклика электрода от концентрации ДА наблюдается в интервале от 5×10^{-3} до 1×10^{-8} М. Установлена возможность использования этого модифицированного электрода для определения дофамина в условиях проточно-инжекционного анализа в интервале концентраций от 2,5 мкМ до 5 пМ с пределом обнаружения 2 пМ.

Сопоставлена электрокаталитическая активность частиц палладия, осажденных на поверхности высокоориентированного пирографита (ВОПГ) или на ВОПГ, покрытом поливинилпиридиновой (ПВП) пленкой, при электроокислении щавелевой кислоты. На электроде, покрытом композитом Pd-ПВП, получен большой каталитический эффект по сравнению с электродом из ВОПГ, модифицированным осадком палладия, что связано с уменьшением размера частиц и увеличением степени дисперсности кристаллитов палладия на полимерной плёнке. С уменьшением размера осажденных частиц палладия каталитическая активность металла увеличивается. Исследование морфологии поверхности модифицированных электродов, распределения по размерам наночастиц палладия проведено *совместно с сотрудниками лаборатории физики и химии поверхности Казанского физико-технического института РАН*.

Найдены условия вольтамперометрического определения серосодержащих (цистеина, метионина, глутатиона, унитиола, липоевой кислоты и инсулина), жирорастворимых (α -токоферола и ретинола) антиоксидантов и производных бензилизохинолина на стационарных электродах из углеродистых материалов, в том числе модифицированных многослойными углеродными нанотрубками. Применение модифицированных электродов позволяет в ряде случаев понизить нижнюю границу и расширить диапазон определяемых содержаний исследуемых соединений. Предложены соответствующие схемы реакций. Установлены нижние границы определяемых содержаний и диапазоны линейной зависимости тока окисления от концентрации аналитов в растворе. Проведено их определение в модельных растворах. Величина s_T составила 0,01-0,07. Разработаны способы вольтамперометрического определения метионина, липоевой кислоты, унитиола, инсулина, α -токоферола, ретинола, папаверина и дротаверина в фармпрепаратах. Данные вольтамперометрии хорошо согласуются с результатами кулонометрического определения.

Разработаны способы получения гибридных покрытий на основе полианилина и мономерных и полимерных форм фенотиазиновых красителей (ме-

тиленовый синий, метиленовый зеленый). В зависимости от условий электрополимеризации и состава электролита образуются моно- или многослойные покрытия с включениями мономерных красителей, отличающиеся по рН-зависимости электрохимической активности и электрокаталитическим свойствам. Электроды, модифицированные гибридными покрытиями, позволяют проводить вольтамперометрическое определение аскорбиновой кислоты и гидрохинона в интервале концентраций 0.1 мкМ - 10 мМ с повышенной селективностью в отношении легко окисляющихся фенолов и низкими рабочими потенциалами измерения сигнала. Проведение полимеризации на электродах, модифицированных физически адсорбированной нативной ДНК, повышает эффективность связывания мономерной формы метиленового синего. Это позволило получить устойчивый амперометрический сигнал в широком интервале рН (2-11) и регистрировать изменения редокс-потенциала, обусловленного наличием в растворе окисляющихся органических кислот и ароматических спиртов в интервале их концентраций 10 мкМ - 10 мМ. Величина сигнала и равновесный потенциал сенсора зависят от концентрации ДНК и метиленового синего, что позволило предложить безреагентный сенсор для определения 0.1 - 100 мг нативной ДНК в искусственной сыворотке крови. Изучено влияние на электрохимические характеристики гибридных покрытий полианилин – полифенотиазины лекарственных препаратов противоракового действия антрациклинового ряда, поверхностно-активных веществ, сывороточных белков.

Кафедра АХ МГУ. Изучено окисление природных (адреналин, допамин) и синтетических (добутамин) катехоламинов на модифицированных ИЖ печатных электродах и установлено, что предварительное накопление катехоламинов при нулевом потенциале приводит к существенному увеличению аналитического сигнала, очевидно, в результате экстракции субстрата в ИЖ. Показано, что фталоцианат Со(III) в составе модифицирующей пасты катализирует процесс окисления катехоламинов – снижается потенциал окисления, возрастает величина анодного тока. На примере допамина показана возможность вольтамперометрического определения катехоламинов в широком концентрационном диапазоне.

Система автоматической замены растворов без размыкания электрохимической цепи применена для исследования методом циклической вольтамперометрии особенностей протекания процессов разряда и ионизации Cd(II) в организованных молекулярных средах на основе мицеллообразующего анионного ПАВ додецилсульфата натрия. Установлена возможность устранения мешающего влияния посторонних органических веществ (на примере алифатических спиртов, неионогенного ПАВ Тритон X-100, гексана) на регистрируемые аналитические сигналы.

Уральский ГЭУ. Изучено влияние наночастиц на культуру клеток саркомы человека. Установлено, что раковые клетки поглощают наночастицы $MgFe_2O_4$ (~30 нм), полученные газовой фазой методом и покрытые декстраном. С использованием метода инверсионной вольтамперометрии определено количество наночастиц, поглощенных раковыми клетками. Показано, что наночастицы при концентрации 1 мкг/мл не оказывают заметного токсического влияния на раковые клетки.

РХТУ им. Д.И. Менделеева. Исследована возможность определения антибиотиков класса аминогликозидов – гентамицина и амикацина – методом вольтамперометрии на границе раздела двух несмешивающихся растворов электролитов (ГРДНРЭ). Органической фазой служил 10^{-2} М раствор тетрадециламмония тетраакс(п-хлорфенил)бората в о-нитрофенилоктиловом эфире; в качестве фона неорганической водной фазы использовали 10^{-2} М раствор сульфата лития. Изучен перенос амикацина в форме сульфата методом вольтамперометрии на ГРДНРЭ. Установлено, что перенос амикацина наблюдается при рН 8,5-8,7. В этих условиях получена линейная зависимость тока переноса от концентрации амикацина в интервале 10^{-5} – 10^{-4} М; нижний предел обнаружения составляет $8 \cdot 10^{-6}$ М.

Кафедра АХ СПбГУ. В развитие нового комбинированного безэталонного метода анализа с интегрированием заряда по формуле Мейтса показана его применимость для одновременного определения в водных средах меди, кадмия, свинца и цинка с предварительным электролитическим отделением меди. Дано теоретическое обоснование экспрессного варианта комбинированного безэталонного электрохимического метода с интегрированием заряда с помощью кулонометрической константы. Показана применимость экспрессного варианта метода к анализу водных растворов на примере определения ионов ртути и свинца.

Институт монокристаллов НАН Украины. Обобщены результаты вольтамперометрических исследований, проведенных с целью разработки методов определения свинца в интервале 10^{-3} – 10^{-10} моль/дм³. Варьирование режимов полярографирования, предполагающих использование различных ртутных электродов, в сочетании с использованием различных механизмов электродных процессов, а также комплексообразования и окислительно-восстановительных взаимодействий в растворе позволило разработать высокочувствительные и точные методики определения свинца как микропримеси, легирующей добавки, основного компонента в некоторых функциональных материалах и токсиканта в объектах окружающей среды.

С целью устранения влияния галлия, проявляющего электроактивность в большинстве фоновых электролитов, на результаты вольтамперометрического определения в нем примесей тяжелых металлов исследовано электрохимическое поведение галлия в растворах кислот (HNO_3 , H_2SO_4 , HCl), используемых для его растворения. Минимизации влияния матрицы можно достигнуть за счет необратимости электрохимического процесса окисления галлия в растворе хлороводородной кислоты на стационарном ртутном электроде клапанного типа (РЭКТ) при использовании переменноточковой вольтамперометрии. Выбраны оптимальные условия поляризации электрода и регистрации вольтамперных кривых, исключая взаимное влияние определяемых элементов, а также влияние галлия на результаты определения меди за счет образования интерметаллических соединений. Показано, что для определения средних содержаний меди и свинца ($n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-2}$ % мас.) эффективным оказалось использование РЭКТ в однокпельном режиме полярографирования, а для определения микропримесей указанных элементов ($1 \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-4}$ мас. %) – в режиме накопления.

Кафедра ФАХ Томского ПУ. Методом инверсионной вольтамперометрии исследованы наноструктурные бинарные сплавы «палладий – золото», полученные методом электроосаждения из хлоридных растворов. Установлена фазовая структура сплава – твердый раствор с неограниченной растворимостью компонентов. Из термодинамических измерений ЭДС определены коэффициенты активности компонентов сплава. Предложено уравнение, описывающее потенциалы пиков электроокисления палладия и золота из бинарного сплава.

Исследованы процессы электровосстановления тетраоксида осмия и электроокисления осадков осмия с электрода при использовании фонового электролита, содержащего пероксид водорода. В катодном процессе пероксид водорода действует как окислитель, что способствует возникновению электрокаталитического процесса. В анодном процессе в присутствии пероксида водорода на вольтамперной кривой появляется «обратный» пик, ток которого пропорционален концентрации тетраоксида осмия в растворе. Сделано предположение, что «обратный» пик представляет собой пик восстановления кислорода.

Изучена адсорбционная составляющая в процессах электроокисления и электровосстановления на электродах различных типов антибиотикамакролида азитромицина дигидрата. Проведены расчеты параметров адсорбции для процессов электроокисления азитромицина на стеклоуглеродном электроде и электровосстановления этого соединения на ртутно-пленочном электроде.

Аналитическая лаборатория ИХХ СО РАН. Показана перспективность наноструктурированных композиционных материалов на основе терморасширенного графита, модифицированного нанодисперсным золотом, для изготовления электродов и датчиков для инверсионно-вольтамперометрического определения неорганических и органических соединений ртути. По сравнению с известными углеродсодержащими сенсорами, сенсор на основе композитных наноуглеродных материалов отличается более высокой (приблизительно на порядок величины) чувствительностью и избирательностью по отношению к неорганическим (Hg^{2+}) и органическим (метилованным) ионам ртути, что в перспективе позволит разработать методики определения химических форм ртути в природных водах с пределами обнаружения $\sim 0,05$ мкг/л, что на порядок ниже уровня ПДК (0,5 мкг/л).

Кафедра стандартизации, сертификации и аналитического контроля Кубанского ГТУ. Проведено поисковое исследование электрохимического поведения системы «никель(II), кобальт(II) – эриохромовый черный Т» в режиме адсорбционной катодной инверсионной вольтамперометрии на ртутном пленочном электроде со стеклоуглеродной подложкой при различных временах накопления и при условии избытка лиганда по отношению к ионам металлов. Обнаружено, что ионы никеля(II) вызывают лишь расщепление и смещение к менее отрицательным потенциалам аналитического сигнала лиганда в интервале потенциалов от $-0,5$ до $-1,0$ В (отн. н.к.э.). Подобный эффект был отмечен и для ионов кобальта(II). Наблюдаемые эффекты, скорее всего, связаны с электрокаталитическим влиянием указанных ионов металлов на разряд самого лиганда на пленочном стеклоуглеродном электроде.

Кулонометрия

ГЕОХИ РАН. Разработаны новые и модернизированы разработанные ранее методики определения платины и золота с погрешностью и воспроизводимостью на уровне десятых долей процента с использованием автоматизированного кулонометра ПИК-200 (НПО «Маяк»). Проведено тестирование установки ПИК-200 и даны рекомендации разработчикам по усовершенствованию ее аппаратной и программной частей для расширения возможностей прибора при определении благородных элементов.

Кафедра АХ Казанского ГУ. Установлено, что левомецетин не взаимодействует с электрогенерированными галогенами в условиях гальваностатической кулонометрии. Реакция восстановленной формы левомецетина протекает стехиометрично только с электрогенерированным бромом в соотношении 1:2. Разработан кулонометрический способ определения левомецетина в лекарственных формах. Величина относительного стандартного отклонения составила 0,03-0,06.

Иные методы (Биоэлектрокатализ)

Кафедра АХ МГУ. На основе проводящих и электроактивных полимеров созданы промоторы прямого биоэлектрокатализа ферментами гидрогеназами. Для этого предложено использовать проводящие и электроактивные полимеры, содержащие в своей структуре аналоги субстрата включаемого в биоэлектрокатализ фермента. Для повышения эффективности биоэлектрокатализа гидрогеназами использованы полимеры, содержащие виологеновые группы. Виологен-замещенный полианилин был синтезирован путем электрохимической сополимеризации анилина и виологен-замещенного анилина. С использованием в качестве промотора виологен-замещенного полипиррола удалось включить в биоэлектрокатализ большую (четырёхсубъединичной) NADP-зависимую гидрогеназу из *Pyrococcus*. Эта гидрогеназа, кроме активности в регенерации NADP, характеризуется суперстабильностью и супертермофильностью.

Кубанский ГУ. Проведены исследования электрохимического поведения органических соединений на границе раздела фоновый электролит – поверхность твердого электрода и фоновый электролит – модифицированная поверхность стеклоуглеродного электрода для обоснования выбора модифицирующего агента или медиатора при создании высокочувствительных вольтамперометрических сенсоров. Изучены особенности формирования аналитических сигналов и электрохимического поведения диметилглиоксима (ДМГ) и диметилглиоксимата никеля на поверхности стеклоуглеродного электрода. Восстановление ДМГ протекает при потенциале $-1,35$ В. При введении никеля наблюдается появление пика при потенциале $-1,10$ В. Сигнал пропорционален концентрации никеля и может быть использован для его определения. Предложен механизм электрохимического процесса, заключающийся в образовании на поверхности стеклоуглеродного электрода малорастворимого со-

единения, на котором происходит восстановление ионов водорода. Изучены различные способы электрохимической регенерации поверхности стеклоуглеродного электрода и влияние посторонних ионов на результаты определения никеля.

Как и в предыдущий период, материалы по итогам работы в области электрохимических методов анализа предоставили организации, традиционно проводящие исследования в этой области. Наиболее значимые направления исследований и разработок, итоги которых периодически публикуются в реферируемых журналах, связаны с созданием электрохимических сенсоров и биосенсоров на различные субстраты и токсиканты. Среди них преобладают органические соединения, в том числе важные в биомедицинском аспекте. Из основных достижений, соответствующих мировому уровню развития ЭМА, можно отметить следующее:

- оценка влияния микрорельефа модифицирующей поверхности и размерности частиц модификатора в сенсорной части на амперометрический отклик (в том числе и каталитический, и в условиях ИВА);*
- новые твердоконтактные пленочные и другие электроды с потенциометрическим откликом на основе ионофоров;*
- новые наноструктурированные композитные материалы, использование ионных жидкостей как модификаторов в вольтамперометрии;*
- определение антиоксидантов, биогенных аминов и родственных соединений и оценка антиоксидантной ёмкости биосред;*
- новые подходы в организации потенциометрического отклика на антибиотики и новые мембранные материалы для ИСЭ;*
- новые электроактивные полимеры для биосенсоров и ряд других разработок.*

Химические сенсоры

В 2007 году продолжались работы по созданию химических сенсоров различных типов и применению сенсоров для решения различных аналитических задач. Если говорить о существующих тенденциях в мире в развитии сенсоров, то прежде всего следует указать на интенсивные работы по созданию микроэлектронных биосенсоров и микроэлектронных устройств типа Lab-on-Chip (лаборатория на чипе), где сенсоры используются на стадии детектирования. Сочетание микроэлектронных биосенсоров с микрофлюидными устройствами, с Lab-on-Chip или μ -TAS (μ -Total Analysis System) служат целям медицинской диагностики (раковые заболевания, ревматизм, кардиология), идентификации лекарств, микробиотехнологии и пр. При этом в данном процессе участвуют как исследовательские коллективы, так и многочисленные микроэлектронные фирмы, что сулит значительный прогресс в данной области. Так, мировой рынок создания микроэлектронных систем для биотехнологии оценивается в \$10 миллиардов (mstnews, No 1/08 February 2008, p.8). К сожалению, в нашей стране уровень развития микроэлектроники не позволяет в настоящее время проводить аналогичные работы.

Другой тенденцией в развитии сенсоров является снижение нижних пределов обнаружения веществ (вплоть до 10^{-10} моль/л), и здесь следует отметить работы, проводимые в нашей стране (см. данный отчет), которые дают более

совершенные и принципиально другие результаты по сравнению с иностранными публикациями.

Следует отметить еще одну тенденцию – это создание сенсорных систем типа «электронный нос» и «электронный язык» на основе слабоселективных сенсоров и математических методов распознавания образов (искусственные нейронные сети и пр.). В этом направлении в нашей стране достигнут заметный прогресс (см. отчет), признанием которого является проведение в 2007 г. очередного международного симпозиума ISOEN-2007 (электронный нос и электронный язык) в России (Санкт-Петербург, СПбГУ, 3-5 мая 2007 г.). На симпозиуме были представлены 130 докладов учеными из 27 стран, в том числе 29 докладов с участием российских ученых.

Информация о некоторых исследованиях в области химических сенсоров приводится ниже.

Кафедра АХ МГУ. Путем иммобилизации фермента лактатоксидазы на поверхности планарных электродов, модифицированных Берлинской лазурью, были созданы биосенсоры для определения лактата. Электроды модифицировали Берлинской лазурью по специально разработанной методике без наложения поляризации. Для предотвращения инактивации лактатоксидазы отрицательно заряженными группами перфторсульфонового полимера фермент защищали положительно заряженным водорастворимым хитозаном. Полученные биосенсоры тестировали в проточно-инжекционной системе. По пределу обнаружения ($1 \cdot 10^{-6}$ М) разработанные биосенсоры превосходят все известные аналоги.

СПбГУ, кафедра радиохимии. Ведутся работы по созданию наноразмерного сенсора для низкотемпературных топливных элементов. Предложено использовать молекулы красителей в качестве чувствительного элемента сенсора параметров, определяющих эффективность топливного элемента с протоно-обменной мембраной. В качестве топлива в этом элементе используют водно-метанольную смесь. Установлено, что красители с различным строением молекулы (трифенилметановые соединения, diaзосоединения и нитропроизводные фенола) могут давать отклик либо преимущественно на концентрацию протонов, либо на концентрацию протонов и метанола одновременно. Изучена чувствительность конкретного представителя каждого из трех упомянутых семейств красителей к концентрации протонов и к концентрации метанола.

Разработаны сенсоры для измерения в потоке и сенсорные системы на основе таких сенсоров (электронный язык) для определения ионов тяжелых металлов в сточной воде. Созданы новые полимерные химические сенсоры для определения ряда анионов органических кислот (уксусной, щавелевой, молочной, винной, янтарной, лимонной и др.) в индивидуальных растворах и смесях друг с другом и неорганическими компонентами. Разработаны мульти-сенсорные системы на основе новых сенсоров, позволяющие количественно определять содержание нескольких органических кислот одновременно, в том числе в реальных объектах, например, в биотехнологических растворах или пищевых продуктах. Мультисенсорные системы (электронный язык) успешно применены для одновременного определения ионов нескольких тяжелых металлов на уровне сверхнизких активностей (нанограммы в литре) в природной

(пресной и морской) и питьевой воде. Разработана методика одновременного определения цинка, меди, свинца, кадмия на этом уровне активностей. Химические сенсоры и мультисенсорные системы типа «электронный язык» применены для анализа коровьего молока с целью раннего определения воспалительных заболеваний (мастит) у коров. Установлена способность «электронного языка» в режиме реального времени интегрально количественно и качественно оценивать состав молока и распознавать здоровое и маститное молоко. Точность определения мастита составляет 95 %, что намного превосходит возможности методов, основанных на измерениях электропроводности.

СПбГУ, кафедра физической химии Разработаны новые материалы – оксигалогенидные щелочносиликатные стекла – для изготовления мембран высокоселективных потенциометрических датчиков. Разработаны и внедрены технологии и технологический комплекс оборудования для изготовления стеклянных рН-метрических электродов и электродов сравнения. Заключен договор на передачу научно-технической продукции с целью организации производства стеклянных электродов на ФГУП «Аналитприбор», г. Смоленск. Показана целесообразность введения фтора в практически значимые многоалюминатные малощелочные электродные стекла с целью улучшения их технологических свойств, синтезированы щелочносиликатные галогенсодержащие материалы для стекол, позволившие изготовить высокоселективные натрий-чувствительные электроды. Макеты электродов успешно испытаны на промышленных установках.

Установлено, что путем гальваностатической поляризации ионоселективных электродов с мембранами на основе ионофоров значительно расширяются их возможности. Преимуществом такой электрохимической обработки электродов по сравнению с известным химическим методом (применением буферных агентов) является облегчение их адаптации к конкретным условиям измерений. На очереди – установление количественной взаимосвязи между условиями гальваностатической поляризации и последующей величиной электродного потенциала при низкой (10^{-6} - 10^{-10} моль/л) концентрации ионов в растворе, а также разработка соответствующей процедуры измерений, которая придет на смену классической потенциометрии "нулевого тока".

Уральский ГЭУ. Разработаны новые способы поверхностного модифицирования графитсодержащих электродов, включающие приемы поверхностного синтеза модификаторов неорганической и органической природы. Предложен способ формирования ансамблей ультрамикро- и наночастиц металлов путем восстановления ионов металла из соединений, локализованных на графитсодержащей поверхности. Испытание толсто пленочных графитсодержащих электродов с ультрамикро- и наночастицами - модификаторами показало улучшение аналитических и метрологических показателей вольтамперометрического определения элементов: предела обнаружения, нижней границы определяемых концентраций, воспроизводимости и правильности результатов анализа, экспрессности. Положительными свойствами этих электродов являются экологическая безопасность, обусловленная отсутствием токсичной металлической ртути, а также длительный срок службы без изменения электрохимических показателей.

Разработана технологии изготовления нового поколения экологически безопасных углеродсодержащих стрип-сенсоров на основе нетоксичных соединений фосфата висмута(III). Сенсоры полностью удовлетворяют жёстким экологическими нормам, действующим в Европе. Пределы обнаружения ионов тяжелых металлов, полученные с использованием разработанного сенсора, соответствуют требованиям анализа следов и составляют 1.8 мкг/л для Zn(II), 0.5 мкг/л для Cd(II) и 0.4 мкг/л для Pb(II).

Содержание креатинина в биологических жидкостях является одним из важных критериев в клинической лабораторной диагностике почечной и мышечной дисфункции. С целью создания бесферментного сенсора для определения креатинина

изучена электрокаталитическая активность синтетических органических катализаторов на основе макрогетероциклических систем, модифицированных азагетероциклами при электроокислении креатинина; изготовлены трансдьюсеры на основе выбранного углеродного материала; определен оптимальный метод иммобилизации катализатора на поверхности трансдьюсера; выбраны органические катализаторы, показавшие наилучшие результаты; найдены условия регистрации максимального каталитического эффекта; установлены аналитические и метрологические характеристики модифицированных электродов для определения креатинина.

Кафедра АХ Воронежского ГУ. Для определения аминокислот (глицина, валина, лейцина и изолейцина) в модельных водных растворах предложено использовать пьезосенсор. Построены градуировочные графики для аналитов (модельные растворы) в интервале $5,0 \cdot 10^{-2} - 1,0 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³. Для получения высокоселективных сенсоров синтезированы полимеры с молекулярными отпечатками (ПМО) аминокислот. Получен пьезосенсор на основе ПМО, применимый для определения глицина, а благодаря «молекулярной памяти», заложенной в ПМО, способный к повторному высокоспецифичному взаимодействию с молекулой-шаблоном. Для определения нитроуглеводородов C₁–C₃ в воздухе предложена система «электронный нос» на основе пьезорезонансных сенсоров. Изучены отклики мультисенсорной системы на воздействие паров алифатических нитроуглеводородов в широком диапазоне концентраций ($5,0 \cdot 10^{-3} - 7,5 \cdot 10^{-2}$ г/м³).

Кафедра химии факультета агрохимии, почвоведения и экологии Воронежского государственного агроуниверситета Продолжены работы по повышению чувствительности и селективности химических сенсоров. Показано, что переход к нестационарным температурным режимам позволяет повысить чувствительность более чем на порядок при соответствующем снижении предела обнаружения. Нестационарный метод нагрева и специально изготовленные для этого метода полупроводниковые сенсоры позволяют определять ацетон с концентрацией 0,1 ppm, в то время как промышленные датчики фирмы «Figaro» эффективно работают только при концентрации ацетона свыше 50 ppm. Продолжены работы с химическими сенсорами, основанные на кварцевом микровзвешивании. Получены газочувствительные слои, позволяющие определять пары ацетона с концентрацией 0,1 ppm. Два разных типа сенсоров взаимно дополняют друг друга, что является принципиально важ-

ным при создании прибора, который мог бы диагностировать кетоацидоз у больных диабетом.

Кафедра химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета. Изучены возможности мультисенсорных систем в мониторинге летучих компонентов строительных материалов, покрытий мебели и изделий (фенола, формальдегида, алкилацетатов) в воздухе рабочей зоны.

Кафедра АХ Томского ГУ. Предложены новые оптические чувствительные элементы/сенсоры на основе прозрачной полиметакрилатной матрицы (ПММ) для визуального и твердофазного спектрофотометрического определения общего и селективного содержания металлов. Разработаны методики твердофазно-спектрофотометрического определения Hg (II) и Cu (II) с использованием ПММ. Предел обнаружения Hg (II) с использованием обменных реакций с $DtzCu$ и $(DDTC)_2Cu$ составляет 0,02 и 0,2 мг/л соответственно. Предел обнаружения Cu (II) обменной реакцией с $(DDTC)_2Pb$ в ПММ составляет 0,015 мг/л. Разработаны чувствительные прозрачные оптические элементы/сенсоры на фторид- и хлорид-ионы. Их изготовление включает иммобилизацию в полиметакрилатную матрицу ализаринового красного или дифенилкарбазона с последующим введением циркония(IV) или ртути(II). Определение фторид- или хлорид-ионов основано, соответственно, на обменной реакции иммобилизованного комплекса ализаринового красного с цирконием (IV) или дифенилкарбазона с ртутью(II). Диапазон определяемых содержаний фторидов 1-5 мг/л с пределом обнаружения 0,2 мг/л, а хлоридов – 200-1800 мг/л с пределом обнаружения 120 мг/л; s_r не превышает 0,08.

Саратовский ГУ. Проведено сравнительное изучение электроаналитических свойств жидкоконтактных и твердоконтактных потенциометрических сенсоров, селективных к антибиотикам пенициллинового ряда. Оценена селективность и параметры перекрестной чувствительности сенсоров на основе ионных ассоциатов тетрадециламмония с антибиотиками пенициллинового ряда. Созданы массивы твердоконтактных потенциометрических сенсоров для отдельного определения бензилпенициллина, ампициллина и оксациллина в двух- и трехкомпонентных модельных смесях. Обработку аналитических сигналов проводили методом искусственных нейронных сетей.

Хроматографические методы

Развитие теории методов, компьютерное моделирование.

ГЕОХИ РАН. Развита фундаментальная теоретическая основа в области описания равновесия и кинетики в процессах адсорбции и ионного обмена, на базе которых предсказаны новые эффекты и разработаны компьютерные программы для адекватного моделирования методов высокоэффективной хроматографии (газовой и ионной). В результате исследований в области квантовой химии, физической адсорбции, ионного обмена и хроматографии разработаны математические модели процессов адсорбции и ионного обмена в области Генри, позволяющие на основе небольшого числа эмпирических параметров описывать работу современных хроматографических методов. Цели

моделирования — предсказание поведения неизвестных веществ в условиях хроматографического эксперимента, оптимизация разделения сложных смесей и идентификация их компонентов. В этой связи:

- развит теоретический подход к описанию межмолекулярных взаимодействий, который позволяет проводить априорный расчет параметров адсорбционного равновесия (энергии, константы Генри) сложных молекул углеводов без использования эмпирических данных; предсказан тонкий эффект фазового перехода второго рода при адсорбции молекул с внутренним вращением; обнаружен эффект ограничения свободы циклических молекул при адсорбции на шероховатых адсорбентах; созданы и находятся в стадии отладки программы (MOLCHROM, INKOVERTI и др.) расчета параметров молекул и их удерживания в высокоэффективной газовой хроматографии (газоадсорбционный и газо-жидкостный варианты) для произвольно заданного температурного режима;

- усовершенствован метод динамической карты хроматографической системы с целью описания градиентных режимов ионной хроматографии; разработана математическая модель, реализованная в программном продукте IONCHROM.

Исходные данные для программ представляют собой естественные параметры, характеризующие подвижные и неподвижные фазы (паспортные характеристики), молекулы (номенклатурное название), ионы (табулированные константы), и параметры узлов хроматографа. Показана удовлетворительная адекватность моделирования методов высокоэффективной хроматографии.

На кафедре химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета изучены поверхностное натяжение и коэффициенты проницаемости 22 бинарных систем растворителей, применяемых в жидкостной планарной хроматографии. Показано, что поверхностное натяжение и проницаемость нелинейно зависят от объемных долей растворителей. Предложены полуэмпирические уравнения полиномиального вида, адекватно описывающие экспериментальные зависимости коэффициентов проницаемости от объемной доли модифицирующего растворителя.

Газовая хроматография

Лаборатория газовой хроматографии химического факультета СПбГУ. Охарактеризована неизвестная ранее аномалия свойств жидких кристаллов, используемых в качестве газохроматографических неподвижных фаз, наблюдаемая в областях перехода «изотропная фаза – нематик», заключающаяся в локальных максимумах хроматографической полярности таких фаз.

Высокоэффективная жидкостная хроматография

На кафедре АХ МГУ начаты работы по синтезу монолитных сорбентов для ионной хроматографии. Изучено влияние условий полимеризации, а именно, соотношения мономеров и порогенов в реакционной смеси, а также температуры и времени реакции, на поровую структуру модельного сополимера глицидилметакрилат-этиленгликольдиметакрилата. Исследуются хрома-

тографические свойства, область устойчивости и возможность использования материалов для разделения органических и неорганических ионов.

Продолжены работы по синтезу и изучению ионохроматографических свойств полиэлектролитных сорбентов на основе стирол-дивинилбензольной матрицы. Изучено влияние гидрофильности аминирующих агентов на хроматографические свойства хлорметилированных сорбентов на основе ПС-ДВБ со степенью сшивки 50%. Установлено, что при увеличении гидрофильности анионообменника улучшается селективность и эффективность хроматографического разделения неорганических анионов. Получены сорбенты с хорошей селективностью и эффективностью – 35000 тт/м. Получен новый анионообменник для ионной хроматографии, содержащий гидрофильные функциональные группы N,N-диметилгидразина.

Предложена новая схема синтеза анионообменников для ионной хроматографии: нитрование ПС-ДВБ → восстановление до amino-группы → алкилирование amino-группы N,N'-дибромалканом → аминирование третичным амином, - что позволило разработать новый способ внедрения полярной вставки между функциональной группой и ароматической основой анионообменника и улучшить хроматографические свойства сорбента. Получены комплексообразующие сорбенты на основе оксида алюминия, модифицированного пирокатехином и его производными. Изучены комплексообразующие свойства сорбентов по отношению к ионам меди(II).

Для формирования восходящих градиентов pH внутри колонки, заполненной сульфокатионообменным сорбентом, предложены простые подвижные фазы, содержащие не более двух активных компонентов. Наиболее плавные градиенты pH получены при использовании лимонной кислоты и Трис или NaH_2PO_4 и Трис. Возможности подхода показаны на примере хроматофокусирования трипсинового гидролизата человеческого сывороточного альбумина.

В лаборатории газовой хроматографии химического факультета СПбГУ в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии выявлены возможности различных вариантов on-line концентрирования хроматографических зон (стэкинг с обращенно-мигрирующими мицеллами, стэкинг с усилением поля, с использованием высокопроводящей матрицы, свипинг с добавкой мочевины или β-циклодекстрина в матрицу пробы) и показано, что свипинг с добавкой β-ЦД позволяет обеспечить пределы обнаружения кортикостероидов до 5 нг/мл. Разработан свипинг-вариант внутрикапиллярного концентрирования биогенных аминов и их метаболитов с добавкой 18-краун-6 (4 мМ) и циклогексиламина (5 мМ) в пробы в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии с обращенной полярностью. Факторы концентрирования составили ~ 1000. Предложен вариант одновременного определения водорастворимых витаминов с использованием on-line концентрирования (стэкинг с усилением поля в сочетании с динамическим скачком pH), позволяющий снизить пределы обнаружения в 40-100 раз.

Установлена нестабильность природных флавоноидов класса флавонолов (3-гидроксифлавонов) к окислению кислородом воздуха в растворах при комнатной температуре. Основные продукты окисления идентифицированы методом обращенно-фазовой ВЭЖХ. Предложен механизм реакции, объясняющий преимущественное образование диоксида углерода в качестве основного газообразного продукта этой реакции.

На кафедре АХ Воронежского ГУ изучены особенности сорбционного концентрирования сильнодействующих лекарственных средств (фенобарбитала, дипразина) на MN-200, MN-500 и неионогенных сорбентах типа “Стиросорб”, обладающих различной удельной поверхностью. С помощью метода ВЭЖХ исследована десорбция фенобарбитала смесью хлороформ – изопропанол, дипразина - этиловым спиртом. Выявлено влияние объема органического растворителя на процесс десорбции. Разработан новый метод выделения лизина и глицина с последующим их концентрированием, основанный на избирательной сорбции ионов этих аминокислот катионообменниками. Подобраны условия эффективного разделения и определения витаминов А и D методами ТСХ и ИК-спектроскопии.

В Кубанском ГУ разработана методика определения следов бензинов, претерпевших глубокие изменения в результате испарения и выгорания, на основе нормально-фазовой ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектированием в УФ области спектра. Получен параметр относительного содержания алкиларенов, позволяющий с высокой степенью достоверности идентифицировать следы бензинов для двигателей внутреннего сгорания в послепожарных остатках и испаренных смесях с другими нефтепродуктами. С использованием этой методики можно не только обнаруживать и дифференцировать следы нефтепродуктов, но и отличать их от продуктов пиролиза предметов-носителей, образующихся в условиях пожаров. Предложенный метод значительно превосходит возможности существующих криминалистических и экоаналитических методик по установлению факта присутствия в (на) объектах исследования следов бензинов, претерпевших глубокие изменения в результате испарения и выгорания. Методика внедрена в практику Краснодарской лаборатории судебной экспертизы Министерства юстиции РФ.

Бумажная и тонкослойная хроматография

В лаборатории газовой хроматографии химического факультета СПбГУ предложен способ определения природных и синтетических стероидных гормонов методами высокоэффективной тонкослойной хроматографии (ВЭТСХ) и мицеллярной высокоэффективной тонкослойной хроматографии (МВЭТСХ) с денситометрическим детектированием. Предложен вариант определения водорастворимых витаминов группы В и С в фармацевтических препаратах методом мицеллярной и электроосмотической тонкослойной хроматографии ВЭТСХ.

В ИХХС РАН проведены исследования, направленные на поиск, обоснование и разработку новых методов ТСХ-ЗС, а также устройств для их реализации, и экспериментальное изучение новых методов ТСХ-ЗС и их сравнение с уже известными и используемыми в хроматографической практике методами. Дальнейшее развитие варианта ТСХ с закрытым сорбционным слоем подтвердило его перспективность. Приведены примеры, свидетельствующие о целесообразности использования двумерной ТСХ с закрытым сорбционным слоем на пластинках меньшего размера (например, 5x5 см) по сравнению с одномерным разделением на пластинках большего размера (например, 10x10 см) с закрытым сорбционным слоем. Использование вышеуказанного метода позволяет в несколько раз сократить продолжительность анализа, а также не-

сколько повысить эффективность хроматографического процесса. Предложена конусная хроматография, в которой пластинка имеет форму конуса. Конусная хроматография по своим характеристикам занимает промежуточное положение между линейным и круговым вариантами ТСХ и представляет интерес для использования в аналитической практике.

На кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ совместно с лабораторией хроматографии ИХХС РАН изучены возможности предложенного ранее варианта тонкослойной хроматографии (ТСХ), основанного на влиянии на процесс разделения управляемой газовой фазы (ТСХ-УГФ) в герметической камере. Возможности метода продемонстрированы на примере разделения замещенных бензойных кислот и ароматических аминов при замене исходной газовой атмосферы хроматографической камеры газом, имеющим кислотный (углекислый газ, пары уксусной кислоты), нейтральный (этанол) или основной (аммиак) характер. Газовая фаза может формироваться как в потоке, замещая пары элюента, так и за счет испарения жидкости в отдельной части хроматографической камеры. В ряде случаев метод ТСХ-УГФ позволяет управлять химическими формами разделяемых соединений и значительно (в десятки-сотни раз) улучшить их хроматографические характеристики и селективность разделения соединений на прямой и обращенной фазах. Получен патент.

На кафедре стандартизации, сертификации и аналитического контроля Кубанского ГТУ исследованы условия хроматографического разделения формальдегида, ацетона, фурфурола, бензальдегида и ацетофенона на пластинках ТСХ «Sorbfil» производства ОАО «Сорбполимер». Действием реагента – 2,4-динитрофенилгидразина – указанные вещества переводятся в соответствующие гидразоны в виде окрашенных кристаллических продуктов и испытываются по характеристикам удерживания и разделения в системе с различными растворителями. В качестве подвижной фазы исследовались гептан, изо-пропиловый и другие спирты, бензол, толуол, м-ксилол и различные смеси с добавками хлороформа, уксусной кислоты. Наиболее подходящими оказались бензол и его производные. Раздвоение пятна фурфурола свидетельствует о наличии изомеров гидразона. Результаты исследования позволили выявить как аналитические возможности, так и физико-химические особенности изученных веществ.

Капиллярный электрофорез и родственные ему методы

На кафедре АХ МГУ показана возможность использования эремомицина в КЭ в качестве хирального селектора для разделения *N*-производных аминокислот и профенов. Изучено влияние концентрации хирального селектора, напряжения, состава буферного раствора, рН и длины капилляра на разрешение энантиомеров аналитов. Получено разделение с разрешением больше 1,5 ряда энантиомеров производных аминокислот: дансил-фенилаланина, дансил-лейцина, дансил-треонина, КБЗ-аланина, КБЗ-аспарагиновой кислот и исследованных профенов (флурбипрофена, индопрофена, ибупрофена, кетопрофена и фенопрофена).

Начаты работы по исследованию новых псевдостационарных фаз в микроэмульсионной капиллярной хроматографии. Изучаются свойства одно- и би-

континуальных эмульсий. Предложено использовать витамин К₁ в качестве перспективного компонента микроэмульсий.

В лаборатории газовой хроматографии химического факультета СПбГУ выявлено влияние комплексообразующих добавок (18-краун-6, 4,13-диаза-18-краун-6), смешанных мицелл (додецилсульфат натрия/октансульфонат натрия; додецилсульфат натрия/цетилтриметиламмония бромид) и первичных аминов, в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии с обращенной полярностью (ОП МЭКХ). Реализованы различные варианты и режимы электрофоретического анализа смесей биологически активных соединений (биогенные амины, amino- и гидроксикарбоновые кислоты, полифенолы) в виде их комплексов с металлами: с введением в кварцевый капилляр предварительно приготовленного комплекса или при наличии одного из реагентов в составе буферного электролита. На примерах не поглощающих в УФ-области аминокислот (глутаминовой, аланина, валина) установлено, что чувствительность их определения возрастает в 10–30 раз при использовании ионов меди (II) в составе буферного электролита. Предложен вариант одновременного электрофоретического определения катехинов, галловой кислоты и кофеина в составе экстрактивных веществ чая в режиме ОП МЭКХ с УФ-детектированием при использовании ацетатно-цитратного буферного электролита (рН 2,0), содержащего додецилсульфат натрия (120 мМ) и ацетонитрил (3 %, масс) в составе рабочего буфера. Показано, что эффективность и селективность разделения выше, чем в традиционно используемом для этой цели методе капиллярного зонного электрофореза. Обнаружено влияние макроциклов (18-краун-6, 4,13-диаза-18-краун-6) и ион-парных агентов (ДДСН и ЦТАБ) на эффективность и селективность электрофоретического разделения катехоламинов и их метаболитов в режиме ОП МЭКХ.

Исследованы возможности микроэмульсионной электрокинетической хроматографии с обращенной полярностью (рН 2,0) с УФ-детектированием при определении стероидных гормонов (ПО 0,8 – 1,0 мг/л) и антиоксидантов полифенольного типа (ПО ~ 0,5 мг/л).

Методами КЭ обнаружена высокая комплексообразующая способность природных антиоксидантов полифенольного типа с ионами Fe³⁺. Показано, что доминирующим фактором в образовании таких комплексов является наличие пирокатехиновых фрагментов (фенольных гидроксильных групп в орто-положениях) в составе молекул.

На кафедре АХ СПбГУ для определения микроконцентраций цинка и кадмия в случае их совместного присутствия предложена схема анализа, включающая их концентрирование из солянокислых растворов на сильноосновном анионите АВ-17 и последующее капиллярно-электрофоретическое определение с метилтимоловым синим в качестве фотометрического реагента. Условия элюирования – $1 \cdot 10^{-3}$ М HCl – упрощают последующий переход к стадии КЭ-анализа концентрата при рН от 4 до 5,5. Исследованы различные схемы ввода реагента и пробы. В качестве оптимальной схемы выбран ввод реагента в состав буферного раствора. Нижняя граница определения кадмия и цинка – 10^{-8} моль/л.

Продолжены исследования возможности КЭ-определения платиновых металлов в форме хлоридных комплексов с предварительным экстракцион-

ным концентрированием аналитов из смешанных солянокислых растворов. Обнаружен эффект мешающего влияния соэкстрагируемых сульфат-ионов. Установлено, что этот эффект может быть нивелирован построением градуировочной зависимости по растворам, полученным по схеме, включающей предварительное экстракционно-хроматографическое концентрирование аналитов.

В Саратовском ГУ методом зонального электрофореза изучено поведение L- α -аминокислот на целлюлозных поддерживающих средах. Найдена закономерность изменения R_f аминокислот в зависимости от их строения и молекулярной массы. Изучено влияние состава буферных сред на подвижность α -аминокислот.

На кафедре АХ Южного федерального университета методом капиллярного электрофореза на немодифицированном кварцевом капилляре идентифицированы и определены трийодиды триметилсульфония (I) и п-ксилиленбис (тетрагидро-тиофения) (II), параметр разрешения $R_s=4.86$. Методика позволяет оценить содержание серосодержащих органических соединений в диапазоне концентраций $1.0 \cdot 10^{-5} \div 5.0 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ ($s_r \leq 0.05$). Предложена методика спектрофотометрического определения соединений I и II в виде ионных ассоциатов серосодержащих катионов с красителем сульффталеинового ряда – бромкрезоловым пурпуровым ($c_{\min}(\text{I})=1.32 \cdot 10^{-5} \text{ M}$, $c_{\min}(\text{II})=7.1 \cdot 10^{-6} \text{ M}$, $s_r=0.05$) и по собственному поглощению трийодид-аниона в ацетонитриле ($c_{\min}(\text{I})=3.18 \cdot 10^{-6} \text{ M}$, $c_{\min}(\text{II})=2.67 \cdot 10^{-6} \text{ M}$, $s_r \leq 0.03$).

Хромато-масс-спектрометрия

В ИОНХ РАН разработан полуэмпирический способ построения градуировочной характеристики при определении хлорорганических соединений методом хромато-масс-спектрометрии. Способ основан на использовании базы эмпирических относительных сечений ионизации ряда хлорорганических соединений. Построение характеристики осуществляют путем получения коэффициентов регрессии по нескольким экспериментальным точкам и расчетным значениям интенсивности. Такой подход сократил время проведения анализа и количество используемых образцов сравнения.

В ИПЭЭ РАН разработана методика определения полихлорированных бифенилов и хлорсодержащих пестицидов с помощью хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения. Методика обеспечивает наиболее высокую среди существующих чувствительность, селективность и специфичность определения этих соединений в воде, почвах, донных отложениях, пищевых продуктах, биологических и технических материалах на уровне следовых концентраций (порядка 10^{-12}).

В химическом отделении ГУЗ «Бюро судебно-медицинской экспертизы по Белгородской области», совместно с Воронежской государственной медицинской академией для повышения надежности определения соединений в биологических жидкостях методом ГХ-МС разработан простой способ расчета индексов удерживания для фазы 5% фенилдиметилполисилоксан. Он основан на корреляции удерживания, наблюдаемого на метил- и фенилдиметилполисилоксановых фазах, и использовании соединений, характеризую-

щихся наилучшим соответствием данной корреляции при разных температурных условиях разделения.

Определены метаболиты димедрола методами ГХ-МС и ВЭЖХ в моче. В частности, найдены характеристики удерживания метаболитов димедрола и ряда сопутствующих соединений (28 компонентов) в условиях газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии. Приведены примеры их определения в моче. Сопоставлен состав таблеток димедрола и метаболизируемых продуктов. Приведен вариант идентификации трех не описанных ранее соединений.

Спектроскопические методы

Методы атомного спектроскопического анализа

Атомно-абсорбционный анализ. Кубанский ГУ. Проведены исследования модифицирующей эффективности термической стабилизации определяемых элементов в графитовой печи в присутствии подавляющих количеств матричных компонентов проб, дозированных в виде суспензии. Оптимизированы температурно-временные режимы и среда суспензии для эффективного действия новых металлосодержащих модификаторов на карбонизированной основе. Установлена степень воздействия на аналитический сигнал определяемого элемента матричных компонентов, наиболее часто используемых для деструкции проб природного происхождения: хлорид-, нитрат-, сульфат-, фосфат- и карбонат-ионов. Оценена эффективность термостабилизации определяемых элементов металлоглеродными материалами в присутствии подавляющих количеств мешающих компонентов: органической матрицы растительных материалов и породообразующих компонентов почв (оксиды алюминия и кремния).

Изучен механизм термохимических процессов, протекающих в графитовых печах, в присутствии мешающих компонентов и сорбентомодификаторов. Результаты исследований показали изменение механизма атомизации от десорбции аналитов с поверхности печи к испарению компонентов анализируемой системы «модификатор – матрица пробы – определяемый элемент».

Институт монокристаллов НАН Украины. С использованием метода DFT PBE0/Stuttgart ECP выполнены расчеты взаимодействия молекул CdO и SiO с поверхностью кластеров палладия, состоящих из 12, 18 и 19 атомов Pd. Обнаружено существенное снижение энергии связи металл-кислород для адсорбированных молекул, а также возрастание энергии взаимодействия кислород-палладий при переходе к кластерам большего размера. Полученные данные позволяют объяснить наблюдаемое в электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии явление сдвига в высокотемпературную область процессов атомизации соединений ряда элементов в присутствии химического модификатора – нитрата палладия. Молекулы удерживаются на поверхности частиц палладия благодаря высокой энергии взаимодействия кислород-палладий, кроме того, ослабление внутримолекулярных связей увеличивает эффективность атомизации.

Атомно-эмиссионный анализ. Кафедра АХ Томского ГУ. Разработан метод цифрового фотометрирования спектральных фотопластин с использованием сканера и компьютера. Разработан общий подход к исследованию методом атомно-эмиссионной спектроскопии поведения керамик на основе системы $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ при высокотемпературном и плазменном воздействии. Разработаны и метрологически аттестованы методики анализа стекловидных (стекла, стеклоэмали, тектиты, обсидианы) и кристаллических (циркониевая и корундовая керамика, бакоровые огнеупоры) материалов.

Пермский ГУ. Спектральным методом исследовано влияние концентрации ряда носителей на понижение предела обнаружения при одновременном определении 15-ти металлов. Для увеличения интенсивности аналитических линий элементов предложен комплексный носитель, состоящий из смеси компонентов $\text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{Ba}(\text{NO}_3)_2$.

Аналитическая лаборатория ИНХ СО РАН. Проведена оптимизация процедуры газовой генерации хлора, брома и йода методом окисления хлорида, бромида и йодида из водных растворов с целью их определения методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Разработана новая конструкция газо-жидкостного сепаратора для отделения газообразных галогенов от матричного раствора с последующим введением их в плазму с потоком аргона. Исследовано действие ряда окислительных агентов: $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, H_2O_2 , KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, NaNO_2 , KBrO_3 , KClO_3 и KIO_3 на аналитические сигналы галогенов в коротковолновой области спектра: ClI 134,724 нм и BrI 154,065 нм. Показано, что максимальная интенсивность атомных линий ClI 134,724 нм и BrI 154,065 нм достигается при использовании KMnO_4 , а линии I(I) 178,276 нм при использовании NaNO_2 . Для получения максимального соотношения сигнал/шум оптимизированы следующие параметры ИСП: мощность, подводимая к плазме; распыляющий, вспомогательный, охлаждающий потоки; скорости подачи пробы и окислителя. Разработана высокочувствительная методика определения хлора и брома в водных растворах методом ИСП АЭС после газовой генерации галогенов. Пределы обнаружения хлора и брома в водных растворах составляют 0,96 мкг/л и 1,9 мкг/л (соответственно). Предложенная конструкция позволяет снизить пределы обнаружения хлора и брома в десять и более раз.

Пробоподготовка. Аналитическая лаборатория ИНХ СО РАН. Создана физико-химическая модель процесса отгонки основы проб оксидов металлов в виде легколетучих хлоридов и оксихлоридов с целью концентрирования в них примесей для анализа. В основу модели положен расчет соотношения скоростей переноса в газовую фазу основы и примеси. По предложенной модели рассчитано поведение примесей при отгонке основы пробы V_2O_5 в виде VCl_3 , образующегося в результате взаимодействия пробы с газообразным HCl . Рассмотрены случаи:

– гетерофазной пробы. Этот случай соответствует эксперименту «введено – найдено», который используется в практике анализа для подтверждения правильности результатов (примесь вводится в порошковую пробу в виде раствора с последующим его выпариванием);

– монофазной пробы. Это случай, когда примесь находится в частицах порошковой пробы в виде твердого раствора.

Расчет выполнен для примесей Al, Be, Ca, Mg, Mn, Co, Ti, Pb, Cu, Zn, Fe, Ga, In, V, Mo, Cd, Cr и Ge. Показано совпадение с экспериментом для всех примесей, кроме Cd, который по расчету сохраняется в концентрате, тогда как экспериментально – теряется. Проанализированы возможные причины противоречия. Модель позволяет понять механизм процесса и разделить примеси на группы по их способности к концентрированию, а также дает возможность теоретического исследования влияния параметров процесса (температура процесса, концентрация хлорирующего агента в газовой фазе, размеров частиц пробы и степени окисления элемента примеси в пробе) на результат концентрирования.

Методы молекулярного спектроскопического анализа

Спектрофотометрия. Кафедра АХ МГУ. Обоснована принципиальная возможность применения реакции конденсации с участием *n*-диметиламинокоричного альдегида для спектрофотометрического определения сульфаниламидов. Показано, что в ацетонитриле образуются интенсивно окрашенные растворимые продукты конденсации, максимумы поглощения которых находятся в интервале 540–550 нм. Изучено влияние концентрации соляной кислоты, *n*-диметиламинокоричного альдегида и сульфаниламидов на выход продуктов конденсации. Показано, что эта реакция может быть использована для чувствительного спектрофотометрического определения сульфаниламида, сульфаметоксипиридазина, сульфаклорпиридазина и сульфаметоксазола.

Кафедра АХ Омского ГУ. Исследована точность спектрофотометрического определения индивидуальных органических веществ в их многокомпонентных смесях с применением разных расчетных алгоритмов. Объекты исследования – модельные смеси (водные растворы), содержащие *n* (не более 6) компонентов с перекрывающимися спектрами. Качественный состав смесей моделирует состав известных лекарственных препаратов и пищевых добавок к кормам, концентрации компонентов – на уровне 10^{-6} – 10^{-4} М, соотношения по массе – вплоть до 1:20. Компоненты определяли по их собственному поглощению в УФ области, при этом использовали три алгоритма: хемометрический метод многомерной градуировки с проекцией на латентные структуры (PLS), метод множественной линейной регрессии (МР), метод Фирордта. Анализ смесей, содержащих 3-6 компонентов, дает наиболее точные результаты при использовании метода PLS. В этом случае все компоненты удается определять с погрешностью, не превышающей 2% отн. Применение метода МР для обработки спектров требует, начиная с $n=3$, либо оптимизации спектрального диапазона, либо наличия программного обеспечения, реализующего алгоритмы регрессионного анализа с учетом гетероскедастичности. После оптимизации спектрального диапазона метод МР приводит к погрешностям до 5% отн. Метод Фирордта дает достаточно точные результаты лишь при $n=2-3$.

Кафедра АХ Воронежского ГУ. Разработана спектрофотометрическая методика определения алифатических и ароматических аминокислот при их совместном присутствии в растворе. Отработаны методики спектрофотомет-

рического определения рутина, кверцетина, гесперидина в водно-этанольных растворах. Показано, что имеет место изменение вида спектра в зависимости от кислотности среды, состава растворителя.

Кафедра стандартизации, сертификации и аналитического контроля Кубанского ГТУ. Изучены некоторые аспекты фотометрического определения алюминия с использованием кинетического метода анализа, заключающегося в образовании окрашенных растворов в результате окислительного процесса, катализируемого ионами алюминия. Характерной особенностью метода является пропорциональность скорости окисления и концентрации алюминия. В качестве объектов окисления, дающих окрашенные продукты, использованы производные фенола, а в качестве окислителя – перекись водорода. Удовлетворительные результаты получены при окислении пирокатехина и гидрохинона. Резорцин, фенол и его производные типа фенолфталеина не дают окраски. Было показано, что окрашенным продуктом реакции не являются хиноны, так как на УФ-спектрах нет соответствующих характеристик. Процесс накопления окрашенных веществ протекает строго пропорционально концентрации алюминия, как катализатора. Этим обеспечивается высокая чувствительность и избирательность.

Саратовский ГУ. Рассмотрены реакции фотометрического определения нитрит-иона в мицеллярных средах аПАВ по реакциям Грисса и автосочетания 1-нафтиламина. Показано, что причиной изменения метрологических характеристик реакций в мицеллярных нанореакторах являются кинетические факторы (мицеллярный катализ), процессы концентрирования реагентов в мицеллах аПАВ и растворимость аналитических форм вследствие солюбилизации. Разработана методика фотометрического определения нитритов и нитратов на основе изученных реакций в пищевых продуктах и природных водах.

Спектроскопия диффузного отражения. Кафедра АХ МГУ. Пенополиуретан предложен в качестве твердого хромогенного реагента для определения ароматических альдегидов с применением спектроскопии диффузного отражения. Показано, что функция Кубелки-Мунка продуктов конденсации ППУ с ароматическими альдегидами в максимуме поглощения линейно связана с концентрацией ароматических альдегидов, что может быть использовано для их определения. Разработаны чувствительные методики определения бензальдегида, 3-нитробензальдегида, 4-нитробензальдегида, 4-(N,N-диметиламино)бензальдегида, 4-(N,N-диметиламино)коричного альдегида, 4-гидрокси-3-метоксибензальдегида.

Люминесцентные методы. ГЕОХИ РАН. Обнаружен эффект сорбции полициклических ароматических углеводов (ПАУ) на гидрофобных наночастицах серебра, приводящий к возникновению сенсibilизированной флуоресценции наночастиц серебра. Обнаруженный эффект может быть использован для определения ПАУ в растворах сорбционно-люминесцентным методом. Гидрофобные наночастицы серебра размером 3-10 нм с удельной поверхностью 100-150 м²/г позволяют проводить концентрирование молекул ПАУ из разбавленных растворов (менее 10⁻⁶ г/мл). Использование наночастиц серебра в сорбционно-люминесцентном анализе позволяет сократить длительность сорбционного выделения ПАУ из анализируемых растворов и проводить их определение по спектрам флуоресценции при комнатной темпера-

туре в отличие от определения ПАУ методом низкотемпературной спектроскопии, основанном на эффекте Шпольского. Установлено, что на расстояниях порядка 5-10 нм, составляющих ближнюю сферу частиц, в которых происходят сорбционные явления, возможен безызлучательный перенос энергии электронного возбуждения от молекул ПАУ (донор) на наночастицы серебра (акцептор) с возникновением флуоресценции последних.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Изучено влияние мицелл ПАВ, альбумина и хелатообразующих органических реагентов на перенос энергии в системах варфарин- Tb^{3+} (Eu^{3+}) и возможность определения варфарина методом сенсibilизированной флуоресценции. Показано, что использование переноса энергии возбуждения позволяет снизить предел обнаружения пестицида и антикоагулянта варфарина в системе Eu^{3+} -теноилтрифторацетон и Tb^{3+} -фенентролин в 3500 и в 210 раз, соответственно. Разработаны методики флуориметрического определения варфарина в почвах.

Проведено сравнение методик флуориметрического определения нейромедиатора серотонина по собственной флуоресценции, флуоресценции продукта взаимодействия с о-фталевым альдегидом (ОФА) и флуорескамином (ФЛК) и изучено влияние мицелл ПАВ и циклодекстринов на интенсивность флуоресценции указанных систем. Показано, что использование ФЛК вместо ОФА позволяет проводить флуоресцентную реакцию не в среде 10 М HCl , а в боратном буферном растворе при pH 8.7-9.2. В отличие от ОФА реакция с ФЛК протекает практически мгновенно, причем полностью отсутствует фоновая флуоресценция. Введение мицелл ЦТАБ увеличивает интенсивность флуоресценции системы серотонин – ФЛК в 5 раз, а 2-гидроксипропил- β -циклодекстрина в 6 раз, пределы обнаружения серотонина $9.8 \cdot 10^{-8}$ и $9.1 \cdot 10^{-8}$, соответственно.

Инфракрасная и КР-спектроскопия. Кафедра АХ Воронежского ГУ. Разработана методология безэталонного структурно-группового анализа супрамолекулярных систем (БСГАСС), заключающаяся в компьютерной генерации возможных структур супрамолекулярных систем из известных структурных фрагментов системы с последующим отсевом ложных структур. Первый этап выбора реальной структуры состоит в получении математических эталонов ИК спектров и характеристик функциональных групп (ФГ) супрамолекулярных систем для различного предполагаемого окружения ФГ. Математические эталоны рассчитываются методами *ab initio*. Второй этап состоит в выборе структуры, ИК спектр и другие свойства функциональных групп которой соответствуют экспериментальным данным. На основе сравнения рассчитанных ИК спектров математических эталонов с экспериментальными спектрами функциональных групп выбирается начальная структура супрамолекулярной системы для ее последующей оптимизации методами *ab initio*. Выполнен БСГАСС сульфокатионообменника. Проведен расчет инфракрасных спектров, дипольных моментов, зарядов на атомах и структурных характеристик трех форм дипразина, сапонина и олеаноловой кислоты: молекулярной и ионных (катион, дикатион). Проанализированы изменения изучаемых характеристик при переходе от одной формы к другой.

ИХФ РАН. Продолжались исследования в области быстрой идентификации поддельных лекарственных средств методом ИК-спектроскопии в ближнем диапазоне.

Термолинзовая спектрометрия. Кафедра АХ МГУ. При помощи разработанной теоретической модели термооптических эффектов и созданной установки термооптического спектрометра отработаны термооптические варианты регистрации тепловых эффектов на растворах гемоглобина. Определено, что при мощности индуцирующего излучения 10–50 и дозах облучения 10–100 мДж, коэффициенты поглощения дезоксигемоглобина (HbH) и оксигемоглобина (HbO₂) незначимо отличаются от определенных при помощи традиционных методов спектрофотометрии. Определены термооптические параметры некоторых форм гемоглобина. В условиях термооптического эксперимента оценен суммарный рост температуры за счет нагрева исследуемого раствора при поглощении индуцирующего лазерного излучения гемоглобином, который составил 0.0001° К при минимально обнаруживаемой концентрации гемоглобина.

Рассмотрено влияние основных параметров органических растворителей на характеристики термолинзового эффекта (рост температуры за счет оптического нагрева и размер области, охваченной нагревом), а также на предел обнаружения и нижнюю границу определяемых содержаний методом термолинзовой спектроскопии. Обсуждены критерии выбора среды для проведения термолинзовых экспериментов. Даны рекомендации по выбору растворителя для аналитической термолинзовой спектрометрии. Рассмотрено влияние основных параметров смесей растворителей различного состава на метрологические характеристики термолинзового определения и обсуждены критерии выбора состава смешанных сред для определения следов при помощи термолинзовой спектрометрии. Рассмотрено влияние некоторых распространенных ПАВ (додецилсульфат натрия, Triton X-100, Brij-35, Tween 80) как модификаторов термооптических свойств водных растворов на параметры аналитического термолинзового определения некоторых модельных соединений. Обсуждены критерии выбора состава модифицированных сред для определения следовых концентраций веществ при помощи термолинзовой спектрометрии. Показано, что действие ПАВ на термооптические свойства водных растворов сопоставимо с действием водно-органических смесей.

Предложена простая модель, учитывающая массоперенос через границу раздела фаз жидкость–жидкость в статических условиях вследствие одновременного влияния диффузии и термодиффузии. Модель позволяет оценить условия термооптического эксперимента и может быть использована при реализации экстракционного разделения и концентрирования в микрофлюидных системах.

Рентгеновские методы

ИОНХ РАН. Исследован спектральный состав вторичного рентгеновского излучения кристаллических (поли- и монокристаллических) излучателей, возбуждаемого полихроматическим излучением. Установлено, что наряду с линиями характеристического рентгеновского излучения в спектре присутст-

вуют сравнимые по интенсивности пики, возникновение которых обусловлено дифракцией первичного рентгеновского излучения на кристаллической структуре пробы (дифракционные пики – ДП). Наличие ДП во вторичном спектре особенно сильно проявляется в современных рентгенофлуоресцентных микроанализаторах с капиллярной оптикой и энергодисперсионной регистрацией. В этом случае они являются причиной идентификации отсутствующих в пробе элементов, затрудняют корректное определение фона и тем самым искажают результаты количественного анализа. Разработаны способы идентификации ДП на фоне спектра характеристического рентгеновского излучения, позволившие существенно повысить правильность анализа. В отдельных случаях расположение и интенсивность ДП могут быть использованы для получения структурной информации об анализируемой пробе.

Кафедра АХ МГУ. Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследовано окисление поверхности молибдена, вольфрама, ниобия и тантала при бомбардировке низкоэнергетическими ионами кислорода в условиях высокого вакуума. Установлено, что химический состав тонкой оксидной плёнки существенным образом зависит от дозы облучения и реакционной способности металла.

Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии определен катионный состав поверхности сложных купратов, синтезированных керамическим способом. Показано, что при расчёте катионного состава необходимо учитывать сечение фотоионизации и среднюю длину свободного пробега фотоэлектронов. Обнаружено, что в результате поверхностной сегрегации поверхность всех исследованных образцов обогащена стронцием.

Иркутский ГУ. Критическое рассмотрение моделей, связывающих интенсивность рентгеновской флуоресценции с химическим составом и размером частиц, позволило чётко сформулировать требования к информации, необходимой для теоретического учёта влияния микроабсорбционной неоднородности (МАН) на результаты рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). На основе измельчения многокомпонентных технологических продуктов, характеризующихся различными физико-химическими свойствами, установили, что получить такую информацию на практике очень трудно вследствие сложности предсказания эффекта обволакивания и переменности химического состава различных гранулометрических фракций. Поэтому теоретический учёт эффекта МАН при РФА порошковых материалов малоперспективен, но изучение его целесообразно продолжать с целью использования результатов исследований при моделировании этапов разработки методик РФА.

Разработаны две методики рентгенофлуоресцентного определения Ni в масложировых продуктах: экспрессная неdestructивная и контрольная destructивная (озоление). В основу методик положен способ стандарта-фона. Оценены их метрологические характеристики. Методики могут быть использованы для контроля технологических процессов получения маргарина.

НИИПФ при Иркутском ГУ. Разработан алгоритм и выполнены расчёты интенсивности тормозного излучения электронов отдачи. Для длинноволновой области рентгеновского спектра вклад указанной компоненты в формирование рентгеновского фона является определяющим, если энергия первичных фотонов больше 60 кэВ. При возбуждении спектра неоднородным пер-

вичным излучением (напряжение меньше 50 кэВ) вклад тормозного излучения электронов отдачи в суммарный фон для длинноволновой области невелик.

Реализован способ фундаментальных параметров при определении элементов с малыми атомными номерами. Показано, что учёт возбуждения рентгеновской флуоресценции потоком фото- и Оже электронов не влияет на сходимость итерационного процесса и обеспечивает требуемую точность результатов анализа.

Северо-Восточный комплексный НИИ ДВО РАН. Исследовано избирательное ослабление характеристического рентгеновского излучения в области К - и L -краёв поглощения атомов. Сложная структура краёв поглощения изучается методами XANES, однако впервые она рассмотрена, как фактор, играющий существенную роль в рентгенофлуоресцентном анализе. Создана петрохимическая база данных на основе результатов рентгенофлуоресцентного анализа, проводимого в лаборатории рентгеноспектрального анализа. Банк данных в настоящее время подготовлен к эксплуатации и требует постоянного пополнения его информационной основы. Разработана методика рентгенофлуоресцентного определения ряда элементов, которая использована для установления геохимических характеристик осадочных отложений как показателей палеоклимата на озерах северо-востока России.

ИЗК СО РАН. Обработаны результаты определения содержаний ряда следовых элементов в геологических образцах, предоставленных для тестирования в рамках Программы GeoPT, – серпентенита GAS, щелочного гранита OShBO, габбро MGR-N, гранита MGT-1. Определение содержаний Rb, Sr, Y, Zr и Nb в исследуемых образцах горных пород выполнялось на сканирующем рентгеновском спектрометре VRA-30. В методике реализован способ стандарта фона в сочетании с уравнением линейной множественной регрессии. В качестве стандарта использовалась интенсивность излучения, измеренная с длинноволновой стороны от угловой позиции $RbK_{\alpha 1}$ -линии ($2\theta = 29^\circ$). При определении содержаний Y, Zr, Nb вносились поправки на наложение излучения линий, имеющих близкие длины волн, к длинам волн определяемых элементов: для $YK_{\alpha} - RbK_{\beta}$, $ZrK_{\alpha} - SrK_{\beta}$, для $NbK_{\alpha} - YK_{\beta}$. Определение содержаний Co, Cr, V, Ba, La, Ce, Nd, Zn, Ni и Pb выполнялась с использованием рентгеновского спектрометра S4 PIONEER. Учитывался вклад постороннего излучения в экспериментальные интенсивности некоторых аналитических линий: для $VK_{\alpha 1} - TiK_{\beta 1}$; $BaL_{\alpha 1} - TiK_{\alpha 1}$, $LaL_{\alpha 1} - TiK_{\alpha 1}$, $CeL_{\alpha 1}$, $BaL_{\beta 1}$, $CeL_{\beta 1} - NdL_{\alpha 1}$, $LaL_{\beta 1}$, $BaL_{\beta 2,3}$, $NdL_{\alpha 1} - CeL_{\beta 1}$, $LaL_{\beta 1}$, $BaL_{\beta 2,3}$, $CoK_{\alpha} - FeK_{\beta}$, $NiK_{\alpha} - RbK_{\beta II}$. Для Co, Cr, V, Ba, La, Ce, Nd учёт взаимных влияний элементов проводился с использованием интенсивностей K_{α} - линий порообразующих элементов Si, Fe и Ca. При определении содержаний Zn и Ni применялся способ стандарта фона (угловая позиция $2\theta = 40,98^\circ$).

При разработке данных методик проведены метрологические исследования. Значения среднего относительного квадратичного отклонения погрешности определений не превышают значений допустимых средних квадратичных отклонений относительной погрешности результатов анализа, выполняемых методами I-III категорий классификации. Статистическая обработка полученных результатов анализа выбранных раундов Программы показала, что в

большинстве случаев представленные результаты являются удовлетворительными.

Кубанский ГУ. Разработан простой и безопасный способ получения целлюлозного анионообменного материала для сорбционно-рентгенофлуоресцентного определения элементов. В качестве субстрата для введения четвертичных аммониевых групп выбраны целлюлозные диски, бумага, волокна, микрокристаллический порошок. Предварительно мерсеризованная водно-спиртовой щелочью целлюлоза подвергалась эпоксирированию эпихлоргидрином в присутствии каталитических количеств 15-краун-5 с последующим аминированием алифатическими аминами. Состав полученного аминированного материала подтверждали на основании определения общего содержания азота элементным анализом, определением количества содержащихся вторичных и третичных аминогрупп потенциометрическим титрованием, а также величиной полной обменной емкости (0,05 М HCl). Введенные в молекулу целлюлозы аминогруппы кватернизовали под действием раствора алкилирующего реагента – иодметана, бромэтана или иодэтана, растворенного в абсолютном метаноле. Состав продуктов алкилирования установлен на основании определения в полученном образце общего содержания галогенов рентгеноспектральным методом.

Изучена сорбция молибдодокремниевой и молибдованадофосфорной гетерополиоксидов (ГПК), а также анионных форм мышьяка(V), ванадия(V) и хрома(VI) на целлюлозных фильтрах с привитыми группами четвертичного аммониевого основания. Установлено, что ГПК количественно извлекаются на фильтрах из растворов с большим солевым фоном и при высокой концентрации минеральной кислоты. Найдены условия концентрирования ванадия, мышьяка и хрома из 250 мл водного раствора (коэффициент концентрирования составил 5000). Предложена методика сорбционно-рентгенофлуоресцентного определения указанных элементов в особо чистых водах. Найдены условия количественного извлечения урана(VI) из растворов на целлюлозных фильтрах с привитыми аминокарбоксильными группировками (ДЭТАТА-фильтрах) в динамическом режиме. Предложен сорбционно-рентгенофлуоресцентный метод определения урана в водах. Для концентрирования алюминия в виде 8-гидроксихинолиновых комплексов предложены целлюлозные фильтры, импрегнированные парафином. Разработанный метод применен для анализа вод различных типов. Правильность определения алюминия подтверждали методом «введено-найденно». Полученные результаты подтвердили отсутствие систематической погрешности.

Масс-спектрометрия

Кафедра АХ МГУ. Разработана методика определения элементного состава в некоторых биологических жидкостях. Выполнены первые эксперименты по определению баланса микроэлементов до и после гемодиализа, применяемого для лечения грудных детей с почечной недостаточностью. Высокое содержание органических веществ в пробах препятствует анализу с прямым вводом пробы в горелку ИСП. Использовалось как простейшее разбавление исходной пробы чистой деионизованной водой, так и микроволновое разложение проб. Получено хорошее совпадение результатов определения при использовании двух способов пробоподготовки. При определении Al, Zn, Cu, V,

Co, Cr, As, Se, Cd и др. элементов в исходных чистых диализатах и диализатах, прошедших через пациента, обнаружены изменения содержания Li, Cu, Zn и Sr. Выполнены первые эксперименты по определению ряда важных элементов в моче пациентов.

Кафедра АХ СПбГУ. Продолжена разработка времяпролетного масс-спектрометра с импульсной газоразрядной ионизацией и исследования его аналитических возможностей. Разработаны варианты динамической дискриминации кластерных компонентов вида $M(OH)$, $M(OH_2)$, M_2 , что позволило значительно уменьшить интерференции при прямом анализе высокочистой меди и «солнечного» кремния. Определены относительные чувствительности этого метода для широкого круга элементов в различных объектах. Обнаружено, что вариации относительных чувствительностей от элемента к элементу (30 – 50%) существенно меньше, чем соответствующие вариации для постоянного разряда, что открывает возможность прямого полуколичественного безэталонового анализа.

Ядерно-физические методы анализа

Иркутский ГУ. Разработана новая методика исследования химической структуры природных стереонерегулярных полимеров – лигнинов, на основе совокупности данных количественной 2D спектроскопии ЯМР (1H и ^{13}C). Показано, что фрагментный состав адекватно описывает химическое строение макромолекул лигнинов. Установлено, что практически все химические реакции, используемые в традиционном функциональном анализе макромолекул лигнинов, не приводят к 100%-ной конверсии функциональных групп и вызывают существенную трансформацию структуры макромолекулы из-за непредсказуемых побочных эффектов. Это ведет к занижению значений концентрации определяемых функциональных групп.

Оптимизированы условия регистрации ЯМР-спектров (^{13}C) различных гуминовых кислот, выявлена взаимосвязь параметров фрагментного состава с их химическим строением и свойствами. Показано, что ^{13}C ЯМР-спектроскопия является корректным методом идентификации происхождения гуминовых кислот и прогнозирования их рост-стимулирующей активности.

Разработана и аттестована методика количественного определения естественного содержания дейтерия в фрагментах молекул органических веществ. С помощью спектроскопии ЯМР на ядрах 2H , ^{17}O , ^{31}P найдены качественные и количественные критерии дифференциации пищевых и синтетических этанолов, подлинности и географического происхождения вин (с использованием компонентного и изотопного анализов).

ГЕОХИ РАН. Показано, что гамма-активационная автордиография является высокопроизводительным и контрастным способом детектирования микровключений палладия и платины в сложных образцах норильских медно-никелевых руд. Достаточно двух измерений пробы, чтобы по полученным автордиографическим изображениям локализовать палладий-платиновые микровключения. Разработан способ компьютерной обработки автордиографических изображений для проведения количественных оценок состава включений. Метод особо пригоден для скринингового детектирования микровключе-

ний в аншлифах большого размера с последующим сочетанием со сканирующей микроскопией для детального исследования зон, выделенных во время скрининга.

Методы локального анализа и анализа поверхности

ИОНХ РАН. Основной проблемой локального анализа отдельных наночастиц является то, что локальность большинства методов, основанных на торможении (поглощении) сфокусированных пучков веществом исследуемого объекта (электронно-зондовый микроанализ (ЭЗМА), масс-спектрометрия вторичных ионов и др.) больше, чем реальные размеры наночастиц. Исследован вопрос о возможности получения локальности в нанодиапазоне с использованием более мягких, чем обычно применяемые в ЭЗМА линии – L-серии для переходных элементов, M-серии для элементов с $Z > 60$. Экспериментально установлена зависимость интенсивности мягких линий от содержания и возможность расчетного построения градуировочной характеристики. Сложность проблемы состоит в недостаточной изученности таких параметров, как сечение возбуждения удаленных от ядра оболочек. Показана принципиальная возможность получения локальности в ЭЗМА менее 100 нм. Построена имитационная модель «виртуального низковольтного микроанализатора, позволяющая априорно определять условия и саму возможность проведения такого анализа.

На кафедре АХ Воронежского ГУ разработана методика локально-распределительного динамического анализа растворов, позволяющая решить проблему нахождения распределения концентрации вещества по пространственным координатам во времени. Для решения данной задачи оптимизирована методика регистрации и расшифровки динамической интерференционной картины; обоснован выбор аналитических систем, обеспечивающих высокую чувствительность лазерно-интерферометрических определений; систематизированы типы погрешностей и способы их корректировки.

Кинетические методы

Кафедра АХ МГУ. Для определения органических соединений кинетическими методами предложено использовать их влияние на органические катализаторы (а не на традиционные катализаторы – ионы металлов). Для реализации этого подхода выбрана реакция декарбоксилирования глицина метиленовым синим, катализируемая изатином (2,3-диоксоиндолем). Показана возможность определения иодида, цистеина, тиосалицилата, тиомочевины, причем некоторые аналиты взаимодействуют с катализатором, а некоторые – также с другими реагентами. Реализован вариант проведения указанной реакции с фотоиницированием, что позволяет повысить воспроизводимость результатов. Изучена возможность проведения автоокисления пирогаллола А и 3,3',5,5'-тетраметилбензидина при инициировании реакции облучением видимым светом. Реакцию ингибируют некоторые ароматические амины и фенолы.

При исследовании механизма взаимодействия полиэлектролитов (хлорид полигексаметиленгуанидиния, ПГМГ) с компонентами индикаторных систем обнаружено неаддитивное действие ПГМГ и изученных соединений в индика-

торной реакции 3,3',5,5'-тетраметилбензидин – периодат, что свидетельствует о возможном образовании молекулярных комплексов. Образование комплексов подтверждено методом распределения модельных соединений в системе раствор – ПГМГ – сорбент.

Кафедра общей и неорганической химии Саратовского ГУ. Изучено влияние циклодекстринов (ЦД) на характеристики каталитического определения металлов платиновой группы. В качестве модельной системы использована реакция взаимодействия трифениламин-4-сульфо кислоты (ТФАСК) с периодатом натрия. Соотношение концентраций ЦД:ароматический амин варьировалось от 1:1 до 1:20. С целью использования данной системы для совместного каталитического определения металлов платиновой группы изучена кинетика реакции окисления ТФАСК периодатом натрия в слабокислой среде в присутствии каталитически активных форм иридия и родия. Скорость реакции окисления ТФАСК, катализируемой иридием и, особенно, родием, уменьшается при увеличении содержания ЦД. При соотношении концентраций ЦД : ароматический амин 1:1 скорость реакции в присутствии Rh практически равна нулю, что может быть использовано для определения иридия в присутствии родия. Определение иридия возможно даже при 400-кратном избытке родия. Изучено влияние водно-органических сред (в качестве органической среды использовались этиловый спирт, ацетонитрил (АН), диметилформамид (ДМФА)) на кинетические закономерности протекания процессов каталитического окисления ароматических аминов и оценена возможность их использования для дифференциального определения иридия и родия. Наиболее перспективным для дифференциального кинетического анализа является ДМФА в качестве растворителя.

Биохимические и биологические методы анализа

Казанский ГУ. Разработаны новые электрополимеризуемые материалы на основе наноструктурированного полианилина и фенотиазиновых красителей, отличающиеся улучшенными характеристиками связывания и распознавания биологически значимых соединений – аминокислот, нуклеиновых кислот и белков. Для достижения поставленных целей предложены новые подходы к предварительной модификации электродов и выбору условий электролиза, позволяющие регулировать электрохимические характеристики и морфологию поверхности. Разработаны гибридные покрытия на основе полианилина и поли(метиленового синего) с расширенным рН-интервалом проявления электрохимической активности и улучшенными показателями устойчивости в нейтральных и слабощелочных средах. Показано, что предварительная модификация электродов углеродными нанотрубками не только повышает эффективность электрополимеризации, но и способствует сорбционному захвату в полимерную пленку активных мономерных форм медиаторов, которые сохраняют высокую скорость переноса электрона в полимерной матрице. Разработанные гибридные покрытия на основе полианилина использованы для эффективной сорбционной иммобилизации ряда биомолекул – антител, нуклеиновых кислот, ферментов и аптамеров, а также для создания потенциометрических и пьезометрических сенсоров на их основе. Разработаны высокочувствительные и селективные методики определения аутоиммунных антител к

ДНК, тромбина, ароматических спиртов, активности пероксидазы, отличающиеся от аналогов простотой изготовления и большей устойчивостью сенсорных систем. Полимеризация фенотиазиновых красителей в присутствии ароматических аминокислот приводит к образованию покрытий, способных селективно связывать молекулы-шаблоны благодаря эффекту молекулярных отпечатков. Предложены способы определения триптофана и фенилаланина в интервале концентраций 10^{-5} – 10^{-3} М с амперометрической и импедиметрической регистрацией сигнала. Определению не мешают 100-кратные количества других аминокислот.

Предложены электрохимические и пьезометрические биосенсоры для селективного определения тромбина, селективно взаимодействующего со специфическим аптамером, содержащим специфический связывающий участок. Имобилизацию аптамера проводили путем физической сорбции на полифенотиазиновых и полианилиновых модифицирующих слоях, получаемых на пьезосенсорах в условиях многократного циклирования потенциала. Исследовано влияние условий иммобилизации аптамера и неспецифической сорбции сывороточных белков на сигнал сенсора. Показана возможность определения 10–100 нМ тромбина с помощью пьезосенсоров на основе электрода, модифицированного поли(метиленовым зеленым) и 1–150 нМ тромбина на электроде, модифицированном многослойными углеродными нанотрубками и мономерной формой метиленового синего. Предложены способы потенциометрической регистрации взаимодействия аптамер – тромбин по влиянию связывания белка на рН-зависимость стационарного потенциала фенотиазинового модификатора.

Разработан новый амперометрический многоэлектродный иммуноферментный сенсор для определения иммуноглобулинов Е на основе совместно иммобилизованных антигенов *Staphylococcus aureus* (золотистый стафилококк), *Candida albicans* и фермента – холинэстеразы, щелочной фосфатазы или L-цистеингидролазы – для диагностики некоторых аллергических заболеваний. В качестве физического преобразователя использовали платиновые screen-printed электроды. Доказана возможность определения в биологических жидкостях при совместном присутствии аллергенспецифических антител к *Staphylococcus aureus* и *Candida albicans* с помощью нового амперометрического четырехэлектродного иммуноферментного сенсора. В интервале концентраций антител против *Staphylococcus aureus* от $5 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ мг/мл и антител против *Candida albicans* от $5 \cdot 10^{-12}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл наблюдается линейное увеличение каталитической активности ферментной метки – холинэстеразы. Сопоставление эффектов, наблюдаемых при использовании щелочной фосфатазы и L-цистеиндисульфгидролазы, позволило получить дополнительные результаты для объяснения и уточнения механизма отклика, связанного с активирующим действием иммунных комплексов, образующихся на поверхности биочувствительной части иммуносенсора. Предложена методика определения аллергенспецифического иммуноглобулина Е как разности общего содержания иммуноглобулинов и иммуноглобулинов G соответственно до и после тепловой обработки сывороток крови. Способ апробирован при проведении клинических исследований для обнаружения аллергенспецифических антител против аллергенов *Staphylococcus aureus* и *Candida albicans* из одной пробы в

сыворотках крови пациентов, страдающих различными инфекционными и аллергическими заболеваниями.

В плане дальнейшего развития комбинированных биохимических методов анализа с амперометрическим детектированием предложен способ селективного определения гербицида 2,4-Д с помощью иммобилизованных полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО) на 2,4-Д и амперометрического холинэстеразного биосенсора на основе платиновых планарных электродов. Принцип способа основан на сорбции, концентрировании и десорбции определяемого соединения с последующим определением 2,4-Д (10^{-11} – 10^{-8} М) соответствующим биосенсором. В области концентраций от $1 \cdot 10^{-8}$ М и ниже наблюдается практически полное извлечение 2,4-Д даже при однократной сорбции. На уровне концентраций $1 \cdot 10^{-10}$ М возможно концентрирование определяемого соединения в 5–200 раз. Показана возможность определения 2,4-Д в молоке. Полученные результаты свидетельствуют о том, что использование иммобилизованных ПМО в ряде случаев может рассматриваться как альтернатива соответствующим иммобилизованным антителам, а в некоторых случаях им даже можно отдать предпочтение, поскольку иммобилизованные ПМО более устойчивы при высокой температуре, отличаются механической и химической устойчивостью в органических растворителях.

МГУ, кафедра АХ. Продолжены исследования, направленные на разработку подходов к повышению чувствительности, селективности, точности и экспрессности ферментативного определения электронодонорных биологически активных органических соединений. Значительное улучшение метрологических характеристик методик определения фенотиазинов (промазина, хлорпромазина и трифторперазина) при спектрофотометрическом контроле скорости их окисления достигнуто за счет повышения специфичности пероксидазы хрена по отношению к ее субстратам направленным изменением рK_a ионогенной группы His 42 в активном центре фермента в результате его включения в полиэлектролитный комплекс с хитозаном. Например, с_н хлорпромазина при использовании полиэлектролитного комплекса в 20 раз ниже, чем в присутствии нативного фермента, при этом воспроизводимость определения существенно выше.

Повысить точность и чувствительность определения допамина, средне-окисляемого субстрата пероксидаз, удалось за счет использования пероксидазы сои, а также применения в качестве индикаторного вещества при спектрофотометрическом контроле скорости реакции промежуточного продукта окисления допамина – комплекса с мерихиноидной структурой. Чувствительность и селективность определения допамина и его метаболита – гомованилиновой кислоты – повышаются в средах с высоким (до 50 об.%) содержанием ДМСО и при контроле скорости индикаторной реакции флуоресцентным методом. Для повышения чувствительности (вплоть до с_н=1–10 нмоль/л) определения катехоламинов (допамина, адреналина и серотонина) перспективно получение их флуоресцирующих производных с использованием пероксидазы хрена в качестве катализатора реакций дериватизации.

При введении в реакцию окисления гваякола *трет*-бутилпероксидом до 30 об.% ДМСО или ацетонитрила пероксидазы хрена и сои сохраняют достаточно высокую каталитическую активность. При этом фермент из сои менее уязвим к присутствию органического пероксида, и применение этого фермен-

та позволяет получать более воспроизводимые результаты определения микроколичеств гваякола и *трет*-бутилпероксида в водно-органических средах. Разработанные методики определения хлорпромазина, допамина, гомованилиновой кислоты применены для анализа биологических жидкостей, а методика определения гваякола – для анализа гомеопатического лекарственного препарата.

Показана перспективность использования пероксидазы, включенной в обращенные мицеллы ПАВ, для определения ее водонерастворимых субстратов и эффекторов, а также для улучшения аналитических характеристик ранее разработанных методик определения водорастворимых биологически активных соединений. Это связано с увеличением в среде мицелл каталитической константы, характеризующей скорость превращения фермент-субстратного комплекса, а также повышение специфичности биокатализатора к его вторым субстратам.

МГУ, кафедра химической энзимологии. Получены поликлональные антитела и разработан метод ИФА для определения 7 основных сульфаниламидных препаратов в диапазоне концентраций 1–37 нг/мл (*совместно с Институтом биохимии им. А.Н. Баха РАН*). Получены моноклональные антитела к антимикробному препарату сульфаметазину; разработана методика определения сульфаметазина (до 1 нг/мл в курином мясе), сульфаклорпиридазина и сульфаметоксипиридазина методом поляризационного флуороиммуноанализа (*совместно с Китайским сельскохозяйственным университетом*). Предложен новый флуоресцентный маркер для определения детергента ЛАС в диапазоне концентраций 0,05–4,7 мг/л методом поляризационного флуороиммуноанализа (*совместно с Университетом г. Кордоба, Испания*). Разработан метод поляризационного флуороиммуноанализа, позволяющий с различной специфичностью определять бензопирен, нафталин или антрацен на уровне нг/мл (*совместно с Техническим университетом г. Мюнхен, Германия и Саратовским университетом*). Разработан проточный иммунотест-метод для определения в зерне микотоксина охратоксин А – до 4 мкг/кг (*совместно с Университетом г. Гент, Бельгия*), см. ниже. Получены моноклональные антитела и разработаны тест-системы на полосках для детекции бактерий листерии и афлатоксина В1 в пищевых продуктах. Метод позволяет за 10-15 мин определять загрязнители продуктов с чувствительностью ниже ПДК (*совместно с Генгсанским национальным университетом г. Джинджу, Корея*).

Саратовский ГУ, кафедра общей и неорганической химии совместно с Университетом г. Гент, Бельгия и кафедрой химической энзимологии МГУ). Разработан подход к неинструментальному иммунохимическому одновременному определению двух аналитов в интенсивно окрашенных матрицах. Тест-метод с визуальной регистрацией основан на использовании колонки, в которую помещены очищающий слой и два детектирующих иммунослоя. В качестве детектирующих слоев использован гель на основе бромцианактивированной сефарозы с ковалентно пришитыми специфическими антителами. Определение реализовано в формате прямого конкурентного иммуноферментного анализа и занимает около 20 мин. Метод использован для одновременного визуального определения афлатоксина В1 и охратоксина А в специях (красный, черный, белый перец, имбирь, мускат). Для упрощения метода в тест-

колонку вводили дополнительный пористый фильтр с нанесенным конъюгатом, что позволило снизить количество операций при анализе с пяти до трех и сократить время его проведения. Результаты неинструментального теста подтверждены методом ЖХ-МС/МС.

Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН. Разработаны системы экспрессного иммунохроматографического обнаружения и определения вирусов растений – X- и Y-вируса картофеля, вируса табачной мозаики, вируса шарки сливы, вируса мягкой мозаики фасоли и вируса крапчатости гвоздики. Системы позволяют выявлять вирусы растений в концентрациях до 0,1–0,5 мкг/мл при работе с нефракционированными экстрактами, полученными механической гомогенизацией пробы в экстрагирующем буфере. Совместно с кафедрой вирусологии МГУ получены опытные образцы экспресс-тестов. На выставке-ярмарке «РосБиоТех-2007» разработка награждена дипломом.

Для определения антибиотика хлорамфеникола в молоке и молочных продуктах совместно с Химическим факультетом МГУ разработан иммунохроматографический метод быстрого бесприборного анализа с применением коллоидного золота, меченного антителами. Синтезированы препараты коллоидного золота и их конъюгаты с моноклональными антителами мыши. Показана пригодность иммунохроматографического теста для анализа молока. Предел обнаружения хлорамфеникола составляет 10 нг/мл, продолжительность анализа – 10 мин. Экспериментальные образцы тест-систем переданы для испытаний.

Получены новые препараты моноклональных антител и сформирована реагентная база иммуноферментных тест-систем для определения наркотических средств методом ИФА в концентрациях до 1 нг/мл. Выявлены условия иммуноанализа, позволяющие проводить ИФА за время, не превосходящее 1 час. Изготовлены и направлены на испытания экспериментальные образцы иммуноферментных тест-систем для определения каннабиноидов, опиатов и амфетамина.

Лицейский ГТУ. Изучены иммунохимические реакции, протекающие на поверхности пьезокварцевых сенсоров, предназначенных для определения бисфенола А, линейных алкилбензолсульфонатов, хлорацетанилидных гербицидов. Установлены, обобщены и реализованы на практике принципы формирования многослойного биорецепторного покрытия пьезокварцевых сенсоров, обеспечивающего устойчивость, сохранение активности и направленную иммобилизацию биомолекул различных классов: антител, гаптен-белковых конъюгатов, ДНК, бактериальных O-антигенных липополисахаридов (прямое закрепление на металлической поверхности электрода, ковалентная прививка к подложкам на основе конканавалина А, сульфатированного полисахарида, силоксана и липоевой кислоты с помощью бифункциональных реагентов). Установлена взаимосвязь констант скорости образования и разрушения, константы аффинности иммунных комплексов, коэффициентов кросс-реактивности с чувствительностью и селективностью определения хлорацетанилидных гербицидов, бисфенола А, линейных алкилбензолсульфонатов, антител к бактериям *Yersinia enterocolitica* и микроорганизмов *Yersinia enterocolitica* в водных растворах, биологических жидкостях, пищевых продуктах, объектах окружающей среды. Показано влияние природы белковых молекул и

наличия линкера в гаптен-белковом конъюгате на величину K_{Af} поликлональных антител к хлорацетанилидным гербицидам.

Разработан комплекс методик с использованием пьезокварцевого иммуносенсора для определения гаптенов (предел обнаружения хлорацетанилидных гербицидов ацетохлора и алахлора составляет 0,02 нг/мл; бутахлора, бисфенола А – 0,002 нг/мл; линейных алкилбензолсульфонатов – 1,0 нг/мл), антител к ДНК (0,01 мкг/мл) и к бактериям *Yersinia enterocolitica* (1,3 мкг/мл), бактерий *Yersinia enterocolitica* ($0,1 \cdot 10^4$ клеток/мл). Разработаны методики определения специфичных антител к ДНК и бактериям *Yersinia enterocolitica* с использованием пьезокварцевых иммуносенсоров в сыворотке крови для выявления аутоиммунных заболеваний (системная красная волчанка, ревматоидный артрит, гломерулонефрит) и инфекционного заболевания (иерсиниоз) на ранних стадиях. Методики позволяют сократить продолжительность определения по сравнению с микробиологическими, иммунохимическими и молекулярно-генетическими методами от нескольких часов до нескольких минут.

Разработаны методики определения хлорацетанилидных гербицидов и патогенных бактерий *Yersinia enterocolitica* в рисе, яблочном соке, молоке, колбасных изделиях, содержащих сою, питьевой воде, свежих овощах и фруктах.

Совместно с кафедрой химической энзимологии МГУ разработана методика определения алахлора в жидких средах (предел обнаружения – 8 нг/мл) методом поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА). Изучено влияние структуры и степени очистки трейсера (аналит, меченный флуоресцентной меткой) на аналитический сигнал, чувствительность и селективность определения алахлора.

Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов РАН. Продолжены работы по развитию методов электрооптического анализа клеточных суспензий для обнаружения микроорганизмов. Были изучены электрооптические (ЭО) свойства клеток *Azospirillum brasilense* Sp245 при взаимодействии с антителами, специфичными к различным эпитопам клеточной поверхности. Показано, что ЭО свойства бактериальных суспензий значительно меняются при взаимодействии клеток азоспирилл с антителами на соматический антиген и на гомологичные антигены целых бактериальных клеток. Установлено, что при взаимодействии *A. brasilense* Sp245 с антителами на флагеллин, негомологичными соматическими антителами на *A. brasilense* Sp7 и негомологичными антителами целых бактериальных клеток *A. brasilense* Sp7 происходят близкие по значениям изменения величины ЭО сигнала. Показаны возможные пути повышения чувствительности метода определения микроорганизмов с использованием ЭО анализа клеточных суспензий при специфическом взаимодействии с антителами. Полученные результаты могут служить основой как для выбора антител для детекции клеток, так и для быстрого теста внутривидовой классификации бактерий.

Институт биохимии и физиологии микроорганизмов РАН. Разработана технология получения фермента алкогольоксидазы из биомассы дрожжевых клеток. Разработан метод получения рецепторных элементов биосенсоров, основанный на иммобилизации фермента и микроорганизмов. Иммобилизованный биоматериал использован для создания макетов биосенсорных

электродов. Рецепторный элемент стабилен в течение 6 сут работы, до 30 сут – при хранении. Показана возможность использования анализатора для определения спирта в ферментационных пробах; образцах, полученных при производстве этилового спирта; реальных образцах пива, вин, водок. Время анализа 1–5 мин; биосенсор отличается специфичностью – чувствителен лишь к этиловому, метиловому и бутиловому спиртам.

Лаборатория фармакологии ИФВ РАН. Продолжена разработка научных основ создания сенсорных матриц для одновременного определения сериновых гидролаз крови – ацетилхолинэстеразы, бутирилхолинэстеразы, карбоксилэстеразы и нейротоксичной эстеразы. Эти ферменты являются маркерами ряда патологических состояний организма, в том числе вызванных контактом с токсичными фосфорорганическими соединениями и карбамидами (*совместно с лабораторией экобиокатализа МГУ*).

Оптимизирована методика одновременного амперометрического определения холина и фенола; показано отсутствие влияния на это определение субстратов – ацетил- и бутирилхолина, фенилацетат- и фенилвалератов. Определены кинетические параметры гидролиза указанных субстратов под действием ацетилхолинэстеразы и бутирилхолинэстеразы, а также коэффициенты чувствительности и диапазоны определяемых концентраций данных субстратов.

Кафедра АХ СПбГУ. Расширены аналитические возможности метода быстрой полимеразно-цепной реакции в режиме реального времени. Проведено исследование ускоренных режимов термоциклирования, методов пассивации поверхности микрореакторов, методов создания поверхности с заданным профилем гидрофобно-гидрофильных свойств, изучено их влияние на эффективность реакции.

Тест-методы

ИОНХ РАН. Созданы и метрологически охарактеризованы новые оптические тест-средства на основе реагентных индикаторных бумаг с ковалентно закрепленными на поверхности реагентами: комплексами меди с гидразидинами, солями тетразолия, триарилметановыми красителями. С использованием этих тест-средств разработаны методики определения алюминия, палладия, сульфидов в разных объектах. На основе N-(3-хлор-2-гидроксипропил)-3-гидрокси-7,8-бензо-1,2,3,4-тетрагидрохинолина, закрепленного на силикагелевом носителе «Сорбфил», изготовлены высокочувствительные индикаторные полосы по отношению к нитрат-ионам.

Кафедра АХ РХТУ им. Д.И. Менделеева. Разработан способ определения сульфатов в водах с оптически прозрачными чувствительными элементами, изготовленными из триацетилцеллюлозной плёнки с закреплённым на ней слоем отвержденного желатинового геля. Наличие в макромолекуле желатина протонируемых в кислых растворах азотсодержащих групп позволяет осуществлять электростатическую иммобилизацию реагента нитхромазо и его комплексов с барием на указанные матрицы. При определении сульфатов происходит частичное разрушение комплекса бария с нитхромазо, что приводит к изменению окраски, которую можно зарегистрировать спектрофотометриче-

ски. Способ отличает высокая абсолютная чувствительность, составляющая $0,1 \text{ мкг SO}_4^{2-}/0,5 \text{ мл}$.

Саратовский ГУ. С использованием меланж-гель технологии получены 12 меланж-ксерогелей с мицеллярно закрепленными реагентами класса моноазосоединений и ализаринов. Изучена возможность применения полученных меланж-ксерогелей для получения тест-систем. Найдены оптимальные условия для тестирования с иммобилизованными кислотным хром черным специальным (Ca), кислотным хром синим Т (Mg), ализарином (Al).

Кубанский ГУ. На примере определения ряда тяжелых металлов (меди, марганца, кобальта и свинца) изучено протекание на бумаге индикаторных реакций, катализируемых ионами металлов, с целью разработки методик их тест-определения. Сделан вывод о возможности применения высокочувствительных каталитических реакций для тест-определений с использованием времени изменения окраски твердого носителя в качестве аналитического сигнала. Аналитический сигнал линейно зависит от логарифма концентрации определяемых компонентов, что можно использовать для полуколичественной оценки содержания веществ в широком диапазоне концентраций. Эти диапазоны шире, чем при проведении аналогичных определений в растворе. Изучена зависимость изменения окраски тест-полосы от pH среды. Характер этого влияния зависит от механизма каталитической реакции. Изучено влияние посторонних веществ на время индикаторных реакций на твердом носителе. Проверка правильности методик тест-определения марганца, меди и кобальта показывает возможность экспрессной полуколичественной оценки их содержания в ряде объектов окружающей среды.

Показано, что ковалентная иммобилизация реагента на твердом носителе может изменить механизм каталитической реакции или даже вызвать исчезновение каталитического действия. В частности, ковалентная иммобилизация пирогаллолового красного (ПГК) на эпоксицирированной целлюлозе приводит к исчезновению каталитического действия свинца на скорость индикаторной реакции персульфатного окисления ПГК. Предложена тест-методика определения свинца с использованием ковалентно закрепленного ПГК, оптимизированы условия проведения тест-реакции, подобран оптимальный pH, обеспечивающий наибольшую контрастность изменения окраски тест-полосы. В качестве аналитического сигнала использовали коэффициент отражения, абсорбционность индикаторной полосы, а также применяли визуальное детектирование с использованием цветовой шкалы. Показана возможность использования данной методики для оценки содержания свинца в диапазоне концентраций $1 \cdot 10^{-7} - 1 \cdot 10^{-4} \text{ М}$.

Проточный анализ. Анализ в потоке

В ИОНХ РАН получены новые данные, относящиеся к развитию методов проточно-инжекционного (ПИ) анализа на основе органических реакций, протекающих при участии свободно-радикальных частиц и других суперактивных интермедиатов. Проведен широкий поиск окислительно-восстановительных реакций, пригодных для генерирования и косвенного детектирования активных форм кислорода (АФК) в гидродинамическом режиме

проточно-инжекционной системы. В основу детектирования положены спектрофотометрические измерения с помощью индикаторного вещества, изменяющего свои оптические свойства под действием АФК. С использованием реакции Фентона, протекающей с образованием гидроксил-радикалов, созданы новые высокопроизводительные ПИ методы анализа, в частности простой и оригинальный метод количественной оценки антирадикальной активности различных веществ – «ловушек» гидроксил-радикалов. Методы апробированы на медико-фармацевтических и пищевых объектах.

Получены однослойные и двухслойные пленочные композиты, содержащие соединения металлов платиновой группы на поверхности стеклоуглерода, предварительно модифицированной органическими полимерными пленками (поли(R)). Найдены оптимальные условия электроиммобилизации выбранных органических субстратов R на стеклоуглеродной матрице. Установлено, что наибольший интерес с точки зрения аналитической химии представляют двухслойные нафийон-поли(R) пленки, закрепленные на поверхности стеклоуглерода и модифицированные различными комплексами рутения или иридия. В частности, на основе полимерных пленок типа нафийон-поли(R) (где R - люминол, изоникотиновая кислота), допированных комплексами рутения(III) с ЭДТА, изготовлены сенсоры, сочетающие электрокаталитические и катионообменные свойства по отношению к биоаминам (допамину, адреналину, серотонину) в присутствии мочевины и аскорбиновой кислот.

В Уральском ГЭУ разработан прототип автоматической системы с вольтамперометрическим детектированием для определения концентрации ионов свинца, кадмия, цинка, никеля и марганца в очищенных сточных водах гальванических производств. Оригинальное решение конструкции сенсора состоит в использовании катриджа углеродсодержащих электрохимических сенсоров, позволяющего по мере необходимости автоматически замещать отработанный электрод новым. Применение подобного катриджа позволяет полностью исключить использование металлической ртути и её солей и решить одну из проблем метода ИВ, связанную с использованием твердых электродов – регенерацию поверхности в процессе эксплуатации. Такие картриджи могут использоваться как в обычном лабораторном анализе, так и в автоматических проточных on-line системах для дистанционного мониторинга токсичных металлов.

Построена универсальная гидросхема электрохимического модуля, учитывающая алгоритмы выполнения методик измерений. Разработаны принципы программного обеспечения компьютера, управляющего проточной системой. Программное управление проточной системы состоит из управляющей программы и микропрограмм контроллеров системы. Основной алгоритм работы установки заложен в головную программу, позволяющую реализовывать гибкие алгоритмы управления процессом электрохимических измерений и исполнительными элементами установки. Управление автоматической системой, регистрация и обработка аналитических сигналов, сбор и накопление и передача информации осуществляется оператором с использованием персонального компьютера.

На кафедре стандартизации и сертификации МИТХТ им М.В. Ломоносова разработана методика определения родия по каталитической реакции

окисления сульфарсазена периодатом калия на проточно-инжекционном многофункциональном анализаторе Пиакон-30. Диапазон определяемых концентраций $5 \cdot 10^{-7}$ моль/л – $1 \cdot 10^{-7}$ моль/л. Нижняя граница определяемых концентраций $1 \cdot 10^{-7}$. Предел обнаружения $1,2 \cdot 10^{-7}$. Определению мешают примеси Ni, Fe, Cu, Ru, Ir.

На кафедре АХ МГУ разработана потокораспределительная система и методика твердофазно-спектрофотометрического определения 50-500 мг/л аскорбиновой кислоты в соках и вытяжках из растений в варианте последовательного анализа с инъекцией частиц. В качестве твердофазного реагента использован ксерогель кремниевой кислоты, содержащий молибдофосфорные гетерополисоединения. С целью моделирования проточных систем анализа, включающих стадию сорбционного концентрирования, изучена десорбция нафталина и антрацена в динамическом режиме с различных обращенно-фазных сорбентов (силикагель С18, сверхсшитый полистирол). Разработана схема учета шлирен-эффекта, мешающего проточной спектрофотометрической регистрации кривых десорбции. Показано, что распределение микрокомпонента в потоке после десорбции определяется его распределением по длине колонки после проведения сорбции. Изучена зависимость распределения микрокомпонента в потоке после десорбции от общего количества микрокомпонента, извлеченного на колонке. В динамических условиях получена изотерма сорбции нафталина на сорбенте С18. Разработана итерационная схема решения обратных задач динамики сорбции, реализованная в среде Matlab/Femlab. Схема успешно использована для определения кинетических и термодинамических параметров различных моделей динамики сорбции (внешне-, внутри- и смешаннодиффузионных). Изучено взаимное влияние анионов при их проточном сорбционно-ионохроматографическом определении. Установлена скоростylimитирующая стадия при сорбции нитрата на низкоемкостном анионообменнике. Построены изотермы сорбции нитрата в присутствии различных количеств сульфата и гидрокарбоната. Разработана математическая модель, описывающая сорбцию одного аниона (нитрата) в присутствии существенных количеств мешающих анионов (сульфат, гидрокарбонат). Модель использована для прогноза степени извлечения нитрата в различных условиях, адекватность прогноза подтверждена экспериментально.

На кафедре АХ СПбГУ выполнен цикл исследований в развитие нового метода проточного анализа: циклического инъекционного анализа (ЦИА). На примере методик фотометрического определения железа в водных средах доказано, что в сопоставимых условиях циклический инъекционный анализ обеспечивает более низкие пределы обнаружения по сравнению с проточно-инжекционным. Обоснованы унифицированные гидравлические схемы методик циклического инъекционного анализа, включающие стадию выделения и концентрирования аналитов методом газовой и жидкостной экстракции. Первая схема реализована в методике фотометрического определения мышьяка, включающей последовательные операции его газоэкстракционного выделения в форме гидрида и жидкостно-абсорбционного поглощения последнего в раствор фотометрического реагента. Возможность включения в унифицированную схему циклического инъекционного анализа жидкостной экстракции показана на примере определения в водных средах содержания фосфат-ионов.

На кафедре АХ РХТУ им. Д.И. Менделеева исследованы реакции диазотирования азиновых красителей – сафранина, нейтрального красного, этакридина и трипафлавина – в проточных условиях, сопровождающиеся образованием достаточно интенсивно окрашенных диазосоединений и отличающиеся высокой – более 100 нм – контрастностью. Образование, устойчивость и оптические свойства последних в растворах подтверждены квантовохимическими расчетами. Кинетическая устойчивость диазосоединений оказывается достаточной для регистрации выходного пика проточно-инжекционным способом. Наилучшим и наиболее чувствительным реагентом оказывается трипафлавин, когда реакция диазотирования в 0,2 М HCl протекает особенно быстро и практически полностью со степенью протекания реакции 0,98. Разработан способ определения нитрит-ионов на основе их реакции с трипафлавином в сочетании с *on-line* концентрированием на анионообменнике с пределом обнаружения, рассчитанным по Кайзеру (3s) и по ИЮПАК, равным 2 нг/мл. Разработанный способ использован для контроля содержания нитритов в различных водах. Производительность способа 100 проб/ч.

В Липецком ГТУ разработан комплекс методик с использованием пьезокварцевого иммуносенсора для определения методом ПИА гаптен (бисфенол А, линейные алкилбензолсульфонаты), антител к ДНК и антител к бактериям *Yersinia enterocolitica*, бактерий *Yersinia enterocolitica*.

Микрочипы в аналитике

Кафедра АХ МГУ. Предложены условия экстракционного определения пестицидов карбаматного ряда в микрофлюидных чипах с оптическим детектированием в диапазоне концентраций 10^{-8} – 10^{-6} М. Все стадии анализа (гидролиз пестицидов, азосочетание, экстракция) перенесены в химический микрочип. Достигнуты следующие пределы обнаружения: карбарила ($2 \cdot 10^{-8}$ М), карбофурана ($1 \cdot 10^{-8}$ М), пропоксура ($4 \cdot 10^{-8}$ М) и бендиокарба ($1 \cdot 10^{-7}$ М). Предложены условия гидродинамического ввода пробы и электрокинетического разделения продуктов азосочетания пестицидов карбаматного ряда в 1-бутаноле при помощи мицеллярной электрокинетической хроматографии и оптического микроскопического детектирования с пределами обнаружения на уровне 10^{-7} М, то есть на уровне концентраций на два порядка меньше, чем в капиллярной МЭКХ. Совместно с кафедрой АХ СПбГУ разработан и создан макет исследовательской установки, включающей в себя систему термостабилизации в микрофлюидном чипе, флуоресцентный детектор с CCD-камерой, микрофлюидные компоненты.

Организованные среды в анализе

На кафедре АХ МГУ изучены спектрально-люминесцентные характеристики лекарственных веществ в водной, циклодекстриновой и мицеллярной средах; исследовано комплексообразование ряда фторхинолонов с ионами металлов. Предложен способ одновременного определения констант кислотности и констант связывания из флуориметрических данных.

В Саратовском ГУ методами термогравиметрии, ИК- и электронной спектроскопии изучены физико-химические характеристики систем: ароматические альдегиды (АА) – 2,4-динитрофенилгидразин (ДНФГ) - ПАВ. Мицеллы катионных ПАВ (цетилпиридиний хлорид) избирательно солюбилизируют аци-форму гидразона в щелочной среде. Солюбилизирующее действие мицелл катионных ПАВ приводит к увеличению растворимости продуктов реакции и повышению агрегативной устойчивости растворов.

Изучена кинетика реакции нитрит-иона с сульфаниловой кислотой и 1-нафтиламином в водной и мицеллярной (додецилсульфат натрия) средах. Диазотирование сульфаниловой кислоты нитрит-ионом протекает практически мгновенно, мицеллы анионных ПАВ не оказывают влияния на ее скорость. Азосочетание сульфобензидиазония с 1-нафтиламином замедляется при переходе от водной к мицеллярной среде.

Изучена мицеллярная экстракция (неионные ПАВ) 9 моноазосоединений и 3 ализаринов. Эффективность экстракции зависит от гидрофобности реагентов и присутствия сильных электролитов.

Наноаналитика

ИПТМ РАН. С целью формулирования требований к углеродным наноматериалам (УНМ) для аналитических целей начато комплексное исследование их возможностей для различных методов анализа: атомно-спектроскопических, хроматографических, электрохимических, тест-методов в зависимости от условий синтеза и модификации. Изучены изотермы сорбции катионов меди, свинца, кадмия, цинка, железа, магния в стационарном и динамическом режимах в зависимости от pH, концентрации растворов, скорости их прокачки, загрузки микроколонки. Найдено, что при прочих равных условиях максимальной ёмкостью обладает УНМ, обработанный концентрированной HNO_3 в автоклаве при 120°C . Его ёмкость на порядок превышает ёмкость традиционно используемого для этих целей активированного угля по всем элементам. Показано отсутствие влияния на сорбцию меди различных катионов и анионов, SO_4^{2-} и PO_4^{3-} в превышающем медь соотношении от 1:650 до 1:8000. Изменение сорбционной активности УНМ при различной обработке объяснено модификацией поверхности кислородсодержащими функциональными группами и их разрушением, что подтверждено химическим и термогравиметрическим методами анализа, а также измерением удельной поверхности. Пределы обнаружения элементов пламенным атомно-абсорбционным методом удалось снизить более чем на 2 порядка при использовании микроколонок с внутренним диаметром 2,9 и высотой 30 мм при количестве сорбента 60 мг.

ИОНХ РАН. Исследован вопрос о возможности получения локальности в нанодиапазоне с использованием более мягких, чем обычно применяемые в ЭЗМА линии – L-серии для переходных элементов, M-серии для элементов с $Z > 60$. Экспериментально установлена зависимость интенсивности мягких линий от содержания и возможность расчетного построения градуировочной характеристики. Показана принципиальная возможность получения локальности

в ЭЗМА менее 100 нм. Построена имитационная модель «виртуального низковольтного микроанализатора, позволяющая априорно определять условия и саму возможность проведения такого анализа.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ и кафедра физики полупроводников. Методом пьезокварцевого микровзвешивания изучена последовательная адсорбция молекул полиаллиламин гидрохлорида (ПАА) и сульфированного β -циклодекстрина (сульфо- β -ЦД) при формировании методом полиионной самосборки наноразмерных планарных покрытий и сферических микрочастиц полистирола, карбонатов марганца и кальция наноразмерной толщины. Показано, что в качестве темплатной основы для создания микрокапсул целесообразно использовать микрочастицы карбоната кальция. Установлен послойный характер формирования планарного покрытия, методом эллипсометрии определена его толщина и высказаны предположения относительно строения бислоев ПАА и сульфо- β -ЦД. Микрокапсулы, оболочки которых содержат пять пар слоев (ПАА/сульфо- β -ЦД), исследованы методом конфокальной флуоресцентной микроскопии.

На примере дифильных молекул-рецепторов класса каликс[4]резорцинаренов (КРА), а также катионного и анионного полиэлектролитов показана возможность совмещения технологии полиионной самосборки и метода Ленгмюра-Блоджетт для получения наноразмерных упорядоченных пленок на поверхности монокристаллического кремния, используемых для создания сенсоров. Преимущество смешанной нанотехнологии состоит в увеличении эффективности переноса монослоев КРА по сравнению с не модифицированной полиэлектролитом поверхностью кремния. Установлено, что модификация поверхности кремния полиэлектролитами по-разному влияет на коэффициент переноса монослоев самих КРА и комплексов включения с водной субфазы, содержащей ионы меди.

Иные методы определения

На кафедре химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета совместно с кафедрой аналитической химии Воронежского ГУ и кафедрой фармацевтической химии Воронежской государственной медицинской академии разработана микрофотографическая методика количественного определения лизоцима в водно-солевом изотоническом растворе с использованием в качестве аналитического сигнала эффектов набухания и контракции гранул сорбента. Представлен способ контроля содержания белков в модельных растворах слезной жидкости. В качестве аналитического сигнала используется измерение такой физико-механической характеристики ионита как приведенный объем гранул сорбента.

Кафедра стандартизации, сертификации и аналитического контроля Кубанского ГТУ. Титриметрия. Изучены возможности реверсивного титрования в определении углекислоты и различных карбоновых кислот. Введением в свежий щелочной раствор натриевых солей различных слабых кислот были получены модельные растворы, по которым при реверсивном титровании можно успешно проводить качественный и количественный анализ сложных смесей. Особенностью метода является то, что при титровании ми-

неральной кислоты среди продуктов появляется регенерированная органическая кислота, которая на втором этапе взаимодействует со щелочью. По величинам pK_a в точках полунейтрализации устанавливается качественный состав таких смесей, а по скачкам pH – количественный. При насыщении щелочи углекислым газом происходит снижение концентрации щелочи, а на кривых титрования появляются скачки pH , по которым можно вести количественное определение растворенной углекислоты.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

Кирово-Чепецким филиалом ЗАО «ИНТЕРА» совместно с Кировским областным отделением РАЕН разработан типоразмерный ряд интеллектуальных одноканальных и многоканальных фторопластовых динамических установок «МИКРОГАЗ-Ф» для непрерывного приготовления двухкомпонентных и многокомпонентных поверочных газовых смесей (ПГС) с заданным содержанием примесей дозируемых веществ. Программное обеспечение установок «МИКРОГАЗ-Ф» позволяет моделировать неограниченное число ПГС с заданным диапазоном концентраций веществ и заданной погрешностью. Установки «МИКРОГАЗ-Ф» сертифицированы Госстандартом и включены в Госреестр средств измерений. Установки внедрены на предприятиях атомной промышленности, в центрах санэпиднадзора, в вузах.

Разработан и запущен в серийное производство автоматический многокомпонентный газоанализатор «ИНТЕГАЗ», предназначенный для диагностики повреждений силовых маслонаполненных трансформаторов. Анализатор снабжен термокондуктометрическим, термокаталитическим и диэлькометрическим детекторами и позволяет отдельно определять водород, сумму горючих углеводородов C_1-C_5 и влагу в контролируемом трансформаторном масле. В приборе применен непрерывный активный диффузионный пробоотбор примесей анализируемых газов и паров воды из постоянного потока трансформаторного масла, прокачиваемого через пробоотборное устройство (ПУ) с помощью автономного электромагнитного насоса. В ПУ использована диффузионная мембрана из политетрафторэтилена. Блоки пробоотбора и анализа, и электронный блок газоанализатора «ИНТЕГАЗ» помещены в герметизированный термостатированный корпус. Это обеспечивает длительный непрерывный режим работы прибора на открытом воздухе при температуре от $-50^{\circ}C$ до $+50^{\circ}C$. Сигналы с электронного блока передаются через GSM модем. Газоанализаторы «ИНТЕГАЗ» используются на многих высоковольтных подстанциях РАО ЕЭС.

Разработан специализированный промышленный хроматограф «7X», предназначенный для автоматического непрерывного контроля содержания газов, растворенных в трансформаторном масле. Хроматограф относится к новому поколению приборов для автоматической оперативной диагностики дефектов, развивающихся в силовом маслонаполненном электрооборудовании. В отличие от анализаторов для определения суммарного содержания примесей газов и паров с помощью хроматографа «7X» осуществляется непрерывное раздельное определение водорода, метана, этана, этилена, ацетилен, кислорода, оксида углерода, диоксида углерода и влаги в трансформа-

торном масле. Расчетным методом может быть определена концентрация растворенного в масле азота. Непрерывный пробоотбор производится методом термовакuumной экстракции в термостатированном пробоотборном блоке, снабженном диффузионным мембранным фторопластовым газоотборником и отвакуумированным мерным цилиндром, соединенным с краном-дозатором. Отобранные пробы потоком газа-носителя элюируются через систему хроматографических разделительных колонок и поочередно детектируются. В хроматографе «7X» применен селективный твердоэлектролитный детектор (ТЭД), изготовленный на базе ТЭД, разработанного в институте высокотемпературной электрохимии УРО РАН (Екатеринбург). ТЭД обеспечивает нижний предел обнаружения газов, растворенных в масле, в соответствии с РД 153-34.0-46.302-00. Результаты анализов передаются через GSM модем. Хроматографы «7X» включены в диагностические системы силового маслонаполненного электрооборудования на обслуживаемых и необслуживаемых подстанциях.

Уральский ГЭУ. Для реализации разработанного ранее метода измерений (патент РФ "Способ определения антиоксидантной/оксидантной активности растворов") разработан многофункциональный потенциометрический анализатор МПА-1, предназначенный для определения следующих характеристик растворов:

- антиоксидантной активности (АОА);
- водородного показателя (рН);
- концентрации (активности) ионов;
- окислительно-восстановительного потенциала (Еh).

Прибор прошел государственные испытания и зарегистрирован в Государственном реестре средств измерения. Анализатор предназначен для измерения характеристик природных и питьевых вод, промышленных стоков, технологических растворов, пищевых продуктов, биологически активных добавок, лекарственных экстрактов, биологических жидкостей. Диапазон измерений АОА для биологических объектов составляет 0,5-30 ммоль экв/дм³, для пищевых продуктов, продовольственного сырья, БАД и витаминов – 0,5-400 ммоль экв/дм³. В зависимости от объекта длительность выполнения анализа – 5-20 минут. Все операции выполняются под контролем специализированного программно-математического обеспечения. Дополнительным преимуществом является автоматическое определение момента стабилизации измеряемого потенциала.

НПО «Спектрон». В 2007 г. были продолжены работы по усовершенствованию малогабаритных рентгенофлуоресцентных спектрометров. Разработана новая конструкция воздушного рентгеновского спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС-GFE. В ней предусмотрено автоматическое пробозагрузочное устройство на 10 образцов (2 образца с вращением), а также возможность использования кристалл-дифракционного гониометра, полупроводникового детектора, пропорциональных счетчиков в любой комбинации.

Разработан вакуумный кристалл-дифракционный анализатор серы в нефтепродуктах. Нижняя определяемая концентрация серы – 5 ppm.

Кафедра стандартизации и сертификации МИТХТ им М.В. Ломоносова. Разработан датчик влажности воздуха на основе гетероструктуры, базовым элементом которой является висмутатно-боратное стекло. Датчик спосо-

бен проводить измерения во всем диапазоне относительной влажности воздуха с относительным стандартным отклонением не более 3%.

Кафедра ФАХ Томского ПУ. Разработан и внедрен в практику 19-ти испытательных лабораторий специализированный автоматический ВА-анализатор ПАН-As, предназначенный для определения мышьяка в водах различных типов, пищевых продуктах, почвах, биологических объектах. Анализатор работает без персонального компьютера. Принципиально новым в анализаторе является наличие в электрохимической ячейке трех индикаторных электродов, работающих одновременно. Для индикации результатов и ввода данных в приборе используется графический жидкокристаллический индикатор с сенсорной панелью. Имеется возможность подключения прибора к ПК через СОМ-порт для обработки данных на ПК и для изменения алгоритма работы.

Разработан анализатор ИТАН, сочетающий в себе возможности автоматизированного иономера, рН-метра и кондуктометра. Анализатор не имеет аналогов на Российском рынке аналитического оборудования, позволяет проводить как научные исследования, так и рутинные анализы. Его отличительными особенностями являются:

- для ввода данных и вывода результатов используется графический жидкокристаллический индикатор с сенсорной панелью;
- операции по подготовке и проведению измерений реализованы в диалоговом режиме и осуществляются автоматически;
- стандартные методики внесены в память прибора и имеется возможность создания новых методик проведения анализа различных объектов;
- результат анализа рассчитывается автоматически с учетом предварительной подготовки пробы к анализу;
- реализованы дополнительные возможности построения градуировочных графиков по любому числу точек; визуализация градуировочных графиков; проверки градуировки по стандартному раствору; построения независимых градуировочных графиков по различным ион-селективным электродам и сохранение их в памяти прибора; расчет крутизны градуировочной характеристики электрода и сравнение ее с паспортными данными на электрод.

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Сотрудниками научно-исследовательского отдела госэталонов в области физико-химических измерений разработаны стенд для испытаний средств индивидуальной защиты органов дыхания (СИЗОД), предназначенный для определения устойчивости к запылению противозащитных СИЗОД/элементов; эмиссионный искровой спектрометр ИСКРОН-2, предназначенный для прямого высокоточного экспресс-анализа металлов и сплавов; пленочный расходомер газа «ПОТОК», предназначенный для измерения объемного расхода невзрывоопасного газа. Разработан и изготовлен макет люминесцентного анализатора, проведены испытания по определению ультрамикроразнообразий кислорода на уровне ppb в реальных газах. Получен патент на полезную модель нового типа устройства для измерения концентрации дисперсной фазы аэрозоля.

Кафедра АХ Воронежской ГТА. Разработан газоанализатор для определения микроконцентраций аммиака с открытым входом, с одним высокоселективным пьезосенсором в качестве селективного элемента. Разработан пор-

тативный газоанализатор для неинвазивной диагностики заболеваний желудочно-кишечного тракта по выдыхаемому воздуху.

МИРЭА. Модернизирован универсальный датчик для вольтамперометрических анализаторов, предназначенный для определения микро и ультрамикроколичеств органических и неорганических компонентов растворов, а также для проведения различных электрохимических исследований. Универсальность датчика обеспечивается работой со статическим ртутным, ртутно-капающим и твердофазными электродами всех видов. Для интенсификации процесса при работе в инверсионном режиме предусмотрены различные способы перемешивания раствора.

С целью повышения производительности операций и обеспечения возможности задания циклической развертки напряжения с обработкой катодных и анодных вольтамперограмм и основных параметров программ, характеризующих электрохимический процесс, разработана новая версия программного обеспечения полярографов ПУ-1М, ПЛС-1М, ПУ-2 и ПЛС-2а. Оказана техническая помощь ряду лабораторий ЦГиЭ, промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов по эффективному применению вольтамперометрических анализаторов для повышения чувствительности, селективности, правильности и прецизионности результатов при определении As, Hg, Ni, Cr, Se, I. Внедрены прогрессивные вольтамперометрические режимы и модернизированы методики определения элементов.

НПО «Химвтоматика». В 2007 году разработан новый флуориметрический детектор (Модель 222) для работы в составе жидкостных хроматографов серии «ЦветЯуза». Принцип работы устройства основан на измерении светового потока флуоресценции детектируемого вещества, пропускаемого через аналитическую кювету. В конструкции детектора используются современные лавинные фотоприёмники, имеющие низкие фотометрические шумы, что обеспечивает низкий предел детектирования. Оригинальная электронная и оптическая схема детектора позволяет всего за 0,2 сек одновременно измерять два спектральных диапазона флуоресценции при двух различных спектрах возбуждения. Принципиальной научно-технической новизной является применение в конструкции проточной кюветы детектора планарных оптико-электронных элементов, что обеспечивает уменьшение уровня шума и снижение предела детектирования в 2 раза при значительном снижении стоимости детектора по сравнению с импортными аналогами. Микроконтроллер детектора управляет коммутацией источников излучения и обрабатывает результаты измерений с последующим выводом на РС. Программное обеспечение предоставляет расширенные возможности для управления прибором с РС в сканирующем режиме. Отличительными особенностями детектора являются:

- применение современных УФ светодиодов в качестве источника излучения;

- автоматический выбор спектральных линий возбуждения флуоресценции (365 нм или 470 нм), в том числе в процессе измерения (регистрации хроматограммы);

- автоматическая установка нулевой линии.

Флуориметрический детектор, (Модель 222) в составе жидкостного хроматографа «ЦветЯуза» (модификация – 05) предназначен для контроля ка-

чества лекарственных средств; пищевых продуктов и напитков (в частности для определения микотоксинов, полиаминов и др.); контроля загрязнений окружающей среды (ПАУ, включая 3,4-бензопирен); определения биомаркеров заболеваний, аминокислот и пептидов.

Разработан комплекс оборудования для определения антиоксидантного статуса человека по сыворотке крови и слюне. Комплекс включает устройства пробоотбора, миницентрифугу, инъекцион-нопроточную систему с амперометрическим детектором и мини компьютером (Note Book). Разработан биохимический полуавтоматический анализатор для количественного определения диагностически значимых компонентов крови и мочи. Ультрамикрокувета изготовлена с использованием волоконно-оптической технологии. Анализатор предназначен для фотометрического определения общего белка, альбумина, общего и прямого билирубина, холестерина, триглицеридов, мочевины, АлТ, АсТ, ЛДТ, α -амилазы, 17-КС, 17-ОКС, кислой и щелочной фосфатазы и др.

АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ

Неорганические соединения, в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы

ИХВВ РАН совместно с Нижегородским ГУ им. Н.И. Лобачевского.

Разработано хромато-масс-спектрометрическое определение примесей в сероводороде. Использован прибор Agilent 6890/5973N с ионизацией электронным ударом и квадрупольным масс-анализатором. Разделение примесей осуществляли в капиллярной PLOT колонке GS-Gaspro 60м x 0,32 мм. В качестве газаносителя использовали гелий марки "60". Объем вводимой газообразной пробы составлял 50 мкл при давлении 1 атм. Пределы обнаружения примесей рассчитывались по 3 σ -критерию и составили: Ar - $7 \cdot 10^{-7}$, N₂ - $7 \cdot 10^{-6}$, O₂ - $6 \cdot 10^{-6}$, PH₃ - 1, AsH₃ - $8 \cdot 10^{-7}$, CO₂ - $4 \cdot 10^{-6}$, COS - $3 \cdot 10^{-6}$, CS₂ - $1 \cdot 10^{-6}$, CH₃SH - $4 \cdot 10^{-5}$, CH₄ - $4 \cdot 10^{-6}$, C₂H₆ - $4 \cdot 10^{-6}$, C₂H₄ - $3 \cdot 10^{-6}$, C₃H₆ - $5 \cdot 10^{-6}$, C₃H₈ - $5 \cdot 10^{-6}$, *i*-C₄H₁₀ - $4 \cdot 10^{-6}$, *n*-C₄H₁₀ - $5 \cdot 10^{-6}$ мол. %. что в три – десять раз лучше достигнутых ранее с использованием насадочных колонок. Для метилмеркаптана, пропана, арсина и фосфина они достигнуты впервые. Правильность разработанной методики контролировалась методом варьирования объемом пробы.

Проведена идентификация и определены примеси органических веществ в тетрафториде германия высокой чистоты. Исследованы образцы природного изотопного состава и изотопно-обогащенные (содержание ⁷⁴Ge – 37,55-85,12%). Идентификацию примесей осуществляли хромато-масс-спектрометрическим анализом концентратов, полученных препаративной хроматографией. Использовался хромато-масс-спектрометр Agilent 6890/5973N. Установлено присутствие примесей CH₄, C₂H₄, C₂H₆, C₃H₆, C₃H₈, C₄H₈, *i*-C₄H₁₀, *n*-C₄H₁₀. Коэффициенты подобия табличных и исследованных масс-спектров составили 0,90 – 0,96. Газохроматографическое определение проводили с применением стеклянных насадочных колонок 3 м x 2 мм с γ Al₂O₃ + 4% NaOH и 1 м x 2 мм с Полисорбом-1. Для регистрации примесей

использовался ионизационно-пламенный детектор. Содержание примесей в изотопно-обогащенных образцах было в 3 – 7 раз меньше, чем в образцах с природной распространенностью изотопов германия. Впервые достигнуты пределы обнаружения углеводородов: CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6 , C_3H_6 – $2 \cdot 10^{-6}$, C_3H_8 , C_4H_8 – $3 \cdot 10^{-6}$, *i*- C_4H_{10} – $4 \cdot 10^{-6}$, *n*- C_4H_{10} – $6 \cdot 10^{-6}$ мол. %.

Разработана методика безэталоного хромато-масс-спектрометрического определения в силане и германе высокой чистоты веществ, недоступных в индивидуальном состоянии. Методика основана на использовании связи чувствительности детектирования примесей с сечением их ионизации. Расчёт сечения ионизации веществ проведен через молярную рефракцию веществ и через аддитивность сечения ионизации молекулы от входящих в её состав атомов. При расчёте сечений ионизации по правилу аддитивности погрешность определения коэффициентов чувствительности примесей находится в интервале 14 - 32 %, что значительно лучше, чем при расчете через молярные рефракции. Коэффициент корреляции составляет $R^2=0,9103$. Полученная корреляционная зависимость позволила определить концентрацию $\text{Si}_2\text{H}_6\text{O}$, Si_3H_8 , 1,1,1- $\text{C}_2\text{H}_3\text{F}_3$, транс-1,2- $\text{C}_2\text{H}_2\text{F}_2$, цис-1,2- $\text{C}_2\text{H}_2\text{F}_2$, $(\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$ и $(\text{CH}_3)_2\text{SiH}_2$ в силане и CH_3GeH_3 , Ge_2H_6 в германе высокой чистоты.

ИХТРЭМС РАН. Аттестована методика определения примесей в карбонате лития (10^{-4} - 10^{-7} %) методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией после сорбционного концентрирования на аминокарбоксильном волокне *АКВАПАН*. Разработана методика определения примесных элементов в чистом металлическом кобальте и солях кобальта методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Методика позволяет контролировать содержание 22 элементов на уровне 10^{-5} - 10^{-6} %. Разработанные методики предполагается использовать для контроля продуктов, получаемых по различным технологиям, разрабатываемым в ИХТРЭМС, и рекомендованы для использования на ОАО «Кольская ГМК» для контроля качества готовой продукции.

Институт монокристаллов НАН Украины. Исследованы условия атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного пламенно-фотометрического определения Na, K, Ca, Mg в металлическом цинке особой чистоты. Оптимизация параметров работы спектрометра для разных газовых смесей (ацетилен-воздух, ацетилен-оксид азота), а также использование хлорида цезия в качестве спектрохимического буфера позволили исключить взаимные влияния элементов и проводить градуировку по одному калибровочному графику. Пламенно-спектрометрические методы позволили определять Na, K, Ca, Mg в диапазоне содержаний (мас. %) $1 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-3}$ с относительным стандартным отклонением 0,02 – 0,05.

Разработана методика определения до $5 \cdot 10^{-4}$ % хлоридов в CsI(Tl), основанная на измерении светопоглощения суспензии хлорида серебра после введения в раствор нитрата серебра и удаления иодида (в виде I_2 , выделяющегося при добавлении нитрата марганца и перекиси водорода).

Изучены условия подготовки проб и определения Co(III) в кобальтатах редкоземельных и щелочноземельных элементов состава $\text{Ln}_{1-x}\text{M}_x\text{CoO}_3$, где Ln – Ho, Er, La; M – Ca, Sr, Ba. Разработана методика дифференциально-спектроскопического определения 20-30 % Co(III) в этих материалах. Метод

основан на растворении пробы в кислой среде в присутствии бромида калия и метилового красного. Выделяющийся при окислении ионами Co(III) бром реагирует с метиловым красным, что сопровождается обесцвечиванием красителя. Уменьшение светопоглощения раствора пропорционально содержанию Co(III). Величина s_r не превышает 0,01.

Разработаны методики определения активирующих добавок Eu и Pr в иодиде бария, основанные на спектрофотометрическом измерении светопоглощения комплексов редкоземельных элементов с хлорфосфоназо III. Найдены оптимальные условия, позволяющие определять от 0,2 до 5 масс.% Eu и Pr без отделения основы. Величина $s_r \leq 0,10$.

Предложен способ определения методом пламенной спектрометрии в порошках оксида алюминия α - и γ - модификаций примесей щелочных металлов – натрия, калия и кальция после их экстракции водой из шихты оксида алюминия. Исследована зависимость степени экстракции Na, K и Ca от размера частиц порошка. Правильность результатов определения подтверждена сравнением с результатами, полученными после растворения шихты оксида алюминия в конденсированной фосфорной кислоте.

Кафедра АХ МГУ. Разработан универсальный способ пробоподготовки и методики определения В, Р, и As в жаропрочных никелевых сплавах методом АЭС-ИСП.

В ГЕОХИ РАН разработан фотометрический метод определения на твердой фазе Th(IV), U(VI) и La(III) с органическими реагентами при совместном присутствии. Предварительное концентрирование элементов на твердой фазе позволяет повысить чувствительность и избирательность определения. Сорбция элементов осуществляется на три диска полиакрилонитрильного волокна, наполненного ионообменниками: ПАНВ-КУ-2 тория из 1 М HNO₃; ПАНВ-КУ-2 урана при pH 5 из раствора ЭДТА и ПАНВ-АНКБ-50 лантана при pH 2,5 из раствора фениларсоновой кислоты. Определение элементов на твердой фазе выполняется: тория раствором арсеназо III в среде 7 М HCl; урана раствором арсеназо III в 0,05 М HCl и лантана раствором арсеназо М в 0,05 М HCl. Предел обнаружения составляет 0,004 мкг/мл для тория и 0,01 мкг/мл для урана и лантана.

Кафедра неорганической и аналитической химии Удмуртского ГУ. Исследована возможность фотометрического определения меди в медных сплавах - латуни, бронзах, монетных сплавах - с применением хромового темно-синего, бериллона II, арсеназо (I), карбоксиарсеназо. Оценена точность полученных результатов. Апробированы методы устранения мешающих влияний легирующих элементов в медных сплавах с помощью различных маскирующих реагентов.

НПО «Спектрон». Разработана и аттестована ВНИИМ методика определения титана, ванадия, хрома, марганца, никеля и вольфрама в высоколегированных хромоникелевых сталях методом отбора проб на шлифовальные шкурки и рентгенофлуоресцентного анализа на рентгеновском спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-G». Разработана и аттестована ВНИИМ методика определения металлов и оксидов металлов в разбавленных борной кислотой коррозионных отложениях на рентгеновском флуоресцентном спектрометре «Спектроскан».

Кафедра стандартизации и сертификации МИТХТ им М.В. Ломоносова. Разработана методика люминесцентного определения РЗЭ и переходных элементов при их совместном присутствии в составе кристаллических и стекловидных оксидных систем.

Благородные металлы

ИОНХ РАН. Предложена методика определения 0,3 – 2,6 мг палладия в тетранитропалладате(II), $K_2Pd(NO_2)_4$, сочетающая быстрое превращение этого соединения в H_2PdCl_4 при нагревании его солянокислого раствора в микроволновой печи и последующее спектрофотометрическое определение Pd по окраске его комплекса с арсеназо III. Скорость превращения $K_2Pd(NO_2)_4$, в H_2PdCl_4 при нагревании в МВ-печи в десятки раз выше, чем при термическом нагревании.

Кафедра ФАХ Томского ПУ. Разработана методика определения палладия в золоторудном сырье. Методика предусматривает вскрытие пробы царской водкой, экстракционное выделение диметилглиоксиматного комплекса палладия хлороформом. При таком способе выделения палладия происходит частично экстракция золота. Разработано два способа устранения мешающего влияния золота: на стадии пробоподготовки путем восстановления золота (III) за счет ультрафиолетового облучения раствора или на стадии анализа - с помощью специализированной компьютерной программы по разделению налагающихся пиков. Проведено сравнение результатов определения палладия в золоторудном минеральном сырье и углистых сланцах. Разработана методика определения осмия методами вольтамперометрии и инверсионной вольтамперометрии по «обратным» пикам в рудах и рудных концентратах, позволяющая определять до 10^{-9} % осмия в минеральном сырье.

Кафедра стандартизации и сертификации МГАТХ им. М.В. Ломоносова. Разработана методика определения родия по каталитической реакции окисления сульфарсазена периодатом калия на проточно-инжекционном многофункциональном анализаторе Пиакон-30. Диапазон определяемых концентраций $5 \cdot 10^{-7}$ моль/л – $1 \cdot 10^{-7}$ моль/л. Нижняя граница определяемых концентраций $1 \cdot 10^{-7}$. Предел обнаружения $1,2 \cdot 10^{-7}$. Мешающие определению примеси: Ni, Fe, Cu, Ru, Ir.

Природные и синтетические вещества, элементоорганические соединения, полимеры

Лаборатория газовой хроматографии химического факультета СПбГУ. Показано, что возможности аппроксимации различных физико-химических констант органических соединений с использованием рекуррентных соотношений не ограничиваются конкретными гомологическими рядами. Одни и те же свойства разных рядов могут быть описаны едиными рекуррентными уравнениями, что показано на примерах температур кипения, диэлектрических проницаемостей и растворимости органических соединений в воде. Эта закономерность использована для создания единых алгоритмов расчета

различных констант органических соединений по значениям констант предыдущих гомологов.

Институт монокристаллов НАН Украины. Разработана методика диэлькометрического определения до $n \cdot 10^{-3}$ мг/мл воды в спиртах (метанол, этанол). Методика основана на измерении диэлектрической проницаемости спирта с использованием специально сконструированной для этой цели ячейке.

В лаборатории микроанализа ИХЭОС РАН обнаружены особенности минерализации фторорганических соединений с невысоким содержанием фтора (до 15%) при сожжении вещества на дробленном кварце в трубке в токе кислорода. Показано, что при сожжении таких соединений на дробленном проплавленном кварце SiF_4 практически не образуется. При этом появляется возможность экспресс-гравиметрического определения из одной навески С, Н и золуобразующего гетероэлемента во фторорганических соединениях с содержанием фтора до 15%.

Установлено мешающее влияние бромфенолового синего, связанное с присутствием сульфокислотных SO_3H -групп в молекуле индикатора, на титриметрическое определение сульфат-иона при последовательном титриметрическом определении из одной навески Cl и S или Br и S по Шёнигеру.

Обнаружено, что при меркуриметрическом определении высоких концентраций брома по Шёнигеру возникают ошибки, связанные с традиционным определением поправочного коэффициента $K_{\text{попр}}$ к титру $0,01\text{M Hg}(\text{NO}_3)_2$ по точным навескам NaCl. Разработана методика определения Br в $\text{C}_{60}\text{Br}_{24}$, основанная на установлении $K_{\text{попр}}$ после сожжения по Шёнигеру бромбензойной кислоты.

Предложена простая и экспрессная методика определения бора и фтора из одной навески в органических борфторидах, основанная на сожжении образца в колбе с кислородом и спектрофотометрическом определении каждого из элементов в отдельных аликвотах поглотительного раствора. Таким образом, из методики определения бора исключено длительное и трудоемкое сплавление образца со щелочью. Общее время определения бора и фтора значительно сокращено за счет использования единого способа минерализации при определении двух элементов

Проведен элементный анализ нового отечественного стандартного образца состава - трифторметилморфолинотиадиазола (г.Екатеринбург, ИОС УрО РАН).

Начата апробация автоматического CHNS-анализатора нового поколения Vario Microcube Elementar (Германия) с программируемой термодесорбционной колонкой для разделения продуктов разложения органических соединений.

В ИФХЭ им. А.Н. Фрумкина РАН разработан комплекс масс-спектрометрических методов, состоящий из хромато-масс-спектрометрического, термодесорбционного масс-спектрометрического и лазерно-инициированной десорбции с ионизацией в матрице для контроля процессов коррозии конструкционных материалов при контакте с ракетным топливом, позволяющим регистрировать начало процесса коррозии или разложения топлива за счет обнаружения и идентификации микропримесей.

В ИБФ им. Н.М. Эмануэля РАН разработаны основы аналитического применения органической окси-хемилюминесценции при исследовании различных окислительных процессов в присутствии антиоксидантов, которые, подавляя окислительные процессы, тушат возникающее в них свечение. Новый подход основан на конкуренции диспропорционирования пероксидных радикалов, приводящего к возбуждению эмиттера света, и перехвата этих радикалов молекулами антиоксиданта, сопровождаемое тушением свечения.

В ГЕОХИ РАН разработан кинетический метод анализа органических веществ, находящихся в неокисляемой неорганической матрице. Основой метода является термическая (или термоокислительная) деструкция органических веществ в потоке инертного газа (или инертного газа с заданным содержанием кислорода) при наложении температурного градиента на исследуемый образец с последующим исчерпывающим окислением продуктов деструкции в потоке инертного газа с дозируемым содержанием кислорода. В качестве первичного аналитического сигнала выступает убыль содержания кислорода в инертном газе-носителе. Метод может быть использован для установления идентичности нефтепродуктов, сложных смесей органических соединений и др.

Для определения азотсодержащих гетероциклов применен метод лазерно-индуцированной десорбции и ионизации на поверхности. Установлено, что основной путь ионизации исследуемых веществ заключается в образовании протонированных ионов. В этих условиях вещества с низким сродством к протону не ионизируются, что определяет высокую селективность метода в присутствии, например, растворителей. Предел обнаружения различных гетероциклических соединений этим методом составляет 0,1-10 нг/мл.

В Казанском ГУ разработаны модифицированные металлами, их оксидами, комплексами или их композитами электроды на основе графитовых материалов, позволяющие повысить чувствительность, селективность и расширить круг объектов анализа с использованием органической вольтамперометрии. Использование принципов электрокатализа позволяет использовать электроды в качестве медиаторных биосенсоров и детекторов в проточно-инжекционном анализе, при этом предел обнаружения уменьшается на 1-4 порядка по сравнению с немодифицированными электродами.

На кафедре АХ МГУ в качестве индикаторной реакции при определении органических соединений кинетическим методом исследована реакция декарбоксилирования глицина метиленовым синим. В реакциях декарбоксилирования аминокислот в качестве окислителя выступает метиленовый синий, а катализатором – изатин. Катализатор восстанавливается глицином до изатида, а последний быстро окисляется метиленовым синим, который восстанавливается до бесцветной формы и затем быстро окисляется растворенным кислородом. Когда весь кислород израсходован, начинается уменьшение интенсивности окраски метиленового синего, измеряемую при 650 нм. Изатин легко взаимодействует с нуклеофильными агентами за счет карбонильной группы в положении 3, что должно приводить к изменению реакционной способности катализатора и изменению скорости индикаторной реакции в присутствии таких нуклеофилов.

В Воронежской ГТА разработана методика экстракционно-хромато-цветометрического определения сульфазокрасителей в водных стоках и пищевых продуктах. Методика применима для определения наиболее распространенных пищевых красителей Е 110, Е 122, Е 123, Е 124 и исходных продуктов для их синтеза, содержание которых в красителях не нормируется (1- и 2-нафтолы, 1-нафтол-4-сульфоокислота, 2-нафтол-6-сульфоокислота). Время единичного определения 40 мин, погрешность определения не более 15%.

Представленный в отчет совета материал за 2007 г. в области анализа природных и синтетических органических объектов свидетельствует, что основное внимание за этот период времени уделялось следующим направлениям:

- общетеоретическим вопросам;
- разработке методов модифицирования аналитической матрицы с целью получения удобной аналитической формы определяемого соединения;
- разработке материалов для электрохимических сенсоров;
- разработке новых и совершенствованию существующих инструментальных методов анализа

Указанные направления в целом соответствуют современному развитию этого направления.

Важными достижениями отечественной аналитической науки в области анализа природных и синтетических органических объектов является разработка новых и адаптация известных методов определения органических соединений для анализа сложных объектов. Однако необходимо отметить некоторое снижение общего числа публикаций по органическому и элементному анализу.

Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты

Медицинские объекты. Липецкий ГТУ. Разработаны методики определения специфичных антител к ДНК и бактериям *Yersinia enterocolitica* с использованием пьезокварцевых иммуносенсоров в сыворотке крови для выявления аутоиммунных заболеваний (системная красная волчанка, ревматоидный артрит, гломерулонефрит) и инфекционного заболевания (иерсиниоз) на ранних стадиях.

Кафедра АХ Воронежской ГТА. Разработан экспрессный способ диагностики наличия и уровня активности микроорганизмов *Helicobacter pylori* (in vivo) в желудке и двенадцатипестной кишке.

Кафедра АХ МГУ. С использованием разработанной ранее методики выполнен анализ нескольких сотен проб мочи женщин, больных заболеваниями молочной железы разных клинических групп (мастопатии, фибroadеномы, рак молочной железы (РМЖ)). Предложен математический алгоритм первичной обработки полученного массива данных. Превышение значений содержаний измененных и неизмененных нуклеозидов в пробах больных РМЖ относительно контрольной группы больных мастопатией и фибroadеномой достига-

ет 1,7 –3,5 раза для семи нуклеозидов, уменьшение обнаружено для трех нуклеозидов в 0,5-0,6 раз; доказана возможность использования одиннадцати измененных и неизмененных нуклеозидов для диагностики РМЖ, мастопатий и фиброаденом. Создана методика определения измененных и неизмененных нуклеозидов в моче. Установлен ряд принципиальных различий в содержании нуклеозидов условно здоровых и больных РМЖ. Проведенные исследования открывают перспективы разработки на основе полученных данных диагностического алгоритма.

Кафедра АХ СПбГУ. Разработана методика циклического инъекционно-фотометрического определения фосфат-ионов в моче.

Саратовский ГУ совместно с Саратовским государственным медицинским университетом разработали методики определения электролитов (K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , $Ca_{общ}$, Cl^-) в смешанной слюне и сыворотке крови больных при различных патологиях. Установлены корреляции между содержанием электролитов в сыворотке крови и жидкости ротовой полости.

НПО «Химваوماتика». Разработана методика определения гомоцистеина в плазме для ранней диагностики сердечно-сосудистых заболеваний.

Кафедра химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета совместно с кафедрой АХ Воронежского ГУ и кафедрой фармацевтической химии Воронежской государственной медицинской академии. Разработана методика количественного определения белков (лизоцима) в слезной жидкости и методика диагностики заболеваний роговицы глаза методом ИК-спектроскопии.

Фармацевтические препараты. На кафедре АХ Омского ГУ разработаны экспрессные методики одновременного спектрофотометрического определения ряда лекарственных веществ (анальгин, кофеин, хинин, папаверин, дибазол и др.) в серийно выпускаемых лекарственных препаратах. Методики основаны на применении хемометрических алгоритмов (PLS, метод множественной линейной регрессии, метод Фирордта с применением нескольких наборов длин волн) и не требуют разделения веществ. Результаты, получаемые с применением разных методик, хорошо согласуются между собой, а также с результатами применения фармакопейных методик. Анализ одного препарата сложного состава по разработанным методикам занимает не более 30 минут, погрешность – 1-5% отн.

На кафедре АХ Воронежского ГУ совместно с научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности разработан способ получения очищенной β -фруктофуранозидазы при сохранении ее высокой ферментативной активности и обеспечении чистоты целевого продукта.

На кафедре АХ Воронежской ГТА. разработан комплекс экстракционно-электрохимических (потенциометрическое и кондуктометрическое титрование, капиллярный электрофорез) способов определения 15-ти α -аминокислот в водных средах и фармацевтических препаратах. Способы апробированы при анализе препаратов «Метионин» и «Anabolyc Fuele».

На кафедре АХ МГУ разработан способ определения микропримесей в фармпрепаратах, основанный на использовании экстракции растворителем, слаборастворяющим активное вещество, выделении примесей из экстракта в присутствии сорбента и ГХ/МС анализе всего концентрата. Предложена методика количественного анализа новых многокомпонентных лекарственных препаратов «Пентамакс» и «Пенталгин с пропифеназоном и дротаверином» методом ВЭЖХ. По методу «введено-найденно» проанализированы модельные смеси, содержащие все действующие и все вспомогательные вещества таблеток и показано отсутствие систематической ошибки определения. Проведен анализ опытно-экспериментальных образцов таблеток. Полученные результаты соответствуют требованиям нормативно-технической документации и технологическим нагрузкам.

Предложена методика количественного анализа нового оригинального лекарственного препарата – таблеток «Коделак бронхо» методом ВЭЖХ. Методика проста в исполнении и экспрессна. Действующие вещества таблеток разделяются в течение шести минут при эффективном разрешении пиков всех компонентов. При анализе модельных смесей, содержащих все действующие и все вспомогательные вещества таблеток, подтверждена достоверность получаемых результатов. Проведен анализ опытно-экспериментальных образцов таблеток. Полученные результаты соответствуют требованиям нормативно-технической документации и технологическим нагрузкам.

Показаны возможности современных разновидностей люминесцентной спектроскопии применительно к определению лекарственных веществ различных фармакологических классов (β -адреноблокаторов, стимуляторов и противогрибковых препаратов) в волосах и ногтях человека.

Разработанная ферментативная методика определения гваякола применена для анализа гомеопатического лекарственного препарата.

Кафедра АХ Южного федерального университета. Разработана методика определения ряда бензозол-2-тионов, проявляющих антигиперлипидную активность и образующих комплексы переноса заряда с молекулярным иодом. Биологическая активность исследуемых тионов зависит от электронной плотности на донорном атоме серы, которая связана с гетероатомами N, O, S в составе гетероароматического фрагмента. Для количественного определения был выбран метод ВЭЖХ (колонка C-18, скорость подачи подвижной фазы 1мл/мин) со спектрофотометрическим детектированием. В качестве подвижной фазы выбрана смесь ацетонитрил-ацетатный буфер с pH=4.47 (30:70). Детектирование проводят при 290 нм практически без потери чувствительности. Градуировочный график линеен в диапазоне $5 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^{-3}$ М, $c_{\min} = (4.3-4.8) \cdot 10^{-6}$ М. Методика селективна, метрологические характеристики удовлетворительны ($s_r \sim 0.01$).

В лаборатории микроанализа ИНЭОС РАН разработана упрощенная методика спектрофотометрического определения фосфора в виде фосфорномолибденовой гетерополикислоты (восстановитель – метолсульфит) в новом противоопухолевом препарате «Лигфол», не требующая минерализации пробы.

Биообъекты. *На кафедре химии Воронежского государственного архитектурно-строительного университета совместно с кафедрой анали-*

тической химии ВГУ и кафедрой фармацевтической химии Воронежской государственной медицинской академии разработаны спектрофотометрические и цветометрические методики количественного определения нитратов и нитритов в биологических жидкостях, алифатических аминокислот, фенолов в водных растворах, белка лизоцима в водных растворах и слезной жидкости, антоциановых пигментов в водных и спиртовых экстрактах.

В лаборатории газовой хроматографии химического факультета СПбГУ предложены схемы хроматографического (ОФ ВЭЖХ) и электрофоретического (МЭКХ) определения синтетических стероидных (кортизона, дексаметазона, кортинена) и нестероидных противовоспалительных препаратов в биологических жидкостях с УФ-детектированием.

На кафедре ФАХ Томского ПУ разработаны методики определения кальция в волосах методом амперометрического титрования. Подобраны оптимальные условия подготовки проб и проведена метрологическая аттестация методики в диапазонах содержания кальция от 0.1 г/кг до 20,0 г/кг.

На кафедре АХ МГУ разработанные ферментативные методики определения хлорпромазина, допамина, гомованилиновой кислоты применены для анализа биологических жидкостей.

На кафедре АХ Дальневосточного ГУ оптимизирована методика ВЭЖХ определения левомецитина и стрептомицина при их совместном присутствии в биологическом объекте. Исследована динамика сезонного изменения состава дитерпеновых алкалоидов растения рода *Aconitum*, потенциальных источников биологически активных соединений. Определены оптимальные сроки заготовки сырья. Методом ГХ-МС доказано, что основной алкалоид тугиаконитин присутствует в растении в виде нескольких оптических изомеров.

Определение антиоксидантной активности. ***В Уральском ГЭУ*** разработана методика определения антиоксидантной активности (АОА) биологических объектов методом потенциометрии с применением анализатора МПА-1.

В НПО «Химавтоматика» разработана и аттестована методика определения антиоксидантов в напитках и пищевых продуктах, биологически активных добавках, экстрактах лекарственных растений амперометрическим методом. Определено суммарное содержание антиоксидантов в овощах (16), фруктах (10), ягодах (25), зеленом чае (37), черном чае (23), красном вине (39), коньяках (50), меде (103) (в скобках указано число проанализированных образцов разных сортов). Совместно с лабораторией электрохимии института химии ДВО РАН изучены антиоксидантные (восстановительные) свойства арабиногалактана (АГ), полученного из лиственницы сибирской. Методами потенциометрии, вольтамперометрии и кулонометрии на платиновом и графитовом электродах определены окислительно-восстановительные потенциалы, факторы эквивалентности, число электронов при окислении арабиногалактана. Определена АОА АГ методом катодной вольтамперометрии по току кислорода, потенциометрическим методом по потенциалу медиаторной системы, кулонометрическим методом по количеству электричества, затраченного на окисление АГ электрогенерируемым бромом.

Особый интерес представляет работа, выполненная на кафедре АХ МГУ по диагностике женских заболеваний на основании определения уровня

нуклеозидов в моче больных, развитие многокомпонентного анализа лекарственных форм, а также работы по определению антиоксидантов. Количество таких работ увеличивается, предлагаются новые интересные подходы, разрабатываются новые методики, создаются специальные приборы.

Пищевые продукты и корма

В 2007 г. анализ пищевых продуктов выполнялся по трем направлениям:

- Определение биологической ценности пищевых продуктов;

Новые способы определения антиоксидантной активности продуктов, биологически активных добавок разработаны на *кафедрах АХ МГУ* (кинети́ческое ингибирование пероксидного окисления липидов), *Кубанского ГУ* (потенциометрия, вольтамперометрия, обращенно-фазовая ВЭЖХ), на *кафедре химии Уральского ГЭУ* (потенциометрия с применением анализатора МПА-1).

Биологическая ценность продуктов устанавливалась также по определению индивидуальных компонентов. Разработаны методики определения дубильных веществ (*Кубанский ГУ*), антоцианов (*Воронежский ГУ, Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, НИИ технологий медицинской промышленности*), витаминов (*Лаборатория газовой хроматографии СПбГУ, кафедра ФАХ Томского ПУ*), состава функциональных групп молекул пектина (*Воронежский госагроуниверситет*) в растительном сырье, сокодержащих напитках, масле, муке, хлебе и хлебобулочных изделиях.

- Установление общей характеристики объектов (распознавание образов);

С применением газоанализатора «пьезоэлектронный нос» (*кафедра АХ Воронежской ГТА*) выполнены исследования по распознаванию мускатного аромата винограда и варено-копченых колбас. Предложен способ оценки уровня микробиологической порчи продуктов для детского питания. Разработана методика установления фальсификации вин по комплексу физико-химических показателей (*кафедра ФАХ Томского ПУ*).

- Определение степени безопасности готовых продуктов и сырья;

Определение токсичных органических и неорганических соединений, а также патогенных микроорганизмов выполнено на примере хлорацетанилидных гербицидов и патогенных бактерий *Yersinia enterocolitica* (пьезокварцевые иммуносенсоры, *Липецкий ГТУ*), биоприоритетных НП АВ (потенциометрический сенсор, *Саратовский ГУ*), антибиотика левомецитина (*кафедра АХ Дальневосточного ГУ, кафедра АХ и ХЭ Саратовского ГУ*), органических микропримесей в меде (сверхкритическая флюидная экстракция и хроматографический анализ всего экстракта методом ГХ/МС, *Кафедра АХ МГУ*), солей никеля в масложировой продукции, Se(IV) в водах, готовых продуктах и сырье (инверсионная вольтамперометрия, *кафедра ФАХ Томского ПУ*), меди в сухих молочных смесях (тушение люминесценции, *Уральский ГУ*).

Во ВНИИ Метрологии им. Д.И. Менделеева совместно с институтом цитологии РАН ведут работу по исследованию механизмов изменения кинети-

тики полимеразной цепной реакции в зависимости от различных типов ингибиторов термостабильной ДНК-полимеразы для обеспечения достоверности количественного анализа генно-модифицированных источников (ГМИ) методом ПЦР в реальном времени. Работа позволит обеспечить возможность проведения эпидемиологических исследований для оценки влияния ГМИ на здоровье населения, обеспечить достоверную маркировку продуктов питания содержащих ГМИ.

Работы по исследованию кормов в 2007 г. не представлены.

Все научно-практические исследования выполнены впервые и соответствуют современному уровню развития методов анализа пищевых продуктов. Вместе с тем следует отметить фрагментарность исследований, отсутствие общих целей и подходов. В отчетах аналитиков и организаций не представлены работы по применению системы «электронный язык» для анализа пищевых продуктов, не представлены проточно-инжекционный анализ, капиллярный электрофорез, другие современные информативные методы.

Природный газ, нефть и нефтепродукты

ВНИИГАЗ. Разработаны и рекомендованы к применению стандарты ОАО «Газпром», посвященные определению химического состава нестабильного газового конденсата (НГК) методами газовой хроматографии: «Конденсат газовый нестабильный. Методы определения компонентно-фракционного и группового углеводородного состава», «Конденсат газовый нестабильный. Определение сероводорода и меркаптанов методом газовой хроматографии», «Конденсат газовый нестабильный. Определение метанола методом газовой хроматографии». Стандарты созданы на основе оригинальных методик анализа, разработанных в ООО «ВНИИГАЗ», не уступающих (либо превосходящих) зарубежные аналоги. Особенности и преимуществами разработанных методов по сравнению с действующими являются:

- при определении углеводородного состава возможен прямой (без разгазирования) анализ проб НГК, находящихся под давлением до 70 атм;
- индивидуальное определение меркаптанов и других легко- и среднелетучих серосодержащих соединений с высокой чувствительностью проводится с использованием пламенно-фотометрического детектора;
- определение метанола методом парофазной газовой хроматографии проводится после его извлечения из проб НГК в водный солевой раствор.

В отсутствие ГОСТов, обладающих аналогичными метрологическими показателями, данные НТД могут быть использованы не только дочерними обществами ОАО «Газпром», но и независимыми производителями.

Кафедра стандартизации, сертификации и аналитического контроля Кубанского ГТУ. Исследовано применение контрольных карт для мониторинга стабильности погрешности общей системы учета нефти и газа при сдаче в систему магистральных нефтепродуктов. На основе анализа деятельности метрологической службы нефтедобывающей компании установлено, что совместное применение карт Шухарта и контрольных карт кумулятивных сумм позволило увеличить эффективность процедуры контроля метрологических

характеристик, сократить затраты ресурсов, связанных с процессами измерений, испытаний и контроля, оперативно реагировать на происходящие в системах отклонения и принимать меры для их корректировки и устранения последствий от действий негативно влияющих факторов.

Объекты окружающей среды

Воды

ИХТРЭМС РАН. Разработана методика многоэлементного определения алюминия, железа кобальта, кадмия, марганца, меди, никеля, свинца, хрома и цинка в воде методом атомно-эмиссионной спектрометрии после предварительного концентрирования на аминокарбоксильном волокне **АКВАПАН**. Сорбционное концентрирование в проточном режиме позволяет достигать коэффициентов концентрирования до 200. Анализ концентрата проводили на приборе ICPE-9000 (ф. Shimadzu, Япония). Минимально определяемые концентрации – 0,1 мкг/л.

ИГЕМ РАН, Курский ГУ. Разработаны новые методики сорбционно-атомно-абсорбционного определения Cr(III) и Cr(VI) при совместном присутствии в питьевых, природных и сточных водах, основанные на предварительном концентрировании с использованием нового синтезированного полимерного хелатного сорбента полистирол-метилбенз-триазола. Анион Cr(VI) сорбируется при $\text{pH}_{\text{опт}} = 2,0 - 2,2$, а катион Cr(III) при $\text{pH}_{\text{опт}} = 5,5 - 6,5$. Различие в $\text{pH}_{\text{опт}}$ обусловило возможность проведение сорбции одной формы хрома в присутствии другой. Новые методики позволяют количественно (95 – 100 %) извлекать ионы хрома из почв, питьевых, природных и сточных вод (из 500 мл) в фазу сорбента массой не более 0,05 г. Методики апробированы на реальных объектах и характеризуются высокой избирательностью, низким пределом обнаружения (0,01 мкг/л), высокой воспроизводимостью результатов ($S_r = 0,01 - 0,08$) при содержании элементов на уровне $10^{-6} - 10^{-7} \%$. Концентрированию не мешают $n \cdot 10^5$ кратные количества Na^+ , Ca^{2+} , Cl^- , NO_3^- ; $n \cdot 10^4 - \text{NH}_4^+$, Mg^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Al^{3+} ; $n \cdot 10^3 - \text{K}^+$, Ba^{2+} , Fe^{3+} , SO_4^{2-} ; $n \cdot 10^2 - \text{Pb}^{2+}$, Cd^{2+} , CO_3^{2-} , HPO_4^{2-} . Методики апробированы при анализе почв, природных и сточных вод Курского региона.

ИГЕМ, Орловский ГУ. Разработаны новые эффективные сорбционно-инверсионно-вольтамперометрические методики индивидуального и группового концентрирования, выделения и определения свинца(II) и цинка(II) в природных и сточных водах с сорбентом полистирол-2-окси-1'-азо-3',5'-динитробензолом. Новые методики позволяют с высоким коэффициентом концентрирования извлекать микроколичества этих элементов из природных и технических вод (из 500 мл) в фазу сорбента массой не более 0,05 г. Методики апробированы на реальных объектах и характеризуются высокой избирательностью, низким пределом обнаружения (0,01 мкг/л), высокой воспроизводимостью результатов ($S_r = 0,01 - 0,03$) при содержании элементов на уровне $10^{-2} - 10^{-7} \%$.

Институт монокристаллов НАН Украины. Разработаны экспрессные тестовые методы обнаружения и определения примесей Fe, Cu, Mn и Ni в питьевых и природных водах. Изучены условия тестового определения примесей Fe (II, III), Cu (I, II), Mn (II), Ni (II) в поверхностных и подземных водах на уровне ПДК и ниже.

На кафедре АХ Воронежской ГТА разработаны селективные методики экстракционно-потенциометрического определения гидрохинона, пирокатехина, резорцина, моно- и динитрозорезорцинов в природных и технологических водах; в качестве экстрагента и среды для неводного кислотно-основного титрования применен ацетон, характеризующийся высокой дифференцирующей способностью, экстракционно-сорбционно-фотометрического определения фенола в присутствии фенолсульфокислот, а также фенола и 1-нафтола в присутствии сульфокислот методом ВЭЖХ.

Нижегородский ГУ. Предложена методика фотометрического определения примесей лантаноидов в технологических водных растворах ураноарсенатов и уранованадатов этих элементов. Определение основано на фотометрическом титровании растворов трилоном Б с использованием в качестве индикатора ксиленолового оранжевого. Лантаноиды образуют с трилоном Б устойчивый комплекс, в то время, как уран не реагирует с этим реагентом. Показано, что десятикратный молярный избыток урана не мешает определению лантаноидов. Разработанная методика позволила увеличить селективность определения лантаноидов и определять их на уровне концентраций 10^{-4} моль/л. Установлен состав и характеристика образующихся комплексов лантаноидов с ксиленоловым оранжевым (константы образования, условные молярные коэффициенты поглощения). Разработанные методики использованы для определения растворимости ураноарсенатов лантаноидов.

Для оценки качества природных минеральных вод, содержащих токсичные и биогенные формы кислотообразующих элементов, предложено сочетание методов ионной хроматографии и редокс-фотометрии. Пределы обнаружения фторид-, бромид-, нитрат- и нитритионов в присутствии 10^3 -кратного избытка хлорида, гидрокарбоната и сульфата методом ионной хроматографии с селективным анионообменником и кондуктометрическим детектированием составляют 0,02-0,2 мг/л. Редокс-фотометрический контроль селена (IV) и иодида в широкой области концентраций (10^{-4} – 1 мг/л) позволил реализовать предел обнаружения $5 \cdot 10^{-5}$ мг/л. Методика позволяет определять селенионы в присутствии селена (VI), серы (IV), мышьяка (III, V) и теллура (IV, VI), предельные массовые отношения которых составляют 50, 50, 10^6 и 10^6 соответственно. Определению иодидов на уровне $1 \cdot 10^{-4}$ мг/л не мешает 10^6 – кратный избыток карбонат-, хлорид-, сульфат-ионов, а также ионов натрия, калия, кальция и магния. По своим возможностям рекомендуемый способ является конкурентноспособным среди современных инструментальных методов контроля. Относительная погрешность предлагаемых методик анализа не превышает 20 % .

Кубанский ГУ. Синтезированы 1-(2-карбоксифени)-3,5-дифенилформаза, 1-(2-карбоксифени)-3-фурил-5-фенилформаза, 1-(2-карбоксифени)-3-(2-(4-нитрофенил)-пирролил)-5-фенилформаза и исследованы реакции их комплексообразования с медью. Изучена возможность экс-

тракционно-спектрофотометрического определения микроколичеств меди в водах. Исследованы состав аналитической формы, влияние различных физико-химических факторов на условия определения меди. Методика позволяет определять от 0,03-0,016 мг/л меди, что в 30-60 раз ниже ПДК для питьевой воды.

Кафедра АХ Воронежского ГУ. Проведены мониторинговые исследования качества поверхностных вод на территории Пуровского района Ямало-Ненецкого АО РФ. Результаты анализа природной воды за период 2002 – 2007 г.г. обработаны графическим методом (диаграммы размахов) и методом доверительных интервалов Шеффе и представлены в виде рисунков и таблиц. Определены основные фоновые показатели качества воды в водотоках и допустимые границы их изменений. Установление фоновых значений макро- и микрокомпонентов может быть использовано для установления прямого антропогенного загрязнения воды. Дана оценка качеству подземных вод, используемых в питьевых и хозяйственных целях. Отмечено превышение значений нормативных показателей для питьевой воды по ряду компонентов (железу, марганцу, кремнию и аммонийному азоту).

Воздух

Воронежская ГТА. Разработан способ диагностики воздуха жилых и офисных помещений, основанный на определении фенола, альдегидов, кетон, продуктов жизнедеятельности плесневых грибов с применением системы «пьезоэлектронный нос». Предложено тонкопленочное комбинированное селективное покрытие пьезосенсора для определения микроколичеств аммиака.

Почвы

Кафедра АХ МГУ. Разработаны новые схемы разделения продуктов разложения НДМГ с применением градиентного элюирования в режимах обращенно-фазовой и ионной хроматографии, что позволило выявить дополнительно к идентифицированным ранее ряд сильноудерживаемых продуктов разложения в водно-почвенных суспензиях, содержащих НДМГ: 1-метил-1,6-дигидро-1,2,4,5-тетразин, N,N-диметилгуанидин, диметилгидразоны глиоксала и ацетальдегида. Проведено исследование водных вытяжек из дерново-подзолистых почв, подвергнутых загрязнению НДМГ в естественных условиях, методами жидкостной хроматографии. Установлено отсутствие в вытяжках несимметричного диметилгидразина, нитрозодиметиламина, тетраметил-2-тетразена. В то же время найдены диметиламин, диметилгидразид муравьиной кислоты, 1-метил-1,2,4-триазол и N,N-диметилгуанидин. Таким образом продемонстрировано наличие этих соединений как экотоксикантов в местах проливов НДМГ на поверхность почв и актуальность изучения их поведения в окружающей среде.

Некоторые другие результаты прикладных исследований

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Проведена аттестация 140 методик количественного химического анализа воздуха атмосферы и рабочей зоны, выбросов, природных и сточных вод, донных отложений, продуктов пищевой, химической, нефтехимической, газовой, металлургической промышленности. При аттестации методик использовалась эталонная аппаратура и эталонные материалы, разработанные ВНИИМом. Проведен анализ более 8000 проб грунтов, воды и воздуха. Работы проводились для Российского Геоэкологического Центра, Новолипецкого металлургического комбината, ОАО «Северсталь», ТНК-ВР, ООО «Дирол-Кэтбери», фабрики «Ригли», ОАО «Силовые машины» и др. предприятий и фирм.

Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика». Разработаны, аттестованы и внесены в государственный реестр новые типы стандартных образцов состава растворов несимметричного диметилгидразина (гептила), диметиламина, тетраметилтетразена и нитрозодиметиламина - загрязнителей окружающей среды компонентами ракетных топлив.

ГЕОХИ РАН. С применением методов, основанных на синхротронном излучении, определены формы существования плутония в грунтовых водах Карачаевского ореола загрязнения (ФГУП ПО Маяк). Установлено квазиравновесие между формами Pu(IV), сорбированными на коллоидных частицах, и растворенными формами Pu(IV, V). Создана математическая модель коллоидного (ускоренного) переноса плутония, описывающая динамику его распространения в подземной среде. Методом фотонной корреляционной спектроскопии определены концентрации коллоидных частиц различного размера в зависимости от химического состава грунтовых вод. Установлено, что общая концентрация частиц возрастает с увеличением содержания техногенных веществ в воде. Максимальная концентрация наблюдается для частиц размером 200 нм независимо от состава вод. Доля коллоидных частиц размером менее 200 нм уменьшается с увеличением ионной силы вод. Методом темнопольной сканирующей просвечивающей микроскопии с регистрацией электронов, рассеянных под большими углами, обнаружены техногенные наночастицы, содержащие уран, плутоний, самарий и хром. Показано, что подобные частицы могут мигрировать на расстояние до двух километров от источника загрязнения. Коллоидное вещество, выделенное из образцов грунтовых вод Карачаевского ореола загрязнения (ФГУП ПО Маяк), было изучено методами масс-спектрометрии вторичных ионов и околограничной структуры спектров рентгеновского поглощения. Установлено, что основным носителем актинидов в исследуемых водах являются оксигидроксиды железа (гетит, гематит, маггемит). В грунтовой воде наблюдается квазиравновесие между формами Pu(IV), сорбированным на коллоидных частицах, и растворенными формами Pu(IV, V). Полученные данные легли в основу модели коллоидного (ускоренного) переноса плутония, которая в сочетании с диффузионной и гидродинамическими составляющими математической модели транспорта описывает динамику распространения этого радионуклида в подземной среде.

ИПЭЭ РАН. Результатом экспедиций 2002 – 2006 гг. стало детальное изучение диоксинового загрязнения Вьетнама. В соответствии с выдвинутой

классификацией, по которой основные типы загрязнения включают «горячие точки» - места хранения и погрузки дефолиантов, области интенсивной обработки дефолиантами и места, не подвергавшиеся обработке дефолиантами, были изучены территория в окрестности бывшей базы ВВС США в г. Да Нанг (первый тип), провинции Куанг Чи (второй тип) и ряда мест на Юге и Севере Вьетнама, которые можно было считать не подвергавшимся обработке дефолиантами. Как в окрестности "горячих точек", так и в местах, подвергшихся обработке дефолиантами во время войны, наблюдается проникновение диоксинов в глубинные слои почвы (до 3,5 м). Наиболее вероятным источником поступления ПХДД и ПХДФ в глубинные слои почв Вьетнама является вымывание их дождевой водой из поверхностного слоя. Основываясь на исчезновении 2,3,7,8-ТХДД из поверхностного слоя почвы, полупериод исчезновения 2,3,7,8-ТХДД в тропических почвах Вьетнама можно оценить как 3-4 года.

Современная «диоксиновая» ситуация во Вьетнаме характеризуется наличием нескольких источников диоксинов. Помимо антропогенного и "вторичного загрязнения", происходившего при горении материалов, загрязненных "Оранжевым Агентом", очевидным является вклад специфического загрязнения высокохлорированными ОХДД и возможными продуктами его дехлорирования. Этот неизвестный источник условно можно отнести к глобальному – образованию диоксинов в атмосфере из антропогенных веществ или микробиологическому образованию в почве.

Получены новые данные о загрязнении г. Чапаевска, считающегося зоной экологического бедствия. В Чапаевске находились заводы по производству хлорорганических пестицидов и химического оружия. Наиболее опасные производства были закрыты в конце 80-х годов, а в 2003 году промышленное производство полностью прекратилось. Очень высокие уровни загрязнения обнаружены практически в каждой группе проб, отобранных в жилой части – почва, штукатурка внешних стен зданий, домашняя пыль. Высокие уровни загрязнения обнаружены также в куриных яйцах и рыбе, употребляемыми местными жителями. В целом, по сравнению с пробами, отобранными 1997 году, снижение уровня загрязнения было не более чем 2-х кратным, что подтверждает предположения о том, что полупериод разложения диоксинов в природе составляет 7-10 лет.

Совместно с Институтом биологии внутренних вод им. И.Д. Папанина РАН изучено содержание полихлорированных бифенилов и хлорсодержащих пестицидов в пробах донных отложений Рыбинского водохранилища. Содержание ПХБ достигает 640 мг/кг, ДДТ и его метаболитов – 28 мг/кг.

Кубанский ГУ. Предложен критерий обобщенной оценки состояния экосистемы Азовского моря – индекс загрязненности донных отложений (ИЗД). С учетом величины этого критерия проведена оценка и предложена градация уровней антропогенного воздействия на экосистему Азовского моря, рассмотрена годовая и сезонная динамика комплексного загрязнения всего моря. Показана целесообразность расширения комплексного мониторинга в районах активной хозяйственной деятельности.

Томский ГУ, Институт торфа и сельского хозяйства. Изучена динамика накопления органических веществ (общее содержание углерода (по Тю-

рину), водорастворимого углерода, количество карбоксильных групп в деградированных почвах и почвах, обогащенных торфяными биологически активными добавками (БАД). Показано, что введение БАД способствует рекультивации нарушенных горными работами земель: улучшается качество почв по увеличению содержания водорастворимого углерода, количества функциональных групп; повышается их плодородие.

НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА В 2007 г.

Одним из наиболее значимых событий 2007 г. была Всероссийская конференция «Аналитика России», прошедшая с 7 по 13 октября в поселке Агой Туапсинского района в пансионате «Автотранспортник России». Она была приурочена к юбилею председателя совета академика Ю.А. Золотова. Программа конференции была очень широка, она охватила почти все разделы аналитической химии. В ее работе приняли участие 350 специалистов из 45 городов России, а также ученые из Германии, США, Латвии, Узбекистана и Украины. Были представлены 38 вузов и 60 академических, отраслевых и научно-исследовательских институтов России. В конференции принимали участие фирмы – производители и поставщики аналитического оборудования. Состоялись 9 пленарных и 51 секционный доклад, опубликовано 517 тезисов. Обращено внимание на то, что более половины заявленных стендовых докладов не состоялись. Предложено оргкомитетам конференций не принимать заявки на участие от авторов, не выставивших на предыдущих конференциях заявленных стендовых докладов.

Состоялись два заседания бюро совета. На бюро 13 февраля обсуждались вопросы о присуждении премий совета за 2006 г. Принято решение присудить премию д.х.н., профессору Будникову Герману Константиновичу за выдающиеся заслуги в развитии электрохимических методов анализа. Премии для молодых ученых присуждены не были. Членами бюро внесены изменения в положения о премиях совета: ежегодно присуждать одну премию для маститых ученых и две молодежных премии; предоставить право выдвигать на молодежную премию всем членам совета. Обсуждались планы совета на 2007 г., организация конференций, участие в выставках, создание интерактивного сайта НСАХ РАН. Совет уже несколько лет принимает участие в организации Международной выставки аналитического оборудования в Сокольниках (вначале «АналитикаЭкспо», а сейчас А-TESTех(Аналитика)), организует на этой выставке семинары по различным направлениям аналитической химии и выставляет экспозицию. В 2007 г. предложено принять участие в выставке Лаб-Экспо (осень 2007 г., ВДНХ). Ю.А. Золотов – член оргкомитета этой выставки, ассоциация «Аналитика» уже не первый год в ней участвует, сайт совета www.rusanalytchem.org оказывает выставке информационную поддержку.

На бюро были решены ряд кадровых вопросов. В связи с уходом из жизни председателя Уральского отделения совета д.х.н., профессора Владимира Николаевича Музгина председателем отделения назначен д.х.н., профессор, чл.-корр. Академии наук Башкортостана В.Н. Майстренко. Д.х.н., профессор Ю. М. Дедков стал председателем семинара по анализу объектов окружающей среды; в комиссию по разделению и концентрированию введены сотрудники кафедры аналитической химии химического факультета МГУ к.х.н. А.И. Ревельский и к.х.н. И.Н. Глазков.

Комиссией по информационной поддержке совета на базе ГЕОХИ создан интерактивный сайт НСАХ РАН www.rusanalytchem.org/wss, с работой которого членов бюро познакомил председатель Комиссии В.П. Колотов. Это уникальный сайт, позволяющий всем членам комиссий самим принимать уча-

стие в его работе. Это один из наиболее продвинутых сайтов на настоящий момент. Председатель совета поблагодарил членов информационной комиссии во главе с В.П. Колотовым за прекрасную работу, за создание и постоянную поддержку сайта совета, за создание интерактивного сайта, за прекрасную работу по подготовке Международного конгресса по аналитической химии в 2006 г. На бюро обсуждались мероприятия, проведенные в 2006 г и планы на 2007 – 2009 гг.

На втором заседании бюро, состоявшемся 13 ноября 2007 г. принято решение о создании в рамках совета Комиссии по издательским делам, основной задачей которой будет возобновление издания серии «Проблемы аналитической химии». Комиссия будет выполнять функции редколлегии серии. Кроме этого, в ее задачи будет входить ознакомление с ведущими книжными издательствами и подготовка рекомендаций авторам-аналитикам, уточнение профиля журналов по аналитической химии и согласование используемых терминами терминологии. Обсужден состав комиссии и возможные темы сборников (коллективных монографий). Комиссией по международным делам (председатель Б.Я. Спиваков) разработано положение о почетных членах совета (см. www.rusanalytchem.org), которыми могут быть иностранные ученые, внесшие большой вклад в развитие аналитической химии, сотрудничающие с российскими учеными и участвующие в мероприятиях, проводимых в России. Кандидатуры выдвигаются раз в два года членами бюро и председателями комиссий совета.

Утвержден план конференций 2008 г. Это 3-я Всероссийская конференция «**Аналитические приборы**» (Санкт-Петербург, 22 – 26 июня); 2-ой Международный форум «**Аналитика и аналитики**» (Воронеж, 22 – 26 сентября); 7-я Всероссийская конференция «**Электрохимические методы анализа (ЭМА-2008)**» (Уфа, Абзаково, 1 – 6 июня); **6-я Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу с международным участием** (к 100-летию М.А. Блохина) (пос. Агой Туапсинского р-на Краснодарского края, 5 – 10 октября); конференция «**Методы анализа и контроля качества воды**» в рамках Международного конгресса ЭКВАТЭК (Москва, май – июнь); 8-я Всероссийская конференция «**Аналитика Сибири и Дальнего Востока**» (Томск, 13 – 18 октября); 6-й Международный симпозиум «**Современные методы анализа многомерных данных**» (WSC – 6) и школа «**Введение в анализ многомерных данных**» (Казань, 16 – 22 февраля). Утверждены оргкомитеты 7-ой Всероссийской конференции «**ЭМА-2008**» (председатель оргкомитета – Г.К. Будников, зам. председателя – В.Н. Майстренко) и **6-ой Всероссийской конференции по рентгеноспектральному анализу** (председатель – Ю.А. Золотов, зам. председателя – Ю.А. Карпов, З.А. Темердашев, М.Н. Филиппов). Проведение очередной 32-ой Годичной сессии совета намечено на 21–25 апреля 2008 г. в пансионате «Клязьма» под Москвой параллельно с Международной выставкой «A-TESTex» в Москве в выставочном комплексе «Крокус-сити». Предполагается посещение выставки.

Обсуждался вопрос о возобновлении выездных заседаний бюро совета. В доперестроечное время такие заседания проводились с интервалом в один – два года в разных регионах страны и были весьма полезны. Они способствовали развитию аналитической химии на местах, в частности созданию анали-

тических семинаров и проведению конференций. За последние 10 лет выездное заседание бюро было организовано один раз в г. Волгограде в октябре 2005 г. Оно положило начало работе Волжского семинара по аналитической химии на базе Волгоградского государственного технического университета.

В соответствии с постановлением бюро Отделения химии и наук о материалах РАН из состава совета выведены д.х.н. И.П. Горелов, д.х.н. В.Н. Музгин и д.х.н. Л.Л. Петров в связи с кончиной. Введены в состав совета д.т.н. А.З. Разяпов, д.ф.-м.н. М.А. Кумахов (Институт рентгеновской оптики) и Г.А. Боровков (Северо-Осетинский государственный университет).

Всероссийские конференции, проведенные в 2007 г.

12–13 апреля, Москва: Конференция «**Химический анализ**» в рамках 5-ой Международной специализированной выставки аналитического оборудования «**A-TESTex (ANALITIKA) 2007**», Оргкомитет конференции - д.х.н., проф. В.И. Дворкин – председатель, д.х.н. Н.К. Зайцев, д.т.н. Т.А. Куприянова, Ю.А. Каламбет, д.х.н. А.М. Долгоносков. Темы заседаний: портативные и дешевые аналитические приборы (Отв. Н.К. Зайцев); рентгеновские методы анализа (Отв. Т.А. Куприянова); автоматизация и математизация хроматографического анализа (Отв. Ю.А. Каламбет, А.М. Долгоносков).

23–27 апреля, Москва, пансионат «Клязьма»: симпозиум «**Хроматография в химическом анализе и физико-химических исследованиях**» (организован Научным советом РАН по адсорбции и хроматографии при участии Комиссии по хроматографии НСАХ РАН)

3–5 мая, Санкт-Петербург: 13-й Международный симпозиум по обонянию и электронному носу (электронному языку) **ISOEN-2007** (International Symposium on Olfaction and Electronic Noses), 130 докладов из 27 стран, 29 докладов российских участников

31 мая – 3 июня, Нижний Новгород: XIII Конференция «**Высококачественные вещества и материалы. Получение, анализ, применение**» Заслушано 21 устное сообщение и обсуждено 15 стендовых докладов.

3–8 сентября, Москва: 2-я Всероссийская конференция с международным участием «**Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы**» (Всероссийское масс-спектрометрическое общество; Комиссия по масс-спектрометрии НСАХ РАН)

26-31 августа, Саратов: X Российско-Германо-Украинский аналитический симпозиум «**Аргус'2007 - Наноаналитика**» (НСАХ РАН, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Саратовский ГУ). Симпозиум стал заключительным в серии 10-ти Российско-Германо-Украинских симпозиумов по аналитической химии «АРГУС». Регулярная работа Симпозиума в течение прошедших 15 лет признана полезной и успешной. В качестве наследия АРГУСа предложено проведение на базе Саратовского ГУ под эгидой Бюро совета новых регулярных междисциплинарных тематических конференций «**НАНОАНАЛИТИКА**».

23-28 сентября, Москва: XVIII Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, посвященный столетию Менделеевских съездов. Аналитическая химия была представлена на съезде секцией «**Новые методы и приборы для химических исследований и анализа**» (руководитель – академик Ю.А. Золотов). Секция работала в течение трех дней (25 – 27 сентября), ее участниками было сделано 37 устных доклада и более 100 стендовых.

7-12 октября, Туапсе: II Всероссийская конференция «**Аналитика России**» с международным участием (к юбилею академика Ю.А. Золотова) (Организаторы - РАН, Федеральное агентство по образованию РФ, НСАХ РАН, ГЕОХИ им. В.И. Вернадского РАН, ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ). Ответственный – д.х.н. Темердашев З.А. 350 участников.

Семинары

Московский семинар по аналитической химии (6 заседаний)

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды (7 заседаний)

Семинар «Аналитическая химия объектов окружающей среды» (Нижний Новгород ИХВВ РАН, 4 заседания)

Волжский городской семинар по аналитической химии (1 заседание)

Московский семинар по аналитической химии. В 2007 г. проведено 6 семинаров, заслушано 26 докладов. На семинарах присутствовало 260 человек.

Тематика семинаров:

1. Исследование молекулярного состава вещества;
2. Качество топлива и окружающая среда;
3. Лабораторные информационные системы (LIMS);
4. Развитие методов масс-спектрометрического анализа;
5. Прямой атомно-эмиссионный спектральный анализ геологических проб;
6. Термооптическая спектроскопия.

На семинаре, посвященном исследованию молекулярного состава вещества д.ф.-м.н. Юхневич Г.В. (ИОНХ РАН) рассказал о новом спектральный приеме определения состава гетерокомплексов, образующихся в бинарных системах, основанном на анализе концентрационной зависимости любого колебательного спектра системы (ИК-, КР, электронно-колебательного), адекватного закону действующих масс. Метод применим для исследования газовых, жидких смесей, растворов и расплавов. К.х.н. И.Я. Кащеева (ГЕОХИ РАН) показала возможности ИК-спектроскопии для исследования углеродистого вещества Au, Pt, Pd-содержащих пород. Выявлен характер взаимодействия благородных металлов с углеродистым веществом различной степени диагенеза и изоморфизма, получена информация о распределении благородных металлов в матрице.

Теме «Качество топлива и окружающая среда» был посвящен доклад д.х.н. Дедова А.Г. (Государственный Университет нефти и газа). Он обсудил особенности отечественной переработки нефтепродуктов, причины поступления на рынок некачественной продукции, а также влияние качества топлива

на окружающую среду. Сложность анализа нефтепродуктов заключается в их многокомпонентности, использовании различных модельных аналитических установок. Методы испытаний жестко регламентируются соответствующими стандартами. Контроль качества нефтепродуктов осуществляется в два этапа: оперативный контроль тест-методами и испытание на соответствие стандарту. Была представлена методика рентгенофлуоресцентного определения Ba, Ca и Zn в моторных маслах (как альтернатива гостированному комплексометрическому методу). К синтетическим стандартным образцам, содержащим набор элементов, придается основа для приготовления серий рабочих эталонов (к.х.н. Юнусов З.Т., Электрогорский институт нефтепереработки).

На семинаре по применению систем управления информацией для аналитических лабораторий д.х.н. В.П. Колотов (ГЕОХИ РАН) посвятил свое сообщение одной из таких систем – ЛИМС. Развитие ЛИМС началось 25 лет назад с предложения отдельных компонентов системы. Сейчас это развитая сетевая клиент-серверная архитектура, обеспечивающая интегрирование ЛИМС с системой управления предприятием (ERP: Enterprise Resource Planning). Центральным элементом ЛИМС является реляционная база данных (обычно SQL-сервер) обремененная сервисами, обеспечивающими функционирование системы на основе рекомендаций ГОСТ Р-ISO/IEC 17025:2005 и некоторых других. Были изложены основные принципы построения и функционирования ЛИМС (на примере системы LabWare www.labware.ru). Д.О. Скобелевым (Всесоюзный центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ) и Д.И. Шамовым (ГИРЕДМЕТ) была дана информация по практике использования системы в одной из аналитических лабораторий. Обмен мнениями во время дискуссии показал, что тема весьма актуальна и имеет смысл к ней вернуться на одном из следующих семинаров, чтобы сравнить системы разных производителей, присутствующих на рынке, и затронуть детали развертывания и использования систем.

На семинаре «Развитие методов масс-спектрометрии» к.х.н. Токаревым (TERMO SCIENTIFIC) были представлены новейшие аналитические разработки фирмы в области масс-спектрометрии органических и неорганических соединений (ГХ/МС; ВЭЖХ/МС; ИСП/МС). К.х.н. В.С. Севастьянов (ГЕОХИ РАН) отразил современные направления развития масс-спектрометрии легких элементов в области элементного и изотопного анализов. Разработаны методы определения водорода и углерода. Особое внимание уделено исследованиям в области лазерной масс-спектрометрии для построения кривых распределения водорода в полях механических напряжений и вблизи трещин и кромок разрыва. Продемонстрированы конструкции различного рода приставок для пробоотбора в изотопной масс-спектрометрии. Разработана твердоэлектролитная ячейка, позволившая получать чистый водород, изотопный состав которого измерялся на масс-спектрометре. Ячейка использовалась для полного окисления органических соединений, в продуктах окисления определялся изотопный состав легких элементов.

Последние достижения в области прямого эмиссионного спектрального анализа порошковых проб были отражены в докладе д.г.-м.н. Степанова И.И. Отмечено, что в 50-х годах XX века метод обладал высоким уровнем случайных погрешностей (использование фотопластинок, визуальная интерпретация). Использование спектральных комплексов фирмы ВМК Оптоэлектрони-

ки «Поток» (метод просыпки) и «Гранд» (дуговой генератор) с регистрацией спектров с помощью диодных линеек позволяет вести геохимические исследования на современном высоком уровне. Продемонстрирована перспективность использования дуговых плазмотронов с отдельными электродными узлами, обладающими низкими пределами обнаружения, при анализе порошковых проб с незначительным влиянием основы. Показана возможность реализации сцинтилляционного метода анализа (к.т.н. Тагильцев, ГЕОХИ РАН). Д.т.н. Аполицкий В.П. (ИМГРЭ) представил новый интегрально-сцинтилляционный метод элементного и фазового исследования вещества. Виртуальное разделение вещества на части производится в процессе непрерывного пространственно-временного исследования вещества, при котором используется особый способ регистрации сигнала – прерывистое периодическое синхронное кратковременное накопление сигналов. Введение частиц порошкового материала в плазму нового многополюсного источника возбуждения спектров «Спектроплазма-3» осуществляется способом «просыпки-дудования». Используется фотоэлектрический метод регистрации с прерывистым периодическим кратковременным накоплением спектральных сигналов излучения плазмы. На базе СТЭ-1 создан спектрометр, позволяющий осуществлять интегрально-сцинтилляционный анализ с определением более 50 химических элементов.

Термооптическая спектроскопия, как современное направление лазерной спектроскопии, все активнее применяется в физике, технике, медицине и биологии. Д.х.н. Проскурниным (МГУ) в докладе «Термооптическая и фототермическая спектроскопия: проблемы и перспективы» было представлено современное состояние методов термооптической спектроскопии в области аналитической химии и химического анализа, выделены основные направления ее развития в этой области: определение субнанограммовых содержаний, констант аналитических реакций; молекулярный анализ поверхности; детектирование в хроматографических, электрокинетических методах анализа, а также в микрофлюидных чипах. В докладе к.ф.-м.н. А.Ю. Лукьянова (Институт физики микроструктур; Нижний Новгород) «Фотометрическое измерение коэффициента оптического поглощения новых материалов, как критерий их качества» сделан акцент на проблематику использования термооптической спектроскопии для исследования таких современных материалов как искусственные алмазы, ZnS, GaSe и т.д. В докладе м.н.с. Жиркова (ГЕОХИ РАН, МГУ) «Влияние термооптических параметров сред на метрологические характеристики термоминерального определения следовых количеств соединений» исследовано влияние параметров среды (плотности, теплопроводности и т.п.) на метрологические характеристики разрабатываемых аналитических методик. Показано, что критерии выбора состава растворителя для различных задач анализа и исследования могут существенно различаться.

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды. В 2007 году на базе Химического факультета МГУ им. М.В.Ломоносова Эколого-аналитической ассоциацией «Экоаналитика» проведено 7 заседаний семинара. Заслушано 10 докладов, касающихся развития современных методов анализа вод, воздуха, почв, определения запахов в атмосферном воздухе, применения хроматографических, иммунохимических, рентгеновских и других методов в экологическом анализе.

Семинар «Аналитическая химия объектов окружающей среды» (Нижний Новгород). Проведено четыре заседания. Прослушано и обсуждено пять докладов эколого-аналитического характера: «Возможности эмиссионных спектрометров с индуктивно-связанной плазмой в элементном анализе объектов окружающей среды» (К.х.н. А.В. Аграфенин, Nytek Instruments, Москва); «Использование твердофазной экстракции в современных ГХ-ВЭЖХ анализах экологических, биологических и нефтехимических объектов» (К.х.н. К.С. Сычев, Nytek Instruments, Москва); «Химическое и радиационное загрязнение, как основные факторы дополнительной смертности в XX веке» (Член-корр. РАН А.В. Яблоков, Москва); «Современные тенденции развития иммунохимических методов анализа объектов окружающей среды» (Проф., д.х.н. С.А. Ерёмин, МГУ им М.В. Ломоносова, Москва); «Наблюдение состава атмосферы над Россией» (д. ф-м. н. Н.Ф. Еланский, Институт физики атмосферы им. А.М. Обухова РАН, Москва).

Волжский городской семинар по аналитической химии «Аналитический контроль состава атмосферного воздуха». На заседании, прошедшем 18 апреля 2007 г., были представлены доклады д.ф.-м.н., профессора, зав. Отделом Института физики атмосферы им. А.М. Обухова РАН (Москва) Н.Ф. Еланского «Организация наблюдения состава атмосферы над Россией и его результаты»; зам. директора по аналитическому контролю МУ «Городское управление аналитического и перативного контроля качества окружающей природной среды» администрации г. Волгограда Л.Н. Фокина «Контроль атмосферного воздуха в практике экологической лаборатории г. Волгограда» и зам.начальника Волгоградского областного центра по гидрометеорологии и мониторинга окружающей среды Курдина Л.В. «Мониторинг атмосферного воздуха в г. Волгограде и г. Волжском». На заседании присутствовало более 30 человек.

Работа комиссий и отделений совета

Комиссия по преподаванию организовала и провела заседание секции «Преподавание аналитической химии» на Всероссийской конференции «Аналитика России 2007».

Членами комиссии подготовлено к печати и издано учебное пособие «Объекты окружающей среды и их аналитический контроль» (в 2-х книгах, ООО «Арт-офис». Краснодар. 2007 – 728 с.)

На кафедре АХ Омского ГУ проведено исследование места химического анализа в структуре подготовки школьников по химии (обязательный курс, факультативы и элективы, внешкольные занятия). Показано, что в новых образовательных стандартах и новых учебниках по химии внимание к химическому анализу существенно усилилось, и это требует изменений в подготовке учителей химии. Проведен анализ содержания и методики преподавания курса «Аналитическая химия» в педагогических вузах. Обоснована необходимость существенного изменения этого содержания по сравнению с традиционной программой курса. Новые программы и учебники по аналитической химии должны учитывать цели изучения этого курса будущими бакалаврами, требования государственных стандартов, зарубежный и исторический опыт, специфику педагогических вузов, общедидактические требования, но, прежде

всего, современный уровень развития аналитической химии как науки. Поэтому необходимо усиление внимания к общим вопросам химического анализа, инструментальным методам, анализу органических веществ и объектов окружающей среды. Обоснована особая важность изучения будущими учителями истории химического анализа и его современных возможностей. Данная концепция реализована в виде нового учебника по аналитической химии для педагогических вузов (Омск, 2007, 35 п.л.), успешно апробированного в учебном процессе. В качестве учебного пособия та же книга может быть рекомендована студентам классических университетов.

Обоснованы необходимость изучения, объем и содержание спецкурса «Метрология и организация аналитического контроля», предназначенного для подготовки профессиональных аналитиков в классических университетах, а также для системы повышения квалификации специалистов. Подготовлены программа спецкурса, методические материалы, комплект наглядных пособий, написано и издано соответствующее учебное пособие (Омск, 2007, 10 п.л.). Методика преподавания отработана в Омском ГУ в ходе многолетнего педагогического эксперимента, где на изучение данного спецкурса отводится 20 лекционных часов, 12 часов практических занятий и 12 часов лабораторных работ. Спецкурс «Метрология и организация аналитического контроля» должен предшествовать производственной практике будущих аналитиков в лабораториях промышленных предприятий и контролирующих организаций. Спецкурс рекомендуется для изучения во всех университетах России, ведущих подготовку химиков-аналитиков.

Комиссия по хемометрике. Важнейшим событием за прошедший год стал выход специального номера журнала *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, том 88 (1) (издательство Elsevier, IF=2.45) с избранными статьями, представленными на пятом зимнем симпозиуме по хемометрике (WSC-5) (Самара, февраль 2006). Редакторы номера: Алексей Померанцев и Рома Таулер. Выпуск содержит 15 работ ученых из России, Дании, Ирана, Испании, Италии, Португалии, США и Финляндии. Открывает номер статья Кима Эсбенсена и Оксаны Родионовой "Хемометрика в России - пятилетка выполнена", в которой подводятся итоги десятилетнего развития хемометрики в России и пяти лет существования программы "Дружбаметрика". За эти годы российская хемометрика получила признание мировой научной общественности, поднявшись практически от нуля до состояния, соответствующего современному мировому уровню.

С 3 по 5 апреля в Омске проведена школа по хемометрике. Организаторы - Российское хемометрическое общество, Омский ГУ. Число участников - 30 человек

Российским хемометрическим обществом создан сайт «Хемометрика в России». Ответственный организатор сайта – Кучерявский Сергей Владимирович.

С 18 по 22 апреля в Москве в ГЕОХИ РАН прошла 5-я Всероссийская конференция «Молекулярное моделирование» (РАН, ГЕОХИ, МГУ). Со-председатели Оргкомитета академик Зефиоров Н.С., член-корр. РАН Грибов Л.А.

Комиссия по истории и методологии аналитической химии.

Проведена подготовительная работа по изданию трудов М.С. Цвета (Исполн. Е.М. Сенченкова).

Подготовлено и издано в 2007 г. учебное пособие по истории и методологии аналитической химии (Ю.А. Золотов, В.И. Вершинин «История и методология аналитической химии» – М.: Издательский центр «Академия», 2007. – 464 с)

Подготовлена и опубликована в ЖАХ № 11, 2007 статья В.А. Шапошника об открытии натрия и калия (к 200-летию открытия).

Проведено историко-хроматографическое исследование, посвященное открытию нашими соотечественниками членом-корреспондентом АН УССР Н.А. Измайловым и кандидатом фармацевтических наук М.С. Шрайбер тонкослойной хроматографии (ТСХ) в 1938 г в Харькове. Показано, что Н.А. Измайлов и М.С. Шрайбер являются не только авторами ТСХ, они первые предложили и реализовали фронтально-круговую ТСХ, элюентно-круговую ТСХ и фронтально-элюентную круговую ТСХ. Результаты исследования, включая первую работу по ТСХ, обобщены в книге «Н.А. Измайлов и М.С. Шрайбер: открытие тонкослойной хроматографии». Составитель и научный редактор – В.Г.Березкин. М.: ГЕОС, 2007, 128 с. Содержание книги подчеркивает приоритет отечественных ученых в открытии ТСХ – одного из основных вариантов хроматографии.

Рассмотрено цитирование научных работ российских аналитиков, включая членов Научного совета РАН по аналитической химии, за 1991-2004 гг., как один из факторов оценки роли отечественных ученых в развитии аналитической химии. Работы 55 аналитиков за указанный период имели 100-400 ссылок, а публикации 31 исследователя - выше 400. Российские журналы, в которых публикуются статьи по аналитической химии, достаточно полно отражены в Science Citation Index. Работы отечественных аналитиков активно цитируются зарубежными учеными. Наиболее часто цитируются работы Б.В. Львова (2624 ссылки), В.А. Даванкова (1826), Ю.А. Золотова (1670), Ю.Г. Власова (1279), Л.А. Грибова (1264), А.Р. Тимербаева (1239), А.А. Карякина (1220), Х.З. Брайниной (1002), В.Г. Березкина (942), С.Б. Саввина (913). Высокий индекс цитирования работ исследователя является важным критерием для его положительной характеристики, однако невысокий уровень цитирования не является основанием для невысокой оценки исследователя как ученого (статья В.Г. Березкина, Н.А. Сидоренко, Д.Б. Архипова «Как нас цитируют. Российская аналитическая химия в зеркале Science Citation Index: 1991-2004». Ж.аналит.химии, 2007, т.62, №1, с.100-110).

Комиссия по международным делам осуществляла постоянную связь с Европейской Ассоциацией Химических и Молекулярных наук (EuCheMS). Б.Я. Спиваков и С.Н. Штыков являются постоянными делегатами от НСАХ РАН и Российского химического общества им Д.И. Менделеева соответственно в EuCheMS. Они участвовали в ежегодном заседании этого отделения в Антверпене, проходившего в рамках конференции Евроанализ-2007 в сентябре 2007 г.

Т.А. Марютина утверждена Комитетом Отделения Аналитической Химии ИЮПАК в качестве национального представителя России в этом Комитете.

Члены комиссии принимали участие в организации и проведении Всероссийской конференции с международным участием «Аналитика России» (сентябрь – октябрь 2007 г.).

Комиссия по электронно-информационной поддержке совета. Основной задачей комиссии является организация корпоративной электронной среды для сообщества Российских химиков-аналитиков с целью обеспечения эффективной работы подразделений и членов совета. Поддерживается Интернет-портал ИСАХ РАН «Аналитическая химия в России» (www.rusanalytchem.org), на котором размещается основная информация о работе совета и проводимых мероприятиях. Количество посетителей портала за 2007 год составило 15442.

В полном масштабе развернута электронная система для интерактивной работы подразделений ИСАХ РАН с использованием новой информационной технологии MS Windows SharePoint Services (WSS версии 2). Созданы дочерние сайты для всех подразделений ИСАХ РАН, временных рабочих групп по различным темам, конференций, по терминологии в аналитической химии и др. (всего 39 сайтов). Для удобства навигации открыт головной wss-сайт (<http://www.rusanalytchem.org/wss>), который предоставляет систематизированные списки всех дочерних сайтов, включая соответствующие гиперссылки. Для автоматизации развертывания типовых сайтов с предопределенной функциональностью и структурой разработан ряд шаблона для сайтов комиссий, отделений и конференций. Развертывание одного сайта на основе шаблона занимает несколько секунд, при этом сайт обладает продвинутой функциональностью, обеспечивая размещение с удаленных компьютеров документов, новостей, объявлений, гиперссылок, организацию тематических интернет-форумов и др.

Комиссия постоянно участвует в работе Международной выставки «АналитикаЭкспо» (сейчас А-TESTех) и крупных конференциях по аналитической химии с информационными материалами по portalу и электронной системе Научного совета, тем не менее, к сожалению, приходится констатировать, что интерактивная электронная система используется недостаточно активно. Прежде всего, упрек в пассивности может быть адресован председателям комиссий и отделений научного совета.

Комиссия по хроматографии совместно с Научным советом РАН по адсорбции и хроматографии провела с 23 по 27 апреля в Москве в пансионате «Клязьма» симпозиум «Хроматография в химическом анализе и физико-химических исследованиях».

Комиссия по биохимическим и биологическим методам анализа

На заседаниях семинара по биохимическим методам анализа проведены две апробации докторских диссертаций по биоаналитическому направлению, выполненных в Саратовском ГУ и Липецком ГТУ. Впоследствии работы были успешно защищены.

Члены комиссии принимали участие в организации и проведении IV Международного Симпозиума «ЕС–Россия: сотрудничество в области биотехнологии, сельского, лесного хозяйства и продуктов питания» (Суздаль, 30 августа – 2 сентября 2007 г.)

В 2007 г. лаборатория иммунобиохимии Института биохимии РАН участвовала в совместных исследованиях с Университетом г. Гента (Бельгия), Институтом безопасности продуктов питания (Вагенинген, Нидерланды), Институтом сельскохозяйственной экологии окружающей среды (Шанхай, Китай), Институтом биохимии им. А.Н. Палладина Национальной академии наук Украины (Киев), МГУ им. М.В. Ломоносова, Институтом общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Московской медицинской академией им. И.М. Сеченова, Институтом биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрыбина РАН (Пушино). В лаборатории выполняют диссертационные работы выпускники Московского химико-технологического университета, Высшего химического лицея, Воронежского государственного университета и Брянского государственного университета.

Комиссия по химическим сенсорам. Особое значение для развития отечественно сенсорики имеют два мероприятия, проведенных в 2007 г. Впервые за 13 лет существования в России Санкт-Петербургским ГУ проведен Международный симпозиум ISOEN 2007 (Искусственное обоняние и электронный нос (язык)). Сопредседатели симпозиума Власов Ю.Г. и Легин А.В. Ранее этот симпозиум проходил во Франции, Германии, Англии, Италии и США. Проведение его в России отражает признание мирового авторитета отечественных работ в области создания и исследования «электронного языка». На симпозиуме было представлено 150 докладов из разных стран, в том числе, около 30 отечественных работ. И второе событие международного уровня – это проведение сенсорной школы, организованной институтом передовых исследований НАТО, по проблеме «Сенсоры для окружающей среды, здоровья и безопасности: современные материалы и технологии» (Виши, Франция, 16-27 сентября 2007 г.), директорами которой были Dr.Marie-Isabelle Baraton (Франция) и проф.П.К.Кашкаров (МГУ). На этой школе в качестве приглашенных лекторов наряду с иностранными профессорами с двухчасовыми лекциями выступили отечественные специалисты А. Васильев, Ю. Власов, А. Гаськов, С. Игнатов, А. Карякин, П. Кашкаров, В. Тимошенко. Задачи данной школы – дать молодым ученым знания в области новых сенсорных материалов и сенсорных технологий, при этом рассматривались как теоретические вопросы функционирования сенсоров, так и их практическое использование (контроль за загрязнением окружающей среды, биотехнологии, сенсоры ядерных излучений).

Комиссия по спектроскопии провела семинар по методам спектроскопии с диодными лазерами.

Комиссия по масс-спектрометрии организовала и провела с 3 по 8 сентября в Москве 2-ю Всероссийскую конференцию с международным участием «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы».

Комиссия по нано- и микроанализу организовала и провела с 26 по 31 августа в Саратове X Российско-Германо-Украинский аналитический симпозиум «Аргус'2007 - Наноаналитика»

Центральный регион

17 по 21 сентября, Воронеж: XI Международная конференция «**Физико-химические основы ионообменных процессов. ИОНИТЫ-2007**». Организаторы - РФФИ, Научный совет РАН по адсорбции и хроматографии, Научный Совет РАН по аналитической химии, Воронежский ГУ. Участвовало 96 человек.

На кафедре АХ Воронежского ГУ в 2007 г. издано 6 номеров журнала «Сорбционные и хроматографические процессы».

Северо-Западное отделение

ВНИИМ им. Д.И.Менделеева. Сотрудниками отдела в 2007 г. переведены 3 международных стандарта, зарегистрированные в Стандартиформ, опубликовано 12 научно-технических статей в периодических изданиях.

Разработана и апробирована программа обучения по специализации «Метрологическое обеспечение аналитических измерений». Программа рассчитана на 107 часов, включает лекционные и практические занятия по специальностям «Метрологическое обеспечение электрохимических измерений» и «Метрологическое обеспечение оптико-физических измерений». Программа прошла апробацию в Санкт-Петербургском филиале академии стандартизации, метрологии и сертификации на курсах повышения квалификации главных метрологов и менеджеров по качеству.

В 2007 г. руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений Конопелько Л.А. зарегистрирован в качестве эксперта в технических комитетах ISO: ISO/TK 146 «Качество воздуха», ISO/TK 158 «Анализ газов», ISO/TK 190 «Качество почв», ISO/TK193 «Природный газ».

С 23 по 26 октября отделом госэталонов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» были организованы заседания ISO/TC 146/ПК1 «Выбросы стационарных источников» и ряда его Рабочих групп, на которых рассматривались проекты разрабатываемых и пересматриваемых стандартов в этой области. В заседании приняли участие 29 экспертов из 14 стран - членов ISO/TC 146.

Сотрудники отдела участвовали:

в заседании по результатам международных Ключевых сличений (Федеральный институт по испытанию материалов, Германия); в газоаналитическом симпозиуме (Нидерланды); в совещании региональных метрологических организаций и органов по аккредитации RMO/RAB (Франция); в совещании КООМЕТ (Беларусь); в совещании Рабочей группы по Газовому Анализу Консультативного Комитета по Количеству Вещества (Франция); в совещании Рабочей группы по Органическому Анализу Консультативного Комитета по Количеству Вещества (Франция); в совещании Рабочей группы по Органическому Анализу Консультативного Комитета по Количеству Вещества (Германия); в совещании Рабочей группы по Био Анализу Консультативного Комитета по Количеству Вещества (Франция); в заседании Консультативного Комитета по Количеству Вещества в области физико-химических измерений (Франция); в 5-м семинаре Рабочей группы по газовому анализу Консультативного Комитета по Количеству Вещества (Китай); Сотрудники отдела при-

няли участие с докладами в 12 семинарах и конференциях (в том числе 4 – международных).

Поволжское отделение

26–31 августа, Саратов: X Российско-Германо-Украинский аналитический симпозиум «**Аргус'2007 - Наноаналитика**» (НСАХ РАН, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Саратовский ГУ).

Октябрь 2007 г., Астрахань: Международная научная конференция «**Фундаментальные и прикладные проблемы современной химии в исследованиях молодых ученых**», Ответственный - канд. биол. наук, доц. Садомцева О.С. E-mail olga@satol.ru ; 120 участников

2007 г. Международная научно-практическая конференция «**Экология биосистем: проблемы изучения, индикация и прогнозирование**», Ответственный - директор Естественного института Астраханского госуниверситета д-р биол. наук, профессор Пилипенко В.Н., e-mail: 2007biosistem@mail.ru

Апрель, Волгоград, Волгоградский государственный технический университет: Курсы повышения квалификации по направлению «Аналитическая химия. Химико-аналитический контроль сточных вод и водоподготовки питьевой воды». Организатор – Волгоградский государственный технический университет. Число участников – 9 человек.

26 марта – 04 апреля, г. Балаково Саратовской области: Курсы повышения квалификации для работников предприятия ООО "Балаковские минеральные удобрения" «Аналитические методы контроля технологических процессов, качества сырья и готовой продукции. Организаторы - Самарский ГУ, кафедра аналитической и экспертной химии. Ответственные - зам. председателя Поволжского отделения НСАХ РАН, д.х.н., проф., зав. кафедрой аналитической и экспертной химии А.Л. Лобачев, к.х.н., доц. Лобачева Ирина Викторовна, тел. 8(846)2780947; факс. 8(846)3345417; E-mail: lobachev@ssu.samara.ru , Число участников — 26 человек

Северо-Кавказское отделение

3-8 июня 2007 г., пос. Агой Туапсинского р-на, Краснодарского края: Всероссийское совещание –семинар "Компетентность лабораторий (в свете требований ИСО/МЭК 17025:2005)", (СКО НСАХ РАН, УНИИМ, Кубанский ГУ), Ответственный - Лаштабега Ольга Олеговна, тел./факс (861)219-95-72; E-mail – analyt.@chem.kubsu.ru

7-12 октября 2007 г., пос. Агой Туапсинского р-на, Краснодарского края: II Всероссийская конференция «Аналитика России» с международным участием (НСАХ РАН, ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, ГЕОХИ им.В.И.Вернадского РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ); 350 участников.

23-27 января 2007 г., Пятигорск: 62-я региональная конференция по фармации и фармакологии (Пятигорская фармацевтическая академия).

Уральское отделение

10-14 сентября 2007 г., Пансионат «Зеленый Мыс», Свердловская обл.: XVIII Всероссийская конференция по спектроскопии на Урале (Уральское отделение ИСХ РАН, ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ», УрО РАН, редакция журнала «Аналитика и контроль»). Отв. Пупышев Александр Алексеевич, (343)3754658, (343)3754147, aik.red@gmail.com, Число участников - 250 человек.

Регулярное издание журнала «Аналитика и контроль» - 4 номера в год.

УНИИМ. В I-ой половине июня 2007 проведен Научно-практический семинар для специалистов испытательных лабораторий "Компетентность лабораторий (в свете требований ИСО/МЭК 17025:2005)", и в рамках семинара - совещание руководителей и специалистов органов по аккредитации СААЛ (г. Краснодар).

17–20 апреля, Екатеринбург: XVII Российская молодежная научная конференция «**Проблемы теоретической и экспериментальной химии**» (Уральский ГУ, химический факультет), секретарь конференции – аспирант кафедры аналитической химии Голуб А.Я. Число участников – 260.

27 ноября, Екатеринбург: Семинар «**Новейшие достижения в атомной спектроскопии Thermo Fisher Scientific**». Организаторы – Химический факультет Уральского ГУ, Компания Intertech Corporation (США). Ответственные – зав.кафедрой АХ Уральского ГУ Неудачина Людмила Константиновна и менеджер по продажам Уральского представительства Intertech Corporation Лебедев Глеб Владимирович. В семинаре приняли участие 70 работников аналитических лабораторий различных предприятий и научных организаций Свердловской области (начальники лабораторий, инженеры, инженеры-исследователи, техники), а также 15 преподавателей, аспирантов и студентов старших курсов химического факультета Уральского ГУ. Семинар сопровождался демонстрацией нового оборудования, приобретенного кафедрой аналитической химии Уральского ГУ в рамках инновационного проекта.

Апрель – май 2007 г., Пермь: 2 городских семинара по аналитическому оборудованию с привлечением фирм Москвы, Санкт-Петербурга, Екатеринбурга и Перми. (Кафедра АХ Пермского ГУ). Число участников - 75-80 человек.

На кафедре АХ Пермского ГУ разработана учебная программа по курсу "Пробоотбор и пробоподготовка" для магистров и студентов новой специализации "Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность", заявленная по национальному проекту "Образование" . Опубликовано учебно-методическое пособие "Пробоотбор и пробоподготовка", авторы М.И.Дегтев, З.Л.Баскин, О.С.Кудряшова. Задепонирована монография «Пробоотбор и пробоподготовка» (авторы М.И.Дегтев, З.Л.Баскин, О.С.Кудряшова, Е.Н.Аликина). Опубликовано 8 учебно-методических пособий по национальному проекту "Образование", 2 учебных пособия ("Экстракция в аналитической химии", 2-е изд., перераб.; "Органические реагенты и их комплексные соединения в аналитической химии"), учебно-методическое пособие "Аналитическая химия" для студентов биологического факультета.

22 ноября, Ижевск, ОАО «Белкамнефть»: Республиканский семинар химико-аналитических лабораторий по испытанию нефти. Организатор - ГОУ ВПО «Удмуртский государственный университет», кафедра неорганической и аналитической химии. Число участников – 12.

4 декабря, Ижевск: Городской семинар экоаналитических и санитарно-промышленных лабораторий. Организатор - ГОУ ВПО «Удмуртский государственный университет», кафедра неорганической и аналитической химии. Число участников – 15.

Сибирское отделение

Апрель 2007 г., Новосибирск: Международный симпозиум «**Применение анализаторов МАЭС в промышленности**» (ВМК Оптоэлектроника, ИНХ СО РАН), 100 участников

14-17 августа, г. Бердск Новосибирской обл., пансионат «Лесная сказка»: VIII Международный симпозиум «**Применение анализаторов МАЭС в промышленности**». (ВМК Оптоэлектроника», ИНХ СО РАН, СО НСАХ РАН), 100 участников

29–30 октября, Томск: Региональная научно-практическая конференция «**Электрохимические методы анализа в контроле и производстве**», посвященная 70-летию со дня рождения А.А.Каплина. Организаторы - Томский политехнический университет, Томский Центр стандартизации, метрологии и сертификации, Ассоциация Сибирских Аккредитованных Испытательных Лабораторий, Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ», число участников - 55 человек

6-9 апреля, Омск, Омский ГУ: Курсы повышения квалификации специалистов-аналитиков по хемометрике и ее применению в химико-аналитических исследованиях (организаторы курсов – проф. В.И. Вершинин и доцент Омского ГУ к.х.н. И.В. Власова). Курсы повышения квалификации проводили д.ф.-м.н. А.Л. Померанцев и к.ф.-м.н. О.Е. Родионова (ИХФ РАН), участниками были 30 специалистов разных организаций, преподаватели, аспиранты и студенты-дипломники Омского ГУ. Объем лекций, семинаров и расчетных занятий (освоение новых алгоритмов и компьютерных программ) составил 36 часов.

февраль 2007г., Иркутский ГУ: Курсы повышения квалификации по рентгенофлуоресцентному методу анализа и метрологии аналитической химии (для сотрудников АО Эрденет, Монголия). Организатор - Иркутский ГУ. Ответственный – д.ф.-м.н. Смагунова Антонина Никоновна, телефон: (3952)42-34-52; факс: (3952)42-59-35; e-mail: rfa@chem.isu.ru, smag@chem.isu.ru

март-апрель, Иркутский ГУ: Курсы повышения квалификации по рентгенофлуоресцентному методу анализа и метрологии аналитической химии. Организатор - Иркутский ГУ. Ответственный – д.ф.-м.н. Смагунова Антонина Никоновна, телефон: (3952)42-34-52; факс: (3952)42-59-35; e-mail: rfa@chem.isu.ru, smag@chem.isu.ru. Число участников – 9 человек.

24 декабря 2007 г., Иркутск: Иркутский городской семинар, посвященный 80-летию со дня рождения профессора Н.Ф. Лосева (6.12.1927 г.). Организаторы - Иркутский ГУ; ИЗК СО РАН; ИГХ СО РАН; Комиссия по рентгеновским методам анализа НСАХ РАН

7–17 ноября, Петропавловск-Камчатский: Курсы повышения квалификации «Метрология в аналитической химии. Контроль качества работы аналитических лабораторий». Организаторы - Иркутский ГУ, Камчатский центр сертификации и метрологии. Ответственные - Смагунова Антонина Никоновна, тел.: (3952)42-34-52; факс: (3952)42-59-35; e-mail: rfa@chem.isu.ru, smag@chem.isu.ru; Николкина Эльвира Георгиевна, тел.: (415)2-23-30-01; факс: 233106. Число участников – 33.

16-19 мая, Владивосток: IV Международный симпозиум «Химия и химическое образование» в рамках Инновационного образовательного проекта ДВГУ (кафедра АХ Дальневосточного ГУ). В работе симпозиума приняли участие более ста представителей образовательных и научных организаций

Предложения в план работы совета на 2008 – 2009 гг.

Конференции в 2008 г.

18–22 февраля, Казань: 6-й Международный симпозиум «Современные методы многомерного анализа данных (WSC-6) и двухдневная школа «Введение в анализ многомерных данных» (Казанский государственный архитектурно-строительный университет, Российское хемометрическое общество при участии НСАХ РАН, ИХФ им. Н.Н. Семенова РАН, ГЕОХИ им. В.И. Вернадского РАН и Университета Ольборг (Дания)) Обращаться к секретарю оргкомитета Журавлевой Оксане wsa6@chemometrics.ru; Web: <http://www.chemometrics.ru/wsc6>

21–25 апреля, Москва: Всероссийская конференция «Химический анализ (32 годичная сессия НСАХ РАН); (НСАХ РАН, ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова) Обращаться: Киселева Ирина Николаевна, тел./факс (495)952-34-20; E-mail: kiseleva@igic.ras.ru; Web: www.rusanalytchem.org

22–25 апреля, Москва, МВЦ «КРОКУС ЭКСПО» (павильон 2. зал 8): 6-я Международная специализированная выставка аналитического оборудования «А-TESTex» при участии в организации – НСАХ РАН

1–6 июня, Уфа-Абзаково, Башкирия: 7-я Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа «ЭМА-2008» (РАН, НСАХ РАН, Институт органической химии УНЦ РАН, Башкирский ГУ, НИИ безопасности жизнедеятельности Республики Башкортостан). Обращаться: Алехина Ирина Евгеньевна, Тел.: (347)273-67-29, E-mail: ema-2008@mail.ru www.rusanalytchem.org, www.conf.risla.ru

май – июнь, Москва: Конференция «Методы анализа и контроля качества воды» в рамках Международного конгресса ЭКВАТЭК (ассоциация «Экоаналитика») Обращаться – Залетина Марина Михайловна, тел. (495) 939-41-28; E-mail: zaletina@analyt.chem.msu.ru

22–26 июня, Санкт-Петербург: III Всероссийская конференция «**Аналитические приборы**» (РАН, НСАХ РАН, ВХО им. Д.И.Менделеева, СПбГУ, Центр экологической безопасности РАН). Обращаться – Телегина Елена Владиславовна, Коломиец Наталья Александровна, Лифанов Александр Ильич, тел.: (812)578-94-40; E-mail: ap2005@rosanalyt.ru; Якимова Нина Михайловна, тел.: (812) 428-40-88; факс: (812) 272-59-20; Web: www.rosanalyt.ru

22–26 сентября, Воронеж: II Международный форум «Аналитика и аналитики» (РАН, НСАХ РАН, ГЕОХИ им. В.И. Вернадского РАН, ИОНХ им. Курнакова РАН, Федеральное агентство по образованию, Воронежское областное правление РХО им. Д.И. Менделеева, Администрация Воронежской области, Воронежская государственная технологическая академия); Обращаться: Коренман Яков Израилевич, Суханов Павел Тихонович, Тел.: (4732) 550-762; Факс: (4732) 554-267; 553-856; E-mail: korenman@vgta.vrn.ru

5–10 октября, Краснодар, пос. Агой Туапсинского р-на: **6-я Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу с международным участием** (к 100-летию М.А. Блохина); (РАН, НСАХ РАН, ИОНХ РАН, МГУ, Кубанский ГУ, Южный Федеральный университет). Обращаться к Филиппову Михаилу Николаевичу, Ляминой Ольге Игоревне. Тел/факс: (495)633-85-09; E-mail: xrf6@igic.ras.ru

13–18 октября, Томск : VIII Научная конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока» (РАН, НСАХ РАН, СО НСАХ РАН, Томский ПУ). Обращаться: Ларионова Екатерина Владимировна. Тел.: (3822) 563-832; Факс: (3822) 563-435; E-mail: asfe08@asfe08.tpu.ru; Web: <http://asfe08.tpu.ru>

Конференции в 2009 г.

Конец июня, Йошкар-Ола: «Экоаналитика 2009» (Ассоциация «Экоаналитика», Марийский ГУ).

27 сентября – 02 октября, Краснодар, пос. Агой Туапсинского р-на: III Всероссийская конференция «**Аналитика России**» с международным участием (РАН, Федеральное агентство по образованию, НСАХ РАН, ИОНХ РАН, ГЕОХИ РАН, МГУ, Кубанский ГУ). Обращаться: к Киселевой Наталии Владимировне, Тел.: (861)219-95-71; Факс: (861)219-95-72, E-mail: analyt@chem.kubsu.ru

Комиссия по хемометрике

18-22 февраля 2008 г., Казань: **VI международный симпозиум по хемометрике (WSC-6)**. (НСАХ РАН, Российское хемометрическое общество, Казанский архитектурно-строительный университет, Университет Ольборг (АСАБС, Дания), ИХФ им. Н.Н. Семенова, ГЕОХИ им. В.И. Вернадского. Ответственный за мероприятие Сулейманов Альфред Мидхатович, проректор Казанского АСУ, тел.+7 (843) 526-93-13, факс +7 (843) 236-26-88; E-mail: wsc6@chemometrics.ru Предполагаемое число участников: 100

16-17 февраля 2008 г., Казань: Школа по хемометрике "**Введение в анализ многомерных данных**" (Российское хемометрическое общество, Ка-

занский архитектурно-строительный университет. Ответственный - Сулейманов Альфред Мидхатович, проректор, тел.+7 (843) 526-93-13 , факс +7 (843) 236-26-88. E-mail: wsc6@chemometrics.ru Предполагаемое число участников: 30.

Комиссия по истории и методологии аналитической химии планирует в 2008 – 2009 гг. осуществить подготовку и издание книг и статей

2008 г.

Труды М.С. Цвета (Е.М. Сенченкова)

50 лет спектроскопии Мессбауэра

Об открытии явления электрофореза профессором Московского университета Ф.Ф. Рейсом (К 200-летию первой публикации)

2009 г.

Откровенная аналитическая химия (Ю.А. Золотов, В.А. Шапошник)

Столетие введения в химию величины рН

Создание Г. Кирхгофом и Р. Бунзенем основ атомно-эмиссионного спектрального анализа.

История развития стеклянного электрода (исполнитель – А.А. Белюстин)

50 открытия геле-проникающей хроматографии

Северо-Западное отделение

22–26 июня, Санкт-Петербург: III Всероссийская конференция «**Аналитические приборы**» (РАН, НСАХ РАН, ВХО им. Д.И.Менделеева, СПбГУ, Центр экологической безопасности РАН). Обращаться – Телегина Елена Владиславовна, Коломиец Наталья Александровна, Лифанов Александр Ильич, тел: (812)578-94-40; E-mail: ap2005@rosanalyt.ru; Якимова Нина Михайловна, тел.: (812) 428-40-88; факс: (812) 272-59-20; Web: www.rosanalyt.ru

Поволжское отделение

08 февраля 2008г., Самара: Семинар для работников предприятий г. Самары «**Повышение качества продукции предприятий машиностроительного комплекса путем совершенствования системы аналитического контроля химического состава материалов и технологических процессов**». (Самарский ГУ, кафедра аналитической и экспертной химии, зам. председателя Поволжского отделения НСАХ РАН, д.х.н., проф., зав. кафедрой аналитической и экспертной химии А.Л. Лобачев). Обращаться: к.х.н., доц. Ревинская Елена Викторовна, тел. 8(846)2780947; факс. 8(846)3345417; E-mail: lobachev@ssu.samara.ru, Предполагаемое число участников – 50 человек.

Северо-Кавказское отделение

2-6 июня 2008 г., пос. Агой Туапсинского района, санаторий «Автотранспортник России»: Всероссийский семинар-совещание «Внедрение ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025:2006 в практику деятельности лабораторий, осуществляющих испытания (анализ, контроль) веществ, материалов, объектов окружающей среды». (ФГУП «Уральский НИИ Метрологии, СКО НСАХ РАН, Кубанский ГУ), 150 участников.

5-10 октября 2008 г., пос. Агой Туапсинского района, санаторий «Автотранспорт-ник России»: 6-я Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу с международным участием. (РАН, НСАХ РАН, ИОНХ РАН, МГУ, Кубанский ГУ, Южный федеральный университет). Обращаться к Филиппову Михаилу Николаевичу, Ляминой Ольге Игоревне. Тел/факс: (495)633-85-09; E-mail: xrf6@igic.ras.ru

27 сентября – 02 октября, Краснодар, пос. Агой Туапсинского р-на: III Всероссийская конференция «Аналитика России» с международным участием (РАН, Федеральное агентство по образованию, НСАХ РАН, ИОНХ РАН, ГЕОХИ РАН, МГУ, Кубанский ГУ). Обращаться: к Киселевой Наталии Владимировне, Тел.: (861)219-95-71; Факс: (861)219-95-72, E-mail: analyt@chem.kubsu.ru

Уральское отделение (2008 – 2009 гг.)

Выездные заседания бюро УрО НСАХ РАН в ведущих промышленных центрах Уральского региона (Екатеринбург, Уфа, Челябинск, Пермь и др.) – 2 раза в год;

Регулярный выпуск журнала «Аналитика и контроль» и внесение его в список журналов, рекомендованных ВАК РФ – 2008 г.;

Организация и проведение выставок и научно-практических конференций, в том числе студенческих (под эгидой УрО НСАХ РАН):

- XIX Уральская конференция по спектроскопии (сентябрь 2009 г.);
- VII Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа с международным участием ЭМА-2008 (июнь 2008 г., Уфа, Абзаково);
- Всероссийская конференция «Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов», Екатеринбург, УНИИМ, май 2008 г.;
- XVIII Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии (апрель 2008 г.) и далее ежегодно (химфак Уральского государственного университета, Екатеринбург);
- Региональная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной аналитической химии, Пермь, март 2008 г.

Семинары по актуальным вопросам химического анализа (терминология, метрология, пробоподготовка, охрана окружающей среды, медицина, современные методы анализа, приборы и вспомогательные средства и т.д.) с участием ведущих специалистов промышленных предприятий УрО РАН и вузов (по отдельному плану).

Создание страницы «УрО НСАХ РАН» на сайте НСАХ РАН www.rusanalytchem.org

Создание центра коллективного пользования дорогостоящего и уникального аналитического оборудования на базе кафедры аналитической химии Пермского ГУ (Пермь, 2008 г.).

22-25 апреля 2008 г., Екатеринбург: XVIII Российская молодежная научная конференция «**Проблемы теоретической и экспериментальной химии**». (химический факультет Уральского ГУ) Обращаться: аспирант кафедры аналитической химии Голуб А.Я., тел. (343)261-75-53; факс (343)261-74-11; E-mail: ConferenceUSU@yandex.ru

март 2008 года, Пермь: Региональная конференция "**Проблемы теоретической и экспериментальной аналитической химии**". (Кафедра АХ Пермского ГУ). Планируемое число участников - 100 человек.

Ижевск, Удмуртский ГУ: Городской семинар экоаналитических и санитарно-промышленных лабораторий, 3–4 заседания в год. (ГОУ ВПО “Удмуртский государственный университет”, кафедра неорганической и аналитической химии). Ответственный - Трубачева Лариса Викторовна, тел/факс: 8(3412)917-386 : E-mail: trubl@udmnet.ru. Предполагаемое число участников - 20–50 человек

Ижевск, Удмуртский ГУ: Республиканский семинар химико-аналитических лабораторий по испытанию нефти, 2–3 заседания в год. (ГОУ ВПО “Удмуртский государственный университет”, кафедра неорганической и аналитической химии). Ответственный – Трубачева Лариса Викторовна, тел/факс: 8(3412)917-386. E-mail: trubl@udmnet.ru Предполагаемое число участников – 20-50 человек.

Сибирское отделение

13-18 октября 2008 г., Томск: VIII Конференция «**Аналитика Сибири и Дальнего Востока**». (СО НСАХ РАН, Томский ПУ). Обращаться к ученому секретарю конференции Ларионовой Екатерине Владимировне. Тел.: (3822) 563832, факс (3822) 563435, E-mail: asfe@asfe08.tpu.ru, Web: <http://asfe08.tpu.ru/>

16-20 июня 2008 г., Омск, химфак Омского ГУ: по заказу фирмы «Томсктрансгаз» планируется проведение в Омске курсов повышения квалификации по хроматографическому анализу. Ответственный – д.х.н., профессор Вячеслав Исаакович Вершинин (vershin@univer.omsk.su). Предполагается обучение не только специалистов фирмы–заказчика, но и около 20 специалистов из разных городов Западной Сибири (СМ. информацию на сайте НСАХ РАН www.rusanalytchem.org).

Август, Новосибирск: IX Международный симпозиум «**Применение анализаторов МАЭС в промышленности**». («ВМК Оптоэлектроника», ИНХ СО РАН, СО НСАХ РАН)

Информацию о международных конференциях см. www.rusanalytchem.org

КНИГИ

(см. также www.rysanalytchem.org)

1. Ю.А. Золотов. «Делающие науку. Кто они?» Из записных книжек.. – М.: УРСС, 2006. – 160 с.
2. Ю.А. Золотов, В.И. Вершинин «История и методология аналитической химии» – М.: Издательский центр «Академия», 2007. – 464 с.
3. Успехи аналитической химии. К 75-летию академика Ю.А. Золотова. – М.: Наука, 2007. – 391 с.
4. Кто есть кто в Российской аналитической химии. Доктора наук. Биографический справочник./ Ред.-сост. Ю.А. Золотов, В.И. Широкова. – М.: Издательство ЛКИ, 2007. – 240 с.
5. Ю.А. Золотов, Г.И. Цизин, С.Г. Дмитриенко, Е.И. Моросанова «Сорбционное концентрирование микрокомпонентов из растворов. Применение в неорганическом анализе»; – М.: Наука, 2007 – 320 с.
6. В.И. Калмановский. Руководство «Метрология для химиков»; – Н. Новгород.: Изд. ИХВВ, 2007 – 130 с.
7. Вершинин В.И., Власова И.В., Никифорова И.А. Основы аналитической химии. Под ред. В.И.Вершинина. Омск: Изд-во ОмГУ, 2007 - 592 с.
8. «Н.А. Измайлов и М.С. Шрайбер: открытие тонкослойной хроматографии». Составитель и научный редактор – В.Г.Березкин. – М.: ГЕОС, 2007. – 128 с.
9. Другов Ю.С., Родин А.А. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов. Практическое руководство. - М.: БИНОМ, 2007. - 424 с.
10. Другов Ю.С., Родин А.А. Анализ загрязненных биосред и пищевых продуктов. Практическое руководство. - М.: БИНОМ, 2007. - 294 с.
11. Другов Ю.С., Родин А.А. Экологические анализы при разливах нефти и нефтепродуктов. Практическое руководство. Издание 2, дополненное. - М.: БИНОМ, 2007.- 272 с.

СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРИСЛАВШИХ МАТЕРИАЛЫ В ОТЧЕТ

1. Бюро судебно-медицинской экспертизы по Белгородской обл., химическое отделение
2. ВНИИГАЗ
3. ВНИИМ им. Д.И. Менделеева – Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева, Санкт-Петербург
4. Волгоградский ГТУ – Волгоградский государственный технический университет
5. Воронежский государственный агроуниверситет, кафедра химии
6. Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, кафедра химии
7. Воронежская государственная медицинская академия
8. Воронежская ГТА – Воронежская государственная технологическая академия, кафедра аналитической химии
9. Воронежский ГУ – Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
10. ГЕОХИ РАН – Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, Москва
11. Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН
12. ИБФ им. Н.М. Эммануэля РАН – Институт биофизики РАН
13. ИГХ СО РАН – Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск
14. ИГЕМ РАН – Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии
15. ИЗК СО РАН – Институт земной коры СО РАН, Иркутск
16. ИК СО РАН – Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск
17. Институт монокристаллов НАН Украины
18. ИНХ СО РАН – Институт неорганической химии Сибирского отделения РАН, аналитическая лаборатория, Новосибирск
19. ИНХС РАН – Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, Москва
20. ИОНХ РАН – Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва
21. ИОС УрО РАН – Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского, Екатеринбург
22. ИПМ УрО РАН – Институт прикладной механики УрО РАН, Ижевск
23. ИПТМ РАН – Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, п. Черноголовка Московской обл.
24. ИПЭЭ РАН – Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, Москва
25. Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов РАН
26. Институт биохимии и физиологии микроорганизмов РАН
27. ИНЭОС РАН – Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва
28. Институт торфа и сельского хозяйства, Томск

29. Иркутский ГУ – Иркутский государственный университет
30. ИФАВ РАН – Институт физиологически-активных веществ РАН, Черно-голова
31. ИФХЭ РАН – Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН
32. ИХФ РАН – Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН
33. ИХВВ РАН – Институт химии высокочистых веществ РАН, Нижний Новгород
34. ИХТРЭМС РАН – Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья Кольского научного центра РАН, Апатиты
35. Казанский ГУ – Казанский государственный университет, кафедра аналитической химии
36. Кирово-Чепецкий филиал ЗАО «Интера»
37. Кубанский ГУ – Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар
38. Кубанский ГТУ – Кубанский государственный технологический университет, кафедра стандартизации, сертификации и аналитического контроля
39. Курский ГУ – Курский государственный университет
40. Липецкий ГТУ – Липецкий государственный технический университет, кафедра химии
41. МИРЭА – Московский институт радиоэлектроники и автоматики
42. МИТХТ им. М.В. Ломоносова – Московская государственная академия тонкой химической технологии, кафедра стандартизации и сертификации
43. МГУ – Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
 - кафедра аналитической химии;
 - кафедра химической энзимологии;
44. Нижегородский ГУ – Нижегородский государственный университет
45. НИИПФ ИГУ – НИИ прикладной физики Иркутского государственного университета
46. НИИ ЕН СГУ – НИИ естественных наук Саратовского государственного университета
47. НИОХ СО РАН – Новосибирский институт органической химии
48. НПО «Спектрон», Санкт-Петербург
49. НПО «Химавтоматика»»
50. Омский ГУ – Омский государственный университет, кафедра аналитической химии
51. Орловский ГУ – Орловский государственный университет
52. Пермский ГУ – Пермский государственный университет
53. РХТУ им Д.И. Менделеева – Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, кафедра аналитической химии, Москва
54. Самарский ГУ – Самарский государственный университет
55. Саратовский ГУ – Саратовский государственный университет,
 - кафедра аналитической химии и химической экологии,
 - кафедра физики полупроводников,
 - кафедра общей и неорганической химии,
56. НИИ ЕН СГУ – НИИ естественных наук Саратовского ГУ
57. СПбГУ – Санкт-Петербургский государственный университет
 - кафедра аналитической химии

- кафедра радиохимии
 - кафедра физической химии
 - лаборатория газовой хроматографии химического факультета
58. Северо-Восточный комплексный НИИ ДВО РАН– Северо-Восточный комплексный НИИ Дальневосточного отделения РАН, г. Магадан
 59. Кафедра ФАХ Томского ПУ – Томский политехнический университет, кафедра физической и аналитической химии
 60. Томский ГУ – Томский государственный университет, кафедра аналитической химии
 61. Удмуртский ГУ, кафедра неорганической и аналитической химии
 62. Уральский государственный технический университет – Уральский политехнический институт, Екатеринбург
 63. Уральский ГУ – Уральский государственный университет, кафедра аналитической химии, Екатеринбург
 64. Уральский ГЭУ – Уральский государственный экономический университет, Екатеринбург
 65. Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика»
 66. Электростальский политехнический институт (Филиал Московского института стали и сплавов)
 67. Южный федеральный университет, кафедра аналитической химии