

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
ОТДЕЛЕНИЕ ФИЗИКОХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Материалы XXVI годичной сессии
Научного совета РАН по аналитической химии

Содержание

*Научно-организационная
деятельность совета в 2000 году*

Результаты научных работ 2000 года

*Международные и всероссийские
конференции 2001–2004 гг.*

Москва, 2001

Бюро научного совета благодарит членов комиссий и отделений совета, а также многочисленные организации, за предоставление материалов в отчет совета за 2000 г. Бюро выражает признательность председателям комиссий совета, участвовавшим в составлении отчета.

Научный совет поздравляет академика Ю.А. Золотова, к.х.н. И.В. Плетнева и д.х.н. А.А. Формановского с присуждением Государственной премии РФ за работу «Краун-соединения в химии и технологии».

Научный совет поздравляет В.Ю. Рыжнева, С.К. Сергеева, С.В. Котова, Б.Ф. Мясоедова, Л.В. Вершкова, А.Ф. Порядина, Г.М. Цветкова, И.И. Жукова, Д.С. Хуснутдинова, М.И. Алдушкина, В.Г. Челенко и В.А. Родина с присуждением премии Правительства РФ 2000 г. в области науки и техники за работу "Разработка научных основ экоаналитических технологий. Создание и внедрение в систему государственного природоохранного контроля и мониторинга многоцелевых стационарных и мобильных химико-аналитических лабораторий".

Совет поздравляет д.х.н., профессора И.А. Ревельского с присуждением почетного звания "Заслуженный химик РФ".

СОДЕРЖАНИЕ

НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА в 2000 г.	4
РЕЗУЛЬТАТЫ НАУЧНЫХ РАБОТ 2000 Г.	22
ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	22
Теоретические основы методов анализа	22
Новые реагенты и исследование равновесий	22
Организованные среды в анализе	23
Новые сорбенты и исследование равновесий сорбции	24
Метрология и стандартизация анализа	24
Разработка стандартных образцов состава	30
Математизация и автоматизация	33
Пробоотбор и пробоподготовка	35
МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	38
Методы обнаружения и идентификации	38
Методы разделения и концентрирования	38
Хроматографические методы	43
Кинетические методы	48
Биохимические и биологические методы	50
Тест-методы	54
Электрохимические методы	56
Химические сенсоры	65
Анализ в потоке	68
Методы атомного спектрального анализа	71
Методы молекулярного спектрального анализа	71
Масс-спектрометрия	72
Ядерно-физические и радиоаналитические методы	73
Рентгеновские методы	75
Методы определения следов элементов, микроанализ и анализ поверхности	77
АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ	80
АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ	81
Неорганические соединения (в том числе особо чистые вещества и полупроводниковые материалы)	81
Благородные металлы	83
Органические и элементоорганические соединения	87
Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты	92
Пищевые продукты и корма	94
Объекты окружающей среды	96
Организации, представившие материал в отчет совета	106
МЕЖДУНАРОДНЫЕ КОНФЕРЕНЦИИ 2001 – 2004 ГГ.	109

НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА В 2000 г.

В Подмоскowie (пансионат "Клязьма") с 16 по 21 апреля проведена очередная, XXV, годовая сессия совета. Она прошла в рамках Всероссийской конференции "Химический анализ веществ и материалов", организованной Научным советом РАН по аналитической химии, Научным советом РАН по адсорбции и хроматографии, аналитической секцией Научного совета РАН по проблеме "Спектроскопия атомов и молекул", ассоциациями "Аналитика" и "Экоаналитика". В работе мероприятия приняли участие около 500 человек из 72 городов России и ближнего зарубежья, представлявших институты РАН, отраслевые институты, вузы, заводские лаборатории, предприятия различных отраслей промышленности, метрологические и экологические службы. На сессии были обсуждены итоги развития аналитической химии в 1999 году, научно-организационная деятельность совета в прошедшем году и планы на будущий год.

В течение года проведены два заседания бюро совета, на которых обсуждали планы НСАХ на 2001 г., создание страницы в Интернете, посвященной российской аналитической химии, форму проведения 26 сессии НСАХ. Принято решение организовать и включить в состав совета Комиссию по электронно-информационной системе НСАХ РАН под председательством с.н.с., к.х.н. В.П. Колотова, задачей которой будет создание и постоянная поддержка сайта в Интернете о российской аналитической химии. В Москве на базе МИСиС создается семинар по обеспечению и контролю качества анализа (председатель семинара – чл.-корр РАН Ю.А. Карпов). Дополнительно в план мероприятий 2001 г. включен симпозиум по тест-методам, который будет организован на базе МГУ в конце 2001г. На начало 2002 г. намечается организовать на базе ГЕОХИ РАН конференцию "Аналитические приборы". Очередная, 26-я, сессия НСАХ будет проведена в пансионате "Звенигородский" с 25 февраля по 1 марта 2001 г.

Научный совет РАН по аналитической химии, Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского, Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова обратились в Отделение физикохимии и технологии неорганических материалов РАН с просьбой об учреждении премии имени академика И.П. Алимарина РАН за выдающиеся работы в области аналитической химии.

С участием комиссий и отделений совета в прошедшем году проведен ряд всероссийских и региональных мероприятий:

Всероссийские конференции и симпозиумы

16-21 апреля, г. Москва: Всероссийская конференция "Химический анализ веществ и материалов" (НСАХ РАН, НСАиХ РАН, НС по проблеме

"Спектроскопия атомов и молекул", ассоциации "Аналитика" и "Экоаналитика", 500 участников).

Научная программа мероприятия была посвящена анализу важнейших объектов: пищевых продуктов, лекарственных препаратов, геологических объектов, анализу в медицине, сельском хозяйстве, криминалистике, археологии, химии и нефтехимии, металлургии и материаловедении. На стендовой сессии было представлено около 400 докладов по всем перечисленным направлениям. В выставке аналитических приборов приняли участие 22 российских и зарубежных фирмы.

15-18 мая, г. Нижний Новгород: *XI конференция по химии высокочистых веществ* (ОФХТНМ РАН, НСХВВ РАН, НСАХ РАН, ИХВВ РАН, Нижегородский ГУ, 178 участников).

На конференции обсуждались вопросы получения, анализа и исследования свойств высокочистых веществ и материалов. Работали секции: получение высокочистых веществ, высокочистые материалы, анализ высокочистых веществ и определение следов элементов).

21-23 июня, г. Санкт-Петербург: *Всероссийская конференция с иностранным участием "Сенсор-2000. Сенсоры и микросистемы"* (СпбГУ, Комиссия по химическим сенсорам НСАХ РАН; число участников – более 300).

Основными темами, обсуждавшимися на конференции были: теория и принципы функционирования сенсоров и актюаторов, новые материалы для сенсоров и MST, сенсоры химического состава жидких и газовых сред, сенсоры механических величин, температуры и потоков тепла, биосенсоры, сенсоры для экстремальных условий, интеллектуальные сенсоры, мультисенсорные системы, вторичные преобразователи и методы обработки информации, элементная база микросистемной техники.

11-14 сентября 2000 года, г. Ижевск: *II Всероссийская конференция с международным участием «Химическое разоружение-2000. Экология и технология, CHEMDET-2000* (РАН, УрО РАН, Удмуртский НЦ УрО РАН, НСАХ РАН, Институт прикладной механики УрО РАН, РХО им. Д.И. Менделеева, Союз научных и инженерных общественных организаций Удмуртской Республики; число участников – 70).

Конференция осветила современные экологические и технологические проблемы уничтожения химического оружия, утилизации продуктов детоксикации ОВ, рассмотрела вопросы экологического прогноза, мониторинга, охраны природной среды и анализа ее объектов при уничтожении отравляющих веществ, процессы детоксикации ОВ и современные технологические подходы к безопасному уничтожению ОВ. Издан сборник материалов конференции

17–23 сентября, пос. Агой, Туапсинского р-на Краснодарского края: *IV Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика-2000» с международным участием* (НСАХ РАН,

налитика-2000» с международным участием (НСАХ РАН, Министерство образования РФ, Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика», МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ, число участников - 187).

На конференции были рассмотрены актуальные проблемы экоаналитического мониторинга, обсуждались методы, средства, системы, методическое обеспечение и обеспечение качества экоаналитического контроля. Сформулированы наиболее актуальные научные направления в области анализа объектов окружающей среды: создание доступных и особо чувствительных методов определения суперэкоотоксикантов; разработка экспрессных методов и средств «полевого», внелабораторного анализа, прежде всего для целей скрининга проб; развитие селективных методов; метрологическое обеспечение экоаналитического контроля.

21-24 ноября, г. Новосибирск: VI Всероссийская конференция "*Аналитика Сибири и Дальнего Востока-2000*" (РАН, НСАХ РАН, ИК СО РАН; 250 участников)

На конференции были прочитаны 21 пленарная лекция, работали 6 секций: электрохимические методы анализа; методы хроматографии и сорбции; спектральные методы; химические и физико-химические методы; аналитические методы в биологии, медицине, фармакологии; анализ объектов окружающей среды

15-19 мая, г. Харьков: *Всеукраинская (с международным участием) конференция по аналитической химии, посвященная 100-летию со дня рождения профессора Н.П.Комаря* (НАН Украины, Министерство образования и науки Украины, ИМ НАН Украины, Харьковский национальный университет им. В.Н.Каразина; число участников - свыше 200 чел., включая ученых и работников промышленных предприятий различных регионов Украины, Российской Федерации (Москва, Санкт-Петербург, Омск, Иркутск, Воронеж) и Беларуси.).

Региональные конференции

22-23 марта, г. Санкт-Петербург: VIII Ежегодная научная конференция СпбГУ «*XXI век: молодежь, экология, ноосфера и устойчивое развитие*» (СпбГУ) Председатель оргкомитета – д.т.н., профессор Немец Валерий Михайлович.

25-28 апреля, г. Нижний Новгород: *Пятая Нижегородская сессия молодых ученых* (Нижегородская областная администрация, департамент образования и науки, ИПФ РАН, ННГУ и др., 170 участников).

25-28 апреля, г. Екатеринбург: X Всероссийская студенческая научная конференция «*Проблемы теоретической и экспериментальной химии*», посвященная 80-летию Уральского государственного университета (Министер-

ство образования РФ, Уральский ГУ, около 100 человек, из них 30 иногородних).

17-18 мая, г. Нижний Новгород: *Вторая конференция молодых ученых-химиков* (Нижегородский ГУ, ИХВВ РАН, 75 участников),

21-22 сентября, г. Воронеж – VIII Региональная научно-техническая конференция *«Проблемы химии и химической технологии»* (Воронежский ГУ, НСАиХ РАН, администрация Воронежской области, 126 участников).

28 сентября-1 октября, г.Томск: Симпозиум *«Теория электроаналитической химии и метод инверсионной вольтамперометрии»* (Томский ПУ)

14-15 ноября, г. Саратов: Межвузовская научная конференция, посвященная 70-летию кафедры АХ *«Кафедра АХ в региональном пространстве»* (химический факультет Саратовского ГУ; 100 участников).
Ответственный - д.х.н., профессор Р.К. Чернова

25-28 сентября, г. Астрахань: Международная конференция *«Нелинейный мир. Информатика, математика, экология»* (Астраханский ГПУ; 170 участников) Ответственный д.х.н., профессор Н.М. Алыков

4-6 октября, г. Астрахань: III Всероссийская научная конференция *«Эколого-биологические проблемы Волжского региона и Северного Прикаспия»* (Астраханский ГПУ, 100 участников). Ответственный д.х.н., профессор Н.М. Алыков

Семинары

- Московский семинар по аналитической химии (6 заседаний);
- Московский семинар по анализу объектов окружающей среды (10 заседаний);
- Московский семинар по органическому анализу (1 заседание);
- Региональный семинар по проблеме "Аналитическая химия объектов окружающей среды" (ИХВВ РАН, Нижний Новгород, 6 заседаний);
- Сибирский аналитический семинар (г. Новосибирск, 1 заседание);
- Другие региональные семинары по современным проблемам аналитической химии (УГТУ-УПИ, Екатеринбург, 4 заседания; Томский ПУ, 2 заседания).

Московский семинар по аналитической химии. За период с ноября 1999 г. по октябрь 2000 г. состоялось шесть заседаний семинара. Семинар в декабре 1999 г. был посвящен исследованиям в области органических реагентов. Были рассмотрены новые правила и закономерности комплексообраз-

зования ионов с мономерными органическими и полимерными хелатными сорбентами, а также теоретические аспекты концентрирования элементов-токсикантов на подобных сорбентах, связывающие кислотно-основные свойства функциональных групп сорбентов и параметры процесса хемосорбции элементов.

Вопросы метрологии обсуждались на двух семинарах. Один из них был посвящен проблемам математической статистики и стандартных образцов в анализе природных объектов. Принципиальные противоречия, возникающие между запросами аналитиков при исследовании объектов сложной природы и возможностями классической статистики, могут быть разрешены современными компьютерными неклассическими методами. В частности метод “бутстрепа” применяется для статистической обработки результатов спектрохимического поведения сложных органических соединений.

Для обеспечения достоверности аналитической информации в геохимии на основе разработки и применения многоэлементных стандартных образцов состава установлены общие закономерности распределения результатов в аналитических интервалах методик, которые исчерпывающе объясняют виды распределения результатов в межлабораторных экспериментах. Семинар обсудил также новые нормативные требования к выпуску и применению стандартных образцов состава веществ и материалов, разработанные в последнее время и принятые в развитие закона РФ “Об обеспечении единства измерений”.

На втором семинаре по этой тематике основной акцент был сделан на обеспечение правильности результатов определения малых содержаний компонентов за счет расширения возможностей применения стандартных образцов, аттестованных по более высоким содержаниям, чем содержание того же компонента в исследуемой пробе, а также использованию стандартных образцов для метрологической аттестации методик при почвенно-агрохимическом обследовании и обследовании пищевой продукции.

Заседание семинара в феврале было посвящено столетию со дня рождения В.М.Пешковой - профессора МГУ, замечательного химика-аналитика и педагога, посвятившего Московскому университету 55 лет творческой жизни. В развитие научных направлений, начатых в 60-х годах под руководством В.М. Пешковой, были заслушаны доклады о современном состоянии и перспективах кинетических методов анализа и о применении органических реагентов в новых оптических методах.

В марте на семинаре были представлены доклады, посвященные развитию и применению метода капиллярного электрофореза: 1. Оптимизация условий разделения в ионной электрокинетической хроматографии хелатов металлов с полиаминокарбоксилатными лигандами и улучшение селективности разделения этих хелатов. Впервые продемонстрировано разделение комплексов индия и галлия методом капиллярного электрофореза. 2. Определение ионных форм мышьяка и селена методом капиллярного электрофореза в биологии и медицине. 3. Использование метода капиллярного электрофореза

На семинаре, посвященном проблемам хемометрики, были обсуждена методология отбора образцов и анализа данных в геохимии. Центральная задача в таких исследованиях - как на основе имеющейся выборки отдельных проб получить картину, максимально приближающуюся к истинному пространственному распределению содержаний исследуемого элемента.

Всего на Московском аналитическом семинаре за отчетный период было прочитано 19 докладов с участием 26 авторов.

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды был организован по инициативе Ю.А. Золотова под эгидой НСАХ РАН, ассоциации «Экоаналитика» и кафедры аналитической химии МГУ в конце 1998 г. За два года работы (1998 – 2000 гг.) проведено 20 заседаний, на которых было сделано 40 сообщений по наиболее актуальным вопросам анализа загрязняющих веществ в воздухе, воде, почве, пищевых продуктах и др. вопросам. В качестве докладчиков на семинаре выступали известные в экологической аналитической химии ученые и специалисты, активно работающие в области санитарно-химического анализа – из Москвы, Санкт-Петербурга, Ярославля и Нижнего Новгорода. Докладчики представляли институты РАН, отраслевые институты, учреждения Госсанэпиднадзора РФ и Министерства природных ресурсов, МГУ, СпбГУ, учебные институты, военные университеты, а также региональные учреждения экологического профиля и российские и зарубежные фирмы, производящие приборы и оборудование для экологических анализов.

В докладах обсуждались актуальные вопросы экоаналитики – пробоотбор и концентрирование, вопросы пробоподготовки и извлечения сконцентрированных примесей из ловушки, методология определения примесей (хроматографические, спектральные, электрохимические и гибридные методы), проблемы надежной идентификации целевых компонентов в сложных смесях загрязнений и возможности анализа смесей неизвестного состава. На семинаре были представлены доклады по хроматографическим методам определения загрязняющих веществ (ГХ, ВЭЖХ, ИХ, ТСХ и электрофорез), спектральным (ИСП/МС, ИСП/АЭС, ААС, ИК-Фурье, МС), электрохимическим (вольтамперометрия) и гибридным методам (ГХ/МС, ГХ/ИК-Фурье, ВЭЖХ/МС и др.). Наиболее полно была представлена тематика, связанная с определением загрязнений городского воздуха мегаполисов; анализом супертоксикантов (ПАУ, ПХБ, пестициды, диоксины и др.) в природных средах, биосредах и пищевых продуктах; идентификацией опасных веществ в смесях неизвестного состава; дистанционной диагностикой токсичных веществ; с новейшими методами экологического анализа и новейшей аппаратурой для их выполнения.

В докладах, представленных на семинаре, обсуждались вопросы экспрессного определения остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, надежности этих анализов (сравнивались методологии России и США) и проблемы стандартных образцов для определения пестицидов в воде

и почве. Были затронуты проблемы методологии и метрологии экоаналитических измерений, актуальные вопросы экокriminalистики.

На семинаре состоялось несколько интересных дискуссий: по вопросам идеологии экоаналитических измерений, о задачах экологического анализа на федеральном уровне, о новейших способах извлечения примесей загрязняющих веществ из воды, почвы и воздуха, о стандартных образцах состава для экологического анализа и современной отечественной аппаратуре для санитарно-химического анализа.

Комиссия по международным делам приняла активное участие в проведении совместных семинаров с иностранными фирмами и приглашении зарубежных специалистов на семинары, проводимые в России:

- Аналитический форум фирмы «Интерлаб» (ИОНХ РАН, Москва).
- Семинар специалистов по ИСП - спектрометрии (3 заседания), проводимый Научно-инженерным клубом «Спектро-НИК».

На заседаниях семинара выступали зарубежные специалисты и представители ведущих фирм с информацией о новых разработках в области оптической атомно-эмиссионной спектрометрии и масс-спектрометрии с использованием аргонового высокочастотного индукционного плазменного источника.

Постоянный обмен информацией между Клубом «Спектро-НИК» и редактором журнала "ICP Information NEWSLETTER" Рамоном М. Барнесом позволял оперативно распространять информацию о зарубежных конференциях и публикациях тезисов выступлений.

Комиссия содействовала участию российских специалистов в Зимней Европейской конференции по ИСП-спектрометрии, которая состоится в Норвегии в феврале 2001 г. Для выступления на конференции заявлено около 20 сообщений и сформирована группа ученых из Москвы, Московской области (Черноголовки), Санкт-Петербурга, Казани, Екатеринбурга, Иркутска и Карелии.

С целью получения информации о новейших разработках зарубежных и отечественных специалистов представители комиссии принимали активное участие в проводимых в Москве международных выставках: «Наука – 2000», «Нефтегаз – 2000», выставках по компьютеризации и программному обеспечению и др.

Организован обмен научной литературой – получены выпуски журнала ICP-Newsletter за 2000 г.

Регулярно пополнялся и публиковался банк данных о международных конференциях 2000-2002 г.г.

Комиссией по преподаванию аналитической химии продолжена работа по созданию общевузовского банка учебников, методических материалов, включающих практические руководства, сборники задач, обучающие компьютерные программы по различным разделам аналитической химии.

В издательстве «Высшая школа» заканчивается подготовка к печати «Практического руководства по аналитической химии», написанного коллек-

тивом авторов кафедры аналитической химии МГУ под редакцией академика Ю.А. Золотова, и предназначенного для студентов классических, технологических, технических, медицинских, педагогических, сельскохозяйственных университетов.

Коллективом той же кафедры под редакцией академика Ю.А. Золотова подготовлен к печати в изд-ве «Высшая школа» «Сборник задач и вопросов по аналитической химии».

В целях выработки рекомендаций Комиссии по набору необходимых для классических университетов специальных курсов и для возможного участия представителей всех университетов в обсуждении этой проблемы подготовлена к печати (выйдет в №1 Журнала аналитической химии в 2001 году) статья «Какой должна быть профессиональная подготовка химиков-аналитиков в классических университетах?» (авторы: Т.Н. Шеховцова и В.И. Вершинин).

Проведено 2 заседания Комиссии с обсуждением основных проблем преподавания аналитической химии в университетах.

Комиссия по метрологии, стандартизации и обеспечению качества. Ассоциация "Аналитика".

Аккредитация аналитических лабораторий. Продолжает деятельность Система аккредитации аналитических лабораторий Госстандарта России. По состоянию на 01.01.2001 г. в реестр системы внесено 1560 аналитических лабораторий, из которых в 2000 г. аккредитацию получили 394 лаборатории.

В связи с введением в действие "Общих правил по проведению аккредитации в Российской Федерации (Постановление Госстандарта РФ №72 от 30.12.1999) и ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 "Общие требования к технической компетентности испытательных и калибровочных лабораторий" ассоциацией "Аналитика" подготовлена новая редакция документа "Система аккредитации аналитических лабораторий", которая в настоящее время готовится к рассмотрению на коллегии Госстандарта России.

Деятельность по стандартизации. Технический комитет по стандартизации "Аналитический контроль" заявил для включения в План государственной стандартизации на 2001 г. подготовку проекта стандарта "Аналитический контроль. Термины и определения".

Организационная деятельность. В мае 2000 г. группа российских специалистов под руководством Ю.А. Карпова приняла участие в работе Международной конференции по метрологии в г. Иерусалиме (Израиль). Был сделан доклад по проблеме профессионального тестирования аналитических лабораторий, работающих в области анализа драгоценных металлов.

Химико-аналитическая лаборатория Военного университета радиационной, химической и биологической защиты по итогам семи квалификационных тестов по анализу проб неизвестного состава, проводимых с 1996 года, получила, в числе десяти лабораторий мира, международную аккредитацию Организации по запрещению химического оружия

в качестве назначенной лаборатории для анализа проб, отобранных в ходе международных инспекций.

Комиссия по истории и методологии аналитической химии провела 1 заседание. Готовится к печати Сборник работ по истории аналитической химии в России. Составитель А.М. Цукерман.

Е.М. Сенченковой защищена докторская диссертация «История возникновения хроматографии и ее теоретических основ в трудах М.С. Цвета».

Комиссия по химическим сенсорам участвовала в организации и проведении Всероссийской конференции с международным участием «Сенсор-2000. Сенсоры и микросистемы» (21-23 июня, г. Санкт-Петербург, более 300 участников);

организовала веб-сайт в Интернете (www.electronic-tongue.com), посвященный результатам работы по «электронному языку» и его аналитическим приложениям

Комиссия по микроанализу и определению следов приняла активное участие в подготовке и проведении XI конференции по химии высокочистых веществ.

Комиссия по аналитической химии благородных металлов провела одно заседание, посвященное обсуждению состава комиссии и перспективам развития аналитической химии благородных металлов в России. В рамках программы аттестации Международных стандартных образцов состава пород, разработанной GeoPT-International Proficiency Test of Analytical Geochemistry Laboratories (Руководитель программы - доктор Филип Поттс из департамента Наук о Земле Открытого Университета, Walton Hall, Milton Keynes, Великобритания) комиссия провела работу по организации аттестационных анализов этих пород в ведущих институтах страны. В 2000 году выполнен аттестационный анализ четырех образцов пород; по программе GeoPT6/CAL-S образцы OU-3 (микрогранит) и CAL-S (известняк); по программе GeoPT7 образец GBPG-1 (Garnet-biotite plagiogneiss) - биотитовый плагиогнейс; по программе GeoPT8 OU-4 (Penmaenmawr microdiorite) - микродиорит. Получены данные по содержанию главных породообразующих и летучих компонентов, а также золота, платины и палладия. Аттестационный анализ образцов проводили в Лаборатории геохимии и аналитической химии благородных металлов и ЦЛАВ ГЕОХИ РАН, ИНХ СО РАН, Институте геологии и геофизики СО РАН, ИрГЕОХИ, и других организациях. Результаты аттестационного анализа направлены организаторам.

Комиссия по элементному и функциональному анализу органических соединений. Были составлены и частично опубликованы в журналах "Экология и промышленность" и "Экология и жизнь" обзоры по методам анализа органических соединений и оксидов металлов в окружающей среде: анализу атмосферы в промзонах, анализу сбросов промпредприятий Москвы

и области, анализу почвы подмосковных районов, анализу пищевых (растительных и животных) продуктов.

Члены комиссии приняли участие (с докладами) в работе Международного симпозиума по тяжелым металлам –2000 в Польше и конференции в институте неорганической химии Технического университета в г. Фрейберге (Германия).

Было проведено два заседания комиссии.

Комиссия по электронно-информационной системе НСАХ РАН создает сайт в Интернете, посвященный российской аналитической химии и Научному совету РАН по аналитической химии.

Адрес сайта: [http:// www.geokhi.ru/~rusanalytchem](http://www.geokhi.ru/~rusanalytchem).

Северо-Западное отделение

Проведен семинар-презентация приборов ООО "Информаналитика" (г. Санкт-Петербург) на **Кирово-Чепецком химическом комбинате**. Участвовало 50 человек. Обсуждены задачи комбината в области технологического и эколого-аналитического контроля, опыт и перспективы применения приборов фирмы на комбинате.

Организованы:

- Всероссийская конференция с иностранным участием "Сенсор-2000. Сенсоры и микросистемы" (21-23 июня, г. Санкт-Петербург; СпбГУ, Комиссия по химическим сенсорам НСАХ РАН; число участников – более 300).
- VIII ежегодная научная конференция СпбГУ «XXI век: молодежь, экология, ноосфера и устойчивое развитие» (22-23 марта, г. Санкт-Петербург; СпбГУ) Председатель оргкомитета – д.т.н., профессор Немец Валерий Михайлович.
- Семинар "Современные аспекты экологического контроля" (4-5 декабря, г. Санкт-Петербург, ГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева" и АО "ЭКРОС", участвовало 72 чел).

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева провел юбилейные торжества, посвященные 125-летию подписания Метрической конвенции (15-19 мая; г. Санкт-Петербург, число участников - 122).

Сотрудники лаборатории государственных эталонов в области аналитических измерений ГП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева и НПО "Мониторинг" в 2000 г. приняли участие в 16 конференциях, симпозиумах и семинарах, на которых выступили с 45 докладами и сообщениями.

Впервые в стране в Санкт-Петербурге создано уличное городское ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ ТАБЛО, которое установлено на здании ВНИИМ им. Д.И.Менделеева. ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ ТАБЛО отображает экологическую информацию о загрязнении приземного слоя атмосферы по CO, SO₂, NO, NO₂, O₃, NH₃ компонентам, а также текущее время, температуру воздуха и атмосферное давление. Информация передается на ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ ТАБЛО от газоаналитического поста по телефонной линии

или по радиоканалу. Информация на ТАБЛО отображается в режиме реального времени. ТАБЛО имеет зеленую, желтую и красную зоны, соответствующие содержанию компонента в пределах ПДК (зеленая зона), от 1 до 3 ПДК (желтая зона) и от 3 ПДК и выше (красная зона).

Поволжское отделение

Химический факультет **Саратовского ГУ** провел Межвузовскую научную конференцию, посвященную 70-летию кафедры АХ «Кафедра АХ в региональном пространстве» (14-15 ноября, г. Саратов, 100 участников). Ответственный – д.х.н., профессор Р.К. Чернова.

На базе **Астраханского ГПУ** были организованы Международная конференция «Нелинейный мир. Информатика, математика, экология» (25-28 сентября, 170 участников) и III Всероссийская научная конференция «Эколого-биологические проблемы Волжского региона и Северного Прикаспия» (4-6 октября, 100 участников). Ответственный д.х.н., профессор Н.М. Алыков

23-23 октября 2000г. сотрудники **кафедры АХ Казанского ГУ** организовали и провели школу - семинар по современным аспектам аналитической химии и методам контроля нефтехимического производства на ОАО "Нижнекамскнефтехим" для сотрудников научно-технологического центра (~ 75 человек).

Северо-Кавказское отделение организовало и провело IV Всероссийскую конференцию по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика-2000» с международным участием (17–23 сентября, пос. Агой, Туапсинского р-на Краснодарского края; НСАХ РАН, Министерство образования РФ, Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика», МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ, число участников - 187).

Уральское отделение провело

- семинар: «Масс-спектрометры ф. Agilent Technologies» (Обл. ЦГСЭН, УрО НСАХ; г. Екатеринбург, 16 марта, 60 чел.);

- семинар: «Аналитическое оборудование фирмы LECO», (УрО НСАХ, фирма LECO, г. Новоуральск, 26-27 сентября, 48 человек.);

- семинар: «Атомный спектральный анализ» (УрО НСАХ РАН, УГТУ, ф. «Перкин-Эльмер»; г. Екатеринбург, УГТУ-УПИ, 26 октября; присутствовало более 110 человек);

- семинар: «Методы спектрального анализа. Металлография» (УрО НСАХ, УГТУ-УПИ, СКБ «Спектральная лаборатория» (С-Петербург), г. Екатеринбург, УГТУ-УПИ, 28 ноября, 100 человек).

Члены **УрО РАН** принимали участие в организации и проведении

- 10-ой Всероссийской студенческой научной конференции «Проблемы теоретической и экспериментальной химии» (г. Екатеринбург, Уральский ГУ, апрель);

- международного конгресса и выставки «Сертификационные испытания пищевой продукции – XXI век» (правительство Свердловской области,

УНИИМ, УЦСМ и др., г. Екатеринбург, 27-30 ноября, участвовало 400 человек).

Издано 5 номеров журнала “Аналитика и контроль”.

Регулярно работали консультационные центры на базе УГТУ-УПИ, УНИИМ, ИСО, УрГУ.

УНИИМ (г. Екатеринбург) участвовал в организации и проведении:

- совещания по обсуждению результатов МСИ, проведенных в 1999г. в сети аккредитованных лабораторий пищевой продукции и планирование МСИ на 2000г (Госстандарт России (Управление агролегхимпрома), УНИИМ; г. Москва, 22 февраля, 45 участников);
- научно-практической конференции по услугам общественного питания (Министерство по торговле и услугам общественного питания Свердловской обл., НИИ «Пищепромсертификат», УНИИМ; г. Екатеринбург, 29 марта; 200 участников);
- совещания с представителями органов Государственной метрологической службы на территориях по организации проведения в рамках Государственного контроля и надзора целевых проверок с постановкой экспериментальных методов оценивания качества результатов испытаний (Госстандарт России (Управление региональной политики и государственного надзора), УНИИМ; г. Москва, 5-6 июля; 65 участников);
- семинара «Установление расчетных значений характеристик погрешности пищевой продукции и продовольственного сырья» (в связи с внедрением документа «Р.50.4.004-2000 Рекомендация по аккредитации. Аккредитация испытательных лабораторий пищевой продукции и продовольственного сырья») (ВНИИССагропродукт, УНИИМ; г. Краснодар, 24-26 января; 60 участников);
- международного конгресса «Сертификационные испытания- XXI век» и Международной выставки средств измерений и испытательного оборудования «Безопасность продовольствия - XXI век» (Госстандарт России и Белоруссии, Правительство Свердловской области, НИИ «Пищепромсертификат», Уральский НИИ метрологии, УралТЕСТ, УралЭкспоцентр; г. Екатеринбург, 27-30 ноября; 400 участников).

На кафедре «Метрологическое обеспечение испытаний состава и свойств веществ и материалов» УФ Академии стандартизации, метрологии и сертификации (учебной) Госстандарта России за 2000г. прошли обучение более 300 специалистов в области метрологического обеспечения аналитического контроля, аккредитации аналитических лабораторий, аттестации методик выполнения измерений, в том числе с целью подготовки кандидатов в эксперты по аккредитации аналитических лабораторий и аттестации методик выполнения измерений. Ведение учебного процесса обеспечивали специалисты лаборатории **МО КХА УНИИМ**.

Сибирское отделение

СО НСАХ РАН, ИК им. Г.К. Борескова СО РАН провели Всероссийскую конференцию «Аналитика Сибири и Дальнего Востока-2000» (21-24 ноября, г. Новосибирск; 250 участников).

На базе химического факультета **Иркутского ГУ** с привлечением сотрудников Иркутского отделения РАН были организованы курсы повышения квалификации

- по рентгенофлуоресцентному анализу и метрологии (28 февраля – 20 марта);

- атомному спектральному анализу и метрологии (18 октября – 1 ноября)

В **Томском ПУ** проведен симпозиум «Теория электроаналитической химии и метод инверсионной вольтамперометрии (29 сентября – 1 октября) и организованы два семинара:

- «Новые требования к испытательным лабораториям и их метрологическое обеспечение» (15.09-17.09, г. Краснодар, Томский ПУ);

- «Новые методы определения показателей безопасности: инверсионная вольтамперометрия и др.» (12.09-14.09, г. Ростов-на Дону, Томский ПУ).

В 2000 г. защищены докторские диссертации:

Е.М. Сенченкова «История возникновения хроматографии и ее теоретических основ в трудах М.С. Цвета».

Б.В. Столяров. Газохроматографический парофазный анализ реакционных систем

Предложения в план работы НСАХ РАН на 2001 год

Всероссийские конференции, симпозиумы, семинары

24-26 апреля, г. Москва: 2-ая Всероссийская конференция «Молекулярное моделирование» (РАН, ГЕОХИ им. В.И.Вернадского, МГУ им. М.В.Ломоносова, химический факультет). Ответственный: член-корреспондент РАН Грибов Лев Александрович, тел.:(095)137-41-47; факс: (095)938-20-54; E-mail:cmm@geokhi.ru

17-19 апреля, г. Москва: *Всероссийская конференция по химии, анализу и технологии платиновых металлов* (ОФХТНМ, ИОНХ РАН, Комиссия по благородным металлам НСАХ РАН, Ответственные: Щелоков Роберт Николаевич, ученый секретарь – Сидоров Алексей Анатольевич, тел.: (095)955-4835, факс: (095) 954- 1279

24-26 июля, г. Иркутск: Второй международный сибирский геоаналитический семинар “*INTERSIBGECHEM 2001*” (ИГ СО РАН, ИЗК СО РАН) Ответственный- Петров Лев Львович, тел.: (3952) 46-1837, факс (3952) 46-4050; E-mail: petrov@igc.irk.ru

30 июля – 5 августа, г. Байкальск Иркутской обл.: *7-ой Аналитический российско-германо-украинский симпозиум "АРГУС'2001"* (Институт экологической токсикологии им. А. Бэйма, НСАХ РАН). Обращаться: Елена Грошева, тел.: (395420) 29-38; факс: (395420)22-04; E-mail: iet@irmail.ru

17-20 сентябрь, г. Заречный: *XV Уральская конференция по спектроскопии* Тел.: (3432)75-4505, 75-9395

19-20 июня, г. Саратов: II Всероссийский семинар «Проблемы и достижения люминесцентной спектроскопии» (Министерство общего и профессионального образования РФ, РХО им. Д.И. Менделеева, комиссия по аналитическим реагентам НСАХ РАН, НС по люминесценции РАН, Саратовский ГУ, Саратовский ГТУ) Обращаться: проф. Штыков Сергей Николаевич, тел.: 8845-251-6411; факс: (8452)24-0446; E-mail: orgmedia@sgu.ru

ноябрь-декабрь 2001 г., г. Москва: *Симпозиум по тест-методам* (МГУ им. М.В. Ломоносова)

Начало 2002 г, г. Москва: *Всероссийская конференция по приборостроению*. Председатель оргкомитета - чл.-корр РАН Ю.А. Карпов

Региональные конференции

Вторая половина ноября 2001 года, 3 дня, г. Казань - *Поволжская аналитическая конференция* (Казанский ГУ, Казанский ХТУ, РХО им. Д.И. Менделеева Татарстанское отд., АН республики Татарстан, НСАХ РАН). Ответственный: Г.К. Будников, тел.: 315-491(раб.), 359-512 (дом.), E-mail: Herman. Budnikov@ksu.ru

IX Ежегодная научная конференция СпбГУ «*XXI век: молодежь, образование, экология, ноосфера*» (СпбГУ) Ответственный – В.М. Немец, тел: (812)428-4453; факс: (812)428-7240; E-mail: apver@onti.niif.spb.su

апрель 2001 г., г. Екатеринбург: XI Всероссийская студенческая научная конференция «*Проблемы теоретической и экспериментальной химии*» (Уральский ГУ, химический факультет) Ответственный: Сурова Татьяна Викторовна. Тел.(3432)617-553. Факс (3432)557-401. E-mail: Tatyana.Surova@usu.ru

сентябрь, г. Саратов: III Всероссийскую конференцию молодых ученых «*Современные проблемы теоретической и экспериментальной химии*» (Министерство общего и профессионального образования, РХО им. Д.И. Менделеева). Ответственный – проф. С.Н. Штыков, тел.: 8845-251-69-60, факс: (8452) 24-0446; E-mail: orgmedia@sgu.ru

сентябрь, г. Астрахань: Международную конференцию «*Экологоаналитическая химия и охрана окружающей среды*» (Минобразования РФ, Астраханский ГПУ). Ответственный – проф. Н.М. Алыков, тел.: 8851-222-93-47

24-29 сентября, г. Воронеж: IX Всероссийская научная конференция «*Физико-химические основы ионообменных процессов*» (НСАиХ РАН, Воронежский ГУ, кафедра АХ) Ответственный – д.х.н., профессор Селеменев В.Ф., тел.: 8073-789-362, E-mail: common@anch.vsu.ru

Семинары

Московский семинар по аналитической химии (ГЕОХИ РАН) Председатель – Г.М. Варшал, ученый секретарь – И.Я. Кошечева

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды (МГУ им. М.В. Ломоносова). Председатель – Ю.С. Другов, ученый секретарь – Н.М. Сорокина

Московский семинар по платиновым металлам (ИОНХ РАН). Председатель – Ю.А. Золотов, ученый секретарь – Л.К. Шубочкин

Московский семинар по органическому анализу (ИНЭОС РАН). Председатели – А.М. Цукерман, М.М. Бузланова, ученый секретарь – И.В.Каранди

Московский семинар по контролю качества анализа (МИСиС). Председатель – Ю.А. Карпов

"Тест-клуб" (семинар по тест-методам анализа) (МГУ). Председатель – Ю.А. Золотов

Комиссия по спектроскопии. На 2001г. на базе Института спектроскопии РАН планируется проведение XXII Съезда по спектроскопии, в тематику которого будут включены актуальные проблемы атомного и молекулярного спектрального анализа.

Комиссия по микроанализу и определению следов начала подготовку к проведению 7-го Аналитического Российско-Германо-Украинского Симпозиума (ARGUS'01).

Северо-Западное отделение планирует провести - выездное заседание бюро Научного совета по адсорбции и хроматографии РАН на Ижевском электромеханическом заводе с целью обсуждения состояния и перспектив хроматографического приборостроения в России.

Уральское отделение планирует продолжить выпуск журнала «Аналитика и контроль» (5 номеров в год); провести 4 региональных семинара по современным проблемам аналитической химии с привлечением специалистов фирм – производителей аналитических приборов; провести XV Уральскую конференцию по спектроскопии (17-20 сентября, г. Екатеринбург- Заречный).

Поволжское отделение проведет

II Всероссийский семинар «Проблемы и достижения люминесцентной спектроскопии» (19-20 июня, г. Саратов, Министерство общего и профессионального образования РФ, РХО им. Д.И. Менделеева, комиссия по аналитическим реагентам НСАХ РАН, НС по люминесценции РАН, Саратовский ГУ, Саратовский ГТУ) – июнь. Обращаться по тел.: 8845-251-6411

Международную конференцию «Экологоаналитическая химия и охрана окружающей среды» (сентябрь, г. Астрахань, Минобразования РФ, Астраханский ГПУ). Ответственный – проф. Н.М. Алыков, тел.: 8851-222-93-47

III Всероссийскую конференцию молодых ученых «Современные проблемы теоретической и экспериментальной химии» (сентябрь, г. Саратов, Министерство общего и профессионального образования, РХО им. Д.И.

Менделеева). Ответственный – проф. С.Н. Штыков, тел.: 8845-251-69-60, факс: (8452) 24-0446; E-mail: orgmedia@sgu.ru

Сибирское отделение проведет Новосибирский аналитический семинар на тему: "Современные методы анализа объектов окружающей среды" (ИНХ СО РАН, 18-20 мая). Ответственные: Шуваева О.В., Бейзель Н.Ф. тел. (3832) 34-19-65, e-mail: olga@che.nsk.su

КНИГИ

В 2000 г. опубликованы

1. Сборник **«Кто есть кто в российской аналитической химии»**
2. Г.К. Будников, В.Н. Майстренко, М.Р. Вяселев **«Основы современного электроанализа»** М.: Химия.- 2000.
3. Монография **«Б.Н. Никольский»**, Изд. СпбГУ, 270 с.
4. Приложение №1 к журналу «Научная мысль Кавказа» - сборник статей **«Труды молодых ученых»**, посвященный рентгенофлуоресцентным методам анализа. Ростов-на-Дону.: Изд. СКНЦ ВШ.-2000.150 с.
5. **«Определение следов неорганических и органических веществ в методе инверсионной вольтамперометрии»** Методическое пособие. Подготовлено в Томском ПУ.
6. **«Инверсионная вольтамперометрия»**, учебный полуторачасовой видео-фильм, выпущен Томским ПУ
7. **«Теория и практика сорбционных процессов»**. Межвузовский сборник. Вып. 26. Воронеж: Изд. ВГУ.-2000. 307 с.
8. **«Труды VIII Региональной конференции «Проблемы химии и химической технологии»** Воронеж: Изд. ВГУ.– 2000.355 с.
9. **«Экстракция органических соединений»**. Вып.2. Воронеж: Изд. ВГТА.-2000
10. Ю.С. Другов, Родин А.А. **"Экологические анализы при разливах нефти и нефтепродуктов"** Практическое руководство. Санкт-Петербург, Изд. "Анатолия". 249 с.

В 2001 г. выйдут в свет

1. **«Аналитическая химия металлов платиновой группы»**. Коллективная монография подготовлена комиссией по аналитической химии благородных металлов НСАХ РАН под редакцией Ю.А. Золотова и Г.М. Варшал.
2. **«Аналитическая химия»**. Учебник создан под эгидой Отделения аналитической химии Федерации европейских химических обществ. Перевод с английского под редакцией Ю.А. Золотова.
3. **«Кто есть кто в российской аналитической химии»**. Дополненный электронный вариант сборника «Кто есть кто в российской аналитиче-

ской химии» (на лазерном диске и на странице НСАХ РАН в Интернете)

4. **«Теория и практика сорбционных процессов»** Межвузовский сборник. Вып. 27. Воронеж. Изд. ВГУ.
5. Другов Ю.С., Родин А.А. **"Газохроматографический анализ газов"**. Практическое руководство. Изд. второе, переработанное и дополненное. Санкт-Петербург: Изд."Анатолия". 600с.

РЕЗУЛЬТАТЫ НАУЧНЫХ РАБОТ 2000 г.

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Теоретические основы методов анализа

Проведен *факторный и кластерный анализ констант устойчивости* комплексов 25 ионов металлов и водорода с 3960 реагентами (всего 15606 значений $\lg K_1$). Кластеризация (как непосредственная, так и после факторного или компонентного анализа данных) *позволяет выделить шесть устойчивых классов близких по свойствам катионов* (МГУ, кафедра АХ).

Разработаны основные теоретические положения обнаруженного ранее нового явления - *изотермического пересыщения растворов в ионообменных процессах (ИПИО)*. Впервые в теории ионного обмена использован математический аппарат из области геометрии обобщенных аналитических функций, позволяющий оптимальным образом формулировать граничные условия для ИПИО и решать кинетические задачи с учетом ИПИО. Сформулировано новое научное направление - *ионный обмен в коллоидных системах*. Созданы математические модели и программы расчета процессов концентрирования и разделения компонентов с учетом явления ИПИО (ГЕОХИ РАН, Физфак МГУ).

Систематически изучены процессы дезактивации синглетных и триплетных состояний ряда *полициклических ароматических углеводов* (ПАУ) и *акридиновых красителей* (АК), процесса триплет-триплетного переноса в системе АК-ПАУ и сенсibilизированной фосфоресценции при комнатной температуре (С-ФКТ) ПАУ, стимулированных эффектом внешнего "тяжелого" атома таллия. Установлено, что указанные АК в триплетном состоянии могут использоваться в качестве реагентов для селективного определения ПАУ методом С-ФКТ (Саратовский ГУ, кафедры АХ и ХЭ, ОиНХ, ПФ).

Новые реагенты и исследование равновесий

Изучено взаимодействие реагента *3,5-дибром-ПАДАФ* с ниобием, танталом, палладием, платиной, родием, иридием, серебром и цветными металлами. Найдены оптимальные условия выполнения цветных реакций (Московский ПУ).

Установлена связь между характером заместителей *производных коричного альдегида* и химико-аналитическими характеристиками реакции взаимодействия *первичных ароматических аминов* с данными альдегидами. Результаты молекулярного моделирования позволяют проводить направлен-

ный выбор и синтез новых органических реагентов для первичных ароматических аминов (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГАУ; ГЕОХИ РАН**).

Спектрофотометрическим методом изучены комплексы включения бета-циклодекстрина с кислотнo-основными индикаторами метиловым оранжевым и фенолфталеином, определена их стехиометрия, величины констант связывания и влияние комплексообразования на кислотнo-основные свойства (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Расшифрованы кристаллическая и молекулярная структура комплекса Ni^{2+} с N,N-ди(2-карбоксиитил)-o-анизидином (II). Показано, что в координации участвуют атомы азота третичной аминогруппы и атомы кислорода карбоксилатных групп, находящиеся в экваториальных позициях координационного октаэдра ионов Ni^{2+} и атомы кислорода орто-метоксигруппы, располагающиеся в аксиальной позиции (**Уральский ГУ совместно с ИНХ СО РАН**).

Обнаружена неописанная ранее реакция нуклеофильного присоединения оксимов $RR'C=NOH$ к органонитрильным комплексам платины(IV) $PtCl_4(RCN)_2$, приводящая к иминоацильным производным $PtCl_4(NH=C(R)ON=CRR')_2$. Реакция распространена на виц-диоксимы, производные гидроксиламина, а также на нитрильные комплексы других металлов - рения и родия. Установлено, что нитроны, которые можно рассматривать как "замороженные" в результате алкилирования таутомерные формы оксимов, вступают в реакции 2+3 циклоприсоединения с органонитрилами в комплексах платины (IV) с образованием крайне редких и малодоступных в органической химии соединений - 1,2,4-оксадиазолинов (**СПб ГУ, кафедра АХ**).

Организованные среды в анализе

В рамках исследования *микроэмульсий на основе анионных ПАВ* как среды для аналитических реакций изучены объемные свойства водных растворов гептил-, додецил-, тетрадецил-, гексадецилсульфатов натрия. Измерены объемные свойства однофазных микроэмульсий н-гептан - вода - додецилсульфат натрия - н-пентанол; рассчитаны внутреннее давление и мольный объем (**Саратовский ГУ кафедра АХ и ХЭ и кафедра ОФ**)

Исследовано *влияние ПАВ различной природы* (катионной, анионной и неионной) *на протолитические, окислительно-восстановительные и спектральные свойства производных дифениламина*, различающихся по конформационной жесткости и гидрофобности. Определены константы связывания реагентов мицеллярными растворами ПАВ. Показано, что чем гидрофильнее реагент, тем большие изменения в спектрах поглощения вызывает солюбилизация в мицеллах; на примере трифениламин-4-сульфоокислоты установлено, что наибольшее влияние на спектр флуоресценции оказывают ка-

тионные ПАВ. Изучено влияние всех типов исследованных ПАВ на ионизацию реагентов. Проведена количественная оценка солюбилизации реагентов в мицеллах ПАВ. Установлено, что изменение среды при солюбилизации, в зависимости от природы реагента и ПАВ, может незначительно влиять на величину формального окислительно-восстановительного потенциала (Саратовский ГУ, кафедра ОиНХ).

При помощи ближней ИК-спектроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрии изучены *фазовые превращения в системе желатин-вода*, используемой в пробоподготовке растворов перед *рентгенофлуоресцентным анализом*. Предложен способ получения органо-гелей, плавящихся при более высокой температуре, чем простой желатиновый гель, и пригодных для использования в качестве излучателей при экстракционно-рентгенофлуоресцентных определениях (ИМК НАН Украины).

Новые сорбенты и исследование равновесий сорбции

Пенополиуретаны предложены в качестве реагентов для получения диазосоединений, которые можно использовать в аналитических целях. Предложен способ и оптимизированы условия получения диазотированных пенополиуретанов. На примере 1- и 2-нафтолов установлены особенности гетерогенной реакции азосочетания, протекающей с их участием. Показана возможность применения диазотированного пенополиуретана *для определения 1-и 2-нафтолов* в виде полимерных азосоединений методом спектроскопии диффузного отражения (МГУ, кафедра АХ).

Изучено комплексообразование между *полимерными хелатными сорбентами на основе полистирола и замещенных салициловой кислоты* (группа 1) и ионами металлов V, Mn, Cr, а также между *сорбентами на основе полистирола и азозамещенных пирокатехина* (группа 2) и ионов металлов Al, In, Ga, Ti, Zr, Th. Установлены корреляции кислотно-основных свойств сорбентов и физико-химических характеристик процесса сорбции, определено число вытесняемых при сорбции протонов (ИГЕМ РАН, Орловский ГУ).

Метрология и стандартизация анализа

УНИИМ. Общеметрологическая деятельность. 1.1 Разработан совместно с ВНИИМ и вводится в действие с 1 января 2001 года документ Р 50.4.004-2000 «Рекомендации по аккредитации. Аккредитация испытательных лабораторий пищевых продуктов и продовольственного сырья», устанавливающий требования к аккредитуемым испытательным лабораториям пищевых продуктов и продовольственного сырья, организацию и порядок проведения их аккредитации.

1.2 В соответствии с планом межгосударственной стандартизации разработан и представлен в Межгосударственный Совет по стандартизации, метрологии и сертификации стандарт «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств».

1.3 Разработан совместно с ВНИИМС и представлен в установленном порядке на утверждение в Госстандарт России документ «Рекомендации по метрологии. ГСИ. Проверка на качество проведения испытаний аккредитованных испытательных лабораторий пищевых продуктов и продовольственного сырья». В Рекомендациях отражены: порядок организации и проведения межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ); требования к образцам для проведения МСИ, порядок их создания и допуска к применению; рекомендуемый алгоритм оценки точности результатов измерений, полученных в ходе МСИ; требования к организаторам проведения МСИ – координаторам и порядок проверки их технической компетентности.

1.4 Разработана рекомендация МИ 2600-2000 «Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения по результатам внутрилабораторного контроля точности измерений». В настоящее время проводится внедрение этого документа в деятельность лабораторий, аккредитованных в Системе аккредитации аналитических лабораторий (СААЛ).

1.5 По заказу Федерального управления «Медбиоэкстрем» разработаны в ранге отраслевого документ «Методические указания. Методики количественного анализа состава проб биологических объектов (материалов), объектов окружающей природной среды. Общие требования к разработке и аттестации».

1.6 Для использования в практической работе лабораторий организаций и учреждений Федерального управления «Медбиоэкстрем» разработаны следующие документы:

- Методический материал. Технические средства измерительных аналитических лабораторий. Классификация, требования к метрологическому обеспечению.
- Технические средства подготовки, обработки образцов (проб) для анализа. Программа и методика аттестации с использованием алгоритмов контроля погрешности результатов измерений.
- Технические средства в аналитическом контроле. Типовая программа и методика аттестации печей муфельных с максимальной температурой до 1200 °С.
- Технические средства в аналитическом контроле. Типовая программа и методика аттестации шкафов сушильных с температурой до 300 °С.

1.7 В 2000 г. совместно с Институтом экологической токсикологии им.А.М.Бейма были проведены в рамках первого этапа Российско-американского проекта "Инвентаризация источников СОС в России" межлабораторные сравнительные испытания (МСИ) по определению содержаний полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД) и дибензофуранов

(ПХДФ) среди лабораторий России. В эксперименте приняли участие 5 лабораторий, аккредитованных в СААЛ. Использованный при проведении эксперимента образец для контроля (ОК) представлял собой топленое сливочное масло с известными содержаниями ПХДД и ПХДФ. Разработку и аттестацию ОК осуществлял Химико-аналитический центр НПО "Тайфун" (г.Обнинск), экспертизу - УНИИМ, на который Госстандартом России возложены функции научно-методического центра (НМЦ) по обеспечению единства измерений при проведении сертификационных испытаний пищевой продукции и продовольственного сырья. ОК зарегистрирован в реестре образцов, специально предназначенных для проведения МСИ.

1.8 В 2000 году в качестве координатора УНИИМ организовано проведение следующих Всероссийских МСИ:

№ п/п	Контролируемый объект	Группы контролируемых показателей	Количество лабораторий-участников
МСИ среди аккредитованных испытательных лабораторий пищевой продукции			
1.	Сухое молоко	Тяжелые металлы	88
2.	Сахар	Тяжелые металлы	81
3.	Капуста	Пестициды	115

№ п/п	Контролируемый объект	Группы контролируемых показателей	Количество лабораторий-участников
МСИ в рамках целевой проверки при проведении государственного метрологического надзора			
4.	Бензин	Показатели качества	70
5.	Сыворотка крови	Биохимические показатели	70
6.	Питьевая вода	Металлы и биогенные элементы	100
7.	Водка	Токсичные микропримеси	100

Результаты МСИ будут использованы для комплексной оценки качества испытаний, проводимых аккредитуемыми лабораториями, оптимизации процедур инспекционного контроля их деятельности, выработки механизма внедрения в практику государственного метрологического надзора экспериментальных методов оценки качества измерений.

1.9 С целью оценки качества выполняемых работ в лабораториях организаций и учреждений Федерального управления медико-биологических и экстремальных проблем при Минздраве РФ были организованы и проведены межлабораторные сличительные испытания (МСИ) в 15 клинико-диагностических лабораториях и в 25 лабораториях службы ГСЭН в составе организаций и учреждений Федерального управления «Медбиоэкстрем». В качестве образцов для контроля использованы государственные стандартные образцы состава лиофилизированной сыворотки крови (ГСО 7095-93) и со-

става природной воды хлоридно-сульфатно-натриевого типа (ГСО 6518-92), которые были разосланы в лаборатории в виде шифрованных проб. Обработка результатов измерений, полученных каждой из лабораторий-участников МСИ, выполнена УНИИМ. Для оценки качества результатов использован алгоритм, позволивший оценить качество результатов испытаний по каждому контролируемому показателю в каждой лаборатории, а также качество работы лабораторий в системе Федерального Управления в целом (УНИИМ).

Деятельность в рамках Системы аккредитации аналитических лабораторий.

2.1 Деятельность УНИИМ в качестве Научно-методического центра СААЛ

Проведены работы:

- по контролю за деятельностью органов по аккредитации аналитических лабораторий, созданных на базе ЦСМиС Республики Башкортостан, Татарстанского ЦСМиС, Самарского ЦСМиС, Краснодарского ЦСМиС, Краснодарского государственного университета, ЦСИАК Минприроды Республики Татарстан, ООО "Аккредитация";
- по подготовке и аккредитации Сергиев-Посадского ЦСМ в качестве органа по аккредитации аналитических лабораторий;
- по проведению инспекционного контроля в форме МСИ аккредитованных в СААЛ лабораторий.

2.2 Деятельность УНИИМ в качестве органа по аккредитации аналитических лабораторий

Проведены работы:

- по аккредитации 1-го органа по аккредитации аналитических лабораторий и 81-ой аналитической лаборатории;
- по инспекционному контролю за деятельностью 76 аккредитованных лабораторий;
- по расширению области аккредитации 17 аккредитованных лабораторий;
- по повторной аккредитации 34 лабораторий.

Специалисты органа по аккредитации УНИИМ регулярно осуществляют проведение консультаций по вопросам аккредитации аналитических лабораторий и метрологическому обеспечению их деятельности.

Деятельность УНИИМ в области метрологического обеспечения стандартных образцов. В 2000 г. специалистами лаборатории метрологического обеспечения КХА УНИИМ продолжены работы по созданию стандартных образцов состава чистых веществ и их растворов, предназначенных для метрологического обеспечения количественного химического анализа объектов окружающей среды, пищевой продукции, питьевой воды и т.д. Совместно с институтами РАН и различными отраслевыми институтами разработано свыше 50 типов ГСО состава растворов ионов металлов и неметаллов,

пестицидов, фенолов и хлорфенолов. Особое внимание уделяется созданию стандартных образцов состава пищевых продуктов на естественной основе. В настоящее время материалы по разработке 5 типов СО состава пищевых продуктов и природной воды подготовлены к представлению на метрологическую экспертизу с целью внесения в Государственный реестр.

Проведена аттестация 12 МВИ, предназначенных для использования при аттестационном анализе СО, оказана методическая помощь различным предприятиям и организациям в разработке свыше 20 типов СО категории "стандартный образец предприятия".

Деятельность УНИИМ в области метрологического обеспечения средств измерений. В соответствии с поручениями Госстандарта России с целью утверждения типа проведены испытания 7-ми типов средств измерений (СИ), предназначенных для серийного производства или серийных поставок.

По заявкам предприятий проведены испытания 18 единичных экземпляров СИ с утверждением типа и включением в Государственный реестр СИ.

Проведена поверка 48 СИ, основанных на методах физико-химического анализа.

Проведена аттестация 20 единиц испытательного оборудования в соответствии с ГОСТ 8.568. (УНИИМ).

ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. 1.1 В настоящее время при проведении количественного химического анализа, особенно в таких важных областях как экология, контроль качества пищевых продуктов и здравоохранения, увеличивается интерес к стандартным образцам и материалам, для которых прослеживается связь с национальными государственными эталонами. Для таких стандартных образцов за рубежом приняты специальные термины "primary reference materials" и "standard primary reference materials". НИСТ США выпускает ежегодно около 500 типов PRM и 5000 типов SRM. В целях координации работ по созданию эталонных материалов во ВНИИМ создана Служба эталонных материалов и разработан каталог МИ 2590-2000 "ГСИ. Эталонные материалы", где собрана информация об образцах, которые имеют статус PRM и SRM.

1.2 В связи со стремлением ведущих стран мира обеспечить более полную интеграцию в вопросах экологической и санитарной безопасности, устранения различных барьеров в международных торговых отношениях с 1995 г. под эгидой Consultative Committee for Amount of Substance – Консультативного комитета по количеству вещества совместно с ЕВРАХИМ, ИЮПАК, ЕВРОМЕТ и другими региональными метрологическими организациями проводятся интенсивные работы по установлению эквивалентов национальных эталонов и взаимному признанию результатов измерений и калибровок. В последние два года большой размах приобрели так называемые ключевые сличения. Лаборатория Государственных эталонов в области аналитических измерений в 2000 г. приняла участие в Международных сличениях в области:

газового анализа - бензол, толуол и ксилол в азоте (ССQM-K7), пары этанола в воздухе (EUROMET 580), гравиметрия в газовом анализе (ССQM-P23);

неорганического анализа - свинец в вине (ССQM-P12), кадмий и свинец в донных отложениях (ССQM-K13);

органического анализа - похлорированные бифенилы в донных отложениях (ССQM-P17) и пестициды в рыбьем жире (ССQM-K21).

Предложена концепция химической идентификации (качественного химического анализа) как принятия классификационного решения экспертом-химиком в результате экспериментальной проверки идентификационных гипотез. В качестве показателей правильности (надежности) идентификации предложены неопределенности I и II рода, равные вероятностям появления ложных отрицательных и положительных результатов соответственно. Уровень неопределенности идентификации (низкая, промежуточная или высокая неопределенность) оценивается путем определения показателей сходства экспериментальных данных, относящихся к определяемым соединениям, и эталонных данных для различных веществ. Показателями сходства (критериями идентификации) могут быть разности значений одномерных физических величин, коэффициенты корреляции, различные параметры подобия спектральных данных, уровни значимости и др.

В рамках международных сличительных экспериментов и других исследований проведена идентификация примесей в углеводородных растворителях, в чистых образцах нафталина и бензойной кислоты; идентификация полиядерных ароматических углеводородов в отходящих газах производства алюминия. Применены множественные критерии идентификации, включающие статистические и разностные показатели сходства масс-спектров и газохроматографических индексов удерживания, а также априорную информацию в соответствии с Байесовским подходом в статистике. Fresenius J. Anal. Chem., v.367, No7, p.621-634.- 2000

Разработан метод газохроматографического определения содержания примесей в гелии высокой и сверхвысокой чистоты с содержанием основного компонента 99,995-99,9999 % на комплексе аппаратуры, входящей в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 154-98. Определяемые компоненты: неон, водород, аргон, кислород, азот, оксид и диоксид углерода, метан, криптон, ксенон, углеводороды C₁-C₄. Диапазон измерений молярной доли примесей -от 0,05 до 50 млн⁻¹. Выполнение измерений на комплексе аппаратуры ГЭТ 154-98 обеспечивает:

- аналитический контроль при выпуске эталонных образцов гелия;
- проведение сертификации образцов гелия, выпускаемого промышленностью;
- выпуск газовых смесей- эталонов сравнения, аттестация которых на аппаратуре комплекса может быть проведена с относительной погрешностью 6 % в диапазоне от 5 до 10 млн⁻¹ и 3 % в диапазоне от 10 до 100 млн⁻¹.

Полученные результаты внедряются для комплексного метрологического обеспечения контроля продукции при производстве гелия на Оренбургском гелиевом заводе (**ВНИИМ**).

Проведена проверка российских стандартов на методы анализа драгоценных металлов, их сплавов и исходных продуктов для их получения. Показано, что большинство стандартов разработано 15-25 лет назад, они устарели и не соответствуют требованиям отечественных и международных основополагающих метрологических документов. Разработаны рекомендации по модернизации нормативной базы аналитического контроля производства драгоценных металлов (**Гиредмет**).

Обобщены литературные данные по алгоритмам внутрилабораторного контроля и оценки статистических характеристик химического анализа. Выбраны оптимальные алгоритмы такого контроля, разработана компьютерная программа "Qcontrol", рекомендованная к использованию Госстандартом России (Рекомендации Р 50.2.003-2000) (**ИНХС РАН**).

Завершено изучение химизма процессов, лежащих в основе бихроматного определения ХПК. На основании полученных результатов показана неправомерность применения для контроля метрологических характеристик методик определения ХПК только бифталата калия, винной кислоты или глюкозы. Обоснован состав стандартной смеси: уксусная кислота и диметилформамид в равных количествах (**Московский ПУ**).

Проведена доработка имеющихся нормативных документов по метрологическому обеспечению анализа. Они оформлены в виде приложения по группам однородной продукции: хлеб и хлебобулочные изделия; молоко и молочные продукты; рыба и рыбопродукты; мясо и продукты его переработки; воды питьевые и минеральные, крупа, мука и продукты переработки.

Проводится работа по стандартизации методик количественного химического анализа в виде ГОСТ Р:

ГОСТ Р "Напитки безалкогольные. Вода минеральная и питьевая. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой доли селена";

ГОСТ Р "Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой доли мышьяка";

ГОСТ Р "Напитки алкогольные и безалкогольные. Вода минеральная и питьевая. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения массовых концентраций мышьяка и ртути" (**Томский ПУ, лаборатория микропримесей**).

Разработка стандартных образцов состава

Внесен в Государственный реестр утвержденных типов комплект из 7 стандартных образцов состава графитового коллектора микропримесей (СОГ-24, ГСО 7751-2000), в котором аттестована массовая доля 24 примесных элементов в диапазоне $n \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-2}\%$. СОГ-24 предназначен для метрологического обеспечения химико-спектральных методик анализа (в том числе серы, селена, теллура особой чистоты). В ходе выпуска повторной партии ГСО массовой доли ртути (комплект СОРт, ГСО 7183-95) усовершенствована технология синтеза и процедура аттестационных исследований, что позволи-

ло существенно улучшить метрологические характеристики материалов (УГТУ-УПИ, кафедра ФХМА).

Разработана и аттестована методика определения объемной доли углеродов $C_1 - C_4$ в многокомпонентных газовых смесях, в том числе природном попутном газе, в диапазоне от 2 до 10 % об. (НИИХимии НижегородскогоГУ).

Проведены исследования однородности образца гранат-биотитового плагиогнейса (отобранного на о. Ольхон), подготовленного в качестве кандидата для разработки многоэлементного стандартного образца с государственной аттестацией. На основе данных по распределению элементов в породах данной формации и конкретно, в различных гранулометрических фракциях этого образца, получена оценка варибельности различных элементов, что позволило ранжировать элементы по величине потенциальной неоднородности. С использованием коллекции элементов-индикаторов однородности и экспериментального изучения 100 упаковок образца (коллекция 5x20) рентгенофлуоресцентным методом на квантометре СРМ-25 были получены численные оценки погрешности неоднородности для всех элементов, планируемых в аттестацию. В большинстве случаев они не потребуют учета в величине погрешности аттестации. Однородность пробы подтверждена также исследованиями с помощью энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа в лаборатории Открытого университета в Милтон Кейнес в Англии. Выполненные исследования позволили рекомендовать образец GBRg-1 для проведения исследований в 7 раунде GEOPT (Международная программа профессионального тестирования геологических лабораторий), что и было осуществлено в 2000 году.

Проведено сравнительное изучение элементного состава ряда водных растений (ВР) озера Байкал с целью обоснования выбора соответствующего стандартного образца состава. Исследованная коллекция включала: горец земноводный (*Persicaria amphibia* L., S.F. Grey), рдест пронзеннолистный (*Potamogeton pefoliatus* L.), роголистник погруженный (*Ceratophyllum demersum* L.), тростник южный (*Phragmites australis*, Cav., Trin, ex Steudel), уруть колосистая (*Myriophyllum spicatum* L.), элодея канадская (*Elodea canadensis* Michaux). Аналитические исследования, выполненные атомно-эмиссионным (30 элементов) и атомно-абсорбционным (11 элементов) методами, показали, что по полученным данным все исследованные ВР достаточно близки, хотя и намечается их разбраковка на две группы. Тем не менее на первом этапе достаточно отобрать для создания стандартных образцов ВР только один вид. По ряду дополнительных критериев нами намечена в качестве кандидата в СО элодея канадская (ИГХ СО РАН).

Разработан типоразмерный ряд фторопластовых динамических установок для приготовления поверочных газовых смесей (ПГС) "МИКРОГАЗ-Ф". Он включает в себя одноканальные и многоканальные установки (с 1,2,3 и 4-мя термостатами) с одноступенчатым и двухступенчатым разбавлением микропотоков дозируемых веществ, диффундирующих из фторопластовых ста-

бильных источников микропотоков газов и паров (СИМГП) "МИКРОГАЗ", помещенных в термостаты. Установки "МИКРОГАЗ-Ф" позволяют готовить ПГС с примесями газов в диапазоне концентраций от 10^{-6} до $10^{-1}\%$ (об) при температурах от 40 до 120 °С. Погрешность регулируемой температуры в каждом термостате $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$. Разность между заданной и измеряемой температурой в каждом термостате $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Градиент температуры по длине камеры термостата $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Предусмотрено электронное измерение и регулирование расходов газа-разбавителя в каждом термостате (канале) в диапазоне от 30 до 600 мл/мин с погрешностью $\pm 1,0\%$.

Разработаны фторопластовые стабильные источники микропотоков обращенного типа для диффузионного дозирования низкокипящих газов. Длина не более 120 мм. Диаметр не более 50 мм. Масса не более 200 г. (**Кирово-Чепецкий ХК**).

Методами фракционного газового анализа (ФГА) (совместно с ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН) на приборах восстановительного плавления ТС 436 фирмы LECO с привлечением металлургических исследований установлено содержание оксида алюминия в ГСО СГ-1 (ст.45) и СГ-4 (ст. ШХ-15) с аттестованным общим содержанием кислорода, а также температурные параметры процесса экстракции. Полученные результаты внесены (СГ-4) и вносятся в паспорта ГСО по ГОСТ 8.315. Качественная и количественная информация о типе кислородсодержащих фаз необходима для поиска методов повышения качества металла, контроль точности оценок может выполняться при помощи созданных СО. Подобные сведения о фазовом составе в зарубежных СО отсутствуют.

Аттестованы (впервые в России) 2 типа СО для определения кислорода в меди (массовая доля кислорода менее 0,001% и массовая доля кислорода 0,03%). Кислород весьма существенно влияет на эксплуатационные свойства меди, его содержание жестко регламентируется Государственными стандартами и подлежит обязательному определению (в сфере Госнаadzора), что без соответствующих СО ненадежно. Зарубежные СО существуют, однако дороги. Качество аттестованных СО на уровне мировых образцов.

Разработана и утверждена органами Госстандарта "Рекомендация. Фотоэлектрические установки для спектрального анализа универсальные. Методика поверки в условиях эксплуатации," (совместно ЦСМ-Уралтест, ГНЦ РФ ОАО "УИМ", ЗАО "ИСО"). Существует весьма острая потребность в подобной методике поверки применительно ко всем действующим в России (в большом количестве) фотоэлектрическим установкам, а в особенности – отечественным, выпущенным ранее Ломо и другими предприятиями (ГНЦ РФ ОАО "УИМ").

Математизация и автоматизация

Результаты выполненных исследований свидетельствуют о дальнейшем продолжении работ в области применения математических методов и ЭВМ химиками-аналитиками и развитии этих методов в следующих направлениях:

Создание методологии применения компьютерных методов в аналитической химии. Разработан метод вычитания спектров, зарегистрированных с помощью позиционно чувствительных детекторов, с целью коррекции результатов количественного атомно-эмиссионного спектрального анализа. Для учета возможного неконтролируемого смещения спектров друг относительно друга использовано параболическое моделирование регистрируемых сигналов. Показана эффективность предложенного метода при вычитании спектра контрольного опыта из спектра пробы для повышения правильности результатов анализа и снижения пределов обнаружения элементов – примесей (**ИНХ СО РАН**).

Методы многомерной статистики (регрессионный анализ, MANOVA, SEPATH, факторный и дискриминантный анализ) применены для определения состава смешанных растворов электролитов. Результаты измерений нескольких физико-химических свойств растворов (электропроводность, рН, плотность, показатели преломления, оптическая плотность и др.) при изменении концентрации компонентов смеси используют для построения математической модели. Метод принципиально применим при анализе любых смешанных растворов электролитов (**Воронежский ГУ**).

Создание и модернизация комплексов программ обработки аналитической информации. Для обнаружения и обработки аналитических сигналов разработана компьютерная программа, в которой зависимость тока от потенциала рассматривается как стохастически непрерывный на интервале развертки числовой случайный процесс, содержащий особенности в области аналитического сигнала. При регистрации осуществляется квантование этой зависимости по времени и преобразование результата измерения в цифровую форму. Полученная выборочная функция или реализация представляет собой зашумленный помехами временной ряд, содержащий тренд, определяемый параметрами развертки потенциала. В этих условиях автоматическое обнаружение аналитического сигнала и определение его величины представляет значительную сложность, особенно в случае малых концентраций искомого вещества. Влияние тренда уменьшается при переходе к дифференциальной форме представления временного ряда, однако, в этом случае резко возрастает ошибка от случайных помех, что затрудняет поиск интервала потенциалов, в котором находится полезный сигнал. Для улучшения распознавания слабых сигналов ряд подвергается очистке от выбросов и последующей фильтрации с использованием синусоидального окна Ханна. Для очищенной выборочной функции строится нуль-центрированная характеристическая зависимость, содержащая ярко выраженные точки минимумов, положения которых соответствует границам пиков. Координаты максимумов на характеристической

кривой совпадают с координатами вершин пиков. Эти особенности характеристической зависимости позволяют существенно упростить алгоритм автоматического отыскания координат пиков. Затем зависимость тока от потенциала дифференцируется и измеряется амплитуда изменения производной тока по времени в найденном интервале потенциалов. Величина амплитуды служит аналитическим сигналом (**Уральский ГЭУ**).

Создана расчетная программа, реализующая гибридный молекулярно-механический – квантово-химический метод для расчета строения и свойств координационных соединений (совместно с НИФХИ им. Карпова). Используется молекулярная механика на основе модели Гиллеспи-Киперта и квантово-химическая схема эффективного кристаллического поля. Особенность программы – однократный квантово-химический расчет с последующим применением теории возмущений для расчета электронной энергии. На первых примерах (комплексы железа с лигандами, содержащими sp^2 -гибридизованный атом азота) показана адекватность программы и метода.

Разработан язык COSMOS для манипулирования молекулярными объектами. Построена иерархия молекулярных объектов, предложены и реализованы соответствующие методы. Язык реализован как надстройка над языком программирования общего назначения Python. COSMOS портирован на различные платформы (PC-Windows, PC – Linux, рабочие станции и суперкомпьютер Convex Hewlett-Packard) и использован в ряде реальных задач (расчеты координационных соединений и олигосахаридов методом молекулярной механики, молекулярный дизайн селективных рецепторов).

Проведены расчеты строения бис-металлофталоцианатов и оценены возможности их взаимодействия с органическими субстратами (**МГУ, кафедра АХ**).

Создана программа IONCHROM, основанная на математическом моделировании ионной хроматографии, которая позволяет проводить априорные расчеты поведения реальных смесей ионов в произвольно выбранных хроматографических условиях, рассчитывать оптимальные режимы разделения смесей и решать задачи качественного и количественного анализа (**ГЕОХИ РАН**).

Использование ЭВМ для решения отдельных задач в различных областях аналитической химии. По результатам квантово-химических расчетов найдены корреляции окислительно-восстановительных потенциалов (E) диариламинов с первыми потенциалами ионизации, величин pK_a , характеризующих протонирование аминов по азоту и диссоциацию карбоксизамещенных реагентов по $COOH$ -группе, со сродством к протону дифениламинов и COO -содержащих анионов, экспериментальных значений дипольных моментов (μ) молекул с теоретическими. Показана возможность простой квантово-химической оценки E, pK_a и μ редокс-реагентов дифениламинового ряда. Развита методика к предсказанию селективности аналитических редокс-реагентов (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Методами MINDO, MINDO-3, AM-1, PM-3 рассчитаны стандартные энтропии, теплоты образования и дипольные моменты для 25 представителей

ароматических аминов. Выведены корреляции «строение-свойство» для карбокси-, нитро-, окси-, метил-, метокси-, амино-, хлор-производных анилина. Осуществлен теоретический прогноз преимущественного направления атаки протонами молекул первичных ароматических аминов. Расчет распределения молекулярного электростатического потенциала по комплексу программ "LEV" вокруг молекул показал, что из теоретически возможных «каналов сближения» протонов с молекулами замещенных анилина «над-, под-, и в плоскости молекулы амина» с большой вероятностью реализуется направление атаки – под плоскостью бензольного кольца (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ, Саратовский ГАУ, ГЕОХИ РАН**).

Для исследования нелинейной области концентрационной поляризации ионообменных мембран при электродиализе разработан метод локального определения двух компонентов, использующий многочастотную лазерную интерферометрию. Метод основан на измерении относительного сдвига интерференционных полос при изменении концентраций компонентов при трех длинах волн. Полученная система трех линейных уравнений решается методом Крамера (**Воронежский ГУ**).

Пробоотбор и пробоподготовка

Отмечается значительный рост интереса к подготовке проб к анализу инструментальными методами. Основное внимание уделяется развитию методов и созданию устройств с использованием электромагнитных и акустических воздействий на химические реакции.

В **Уральском ГЭУ** разработан ультрафиолетовый облучатель для минерализации органических веществ, содержащихся в анализируемых растворах.

Функции задания и управления параметрами процесса пробоподготовки (питание от сети 220 В, время облучения, температура) выполняет электронный блок. Ультрафиолетовое облучение проб реализуется в блоке пробоподготовки, который включает стенд - держатель для 6 образцов, ультрафиолетовую лампу широкого спектра и систему принудительного воздушного охлаждения (вентилятор). Проводятся лабораторные испытания макета УФ- облучателя. Эффективность разрушения органических компонентов и правильность выбора параметров процесса оценивается при последующем анализе обработанных на установке проб и модельных растворов с применением методов инверсионной вольтамперометрии и атомно-абсорбционной спектроскопии.

Закономерности воздействия ультразвука и УФ-излучения на природную воду с целью устранения влияния на последующее определение элементов присутствующих в воде гуминовых веществ изучались и в **ИМК НАН Украины**. Показано, что зависимости аналитического сигнала от продолжительности обработки воды имеют четко выраженные максимумы, различные для разных видов и режимов обработки. Высказано предположение, что уменьшение аналитического сигнала при длительных воздействиях УЗ и УФ

обусловлено разрывом связей не только в комплексах металл-гумат, но и в молекулах природного лиганда.

Методы фотохимической пробоподготовки к ИВ-анализу развиваются в лаборатории микропримесей **Томского ПУ**. Для определения суммарного содержания Se в водах, безалкогольных напитках и др. пробоподготовка состоит из двух стадий: фотоокисление всех форм селена до степени окисления +4 и +6 в присутствии перекиси водорода, а затем фотохимическое восстановление Se(+6) в Se(+4) при pH 9-10 и деаэрации раствора током азота.

В **Кубанском ГУ** на кафедре АХ разработан способ фотохимического окисления органических веществ природных и поверхностных вод пероксодисульфат-ионом для инверсионной вольтамперометрии.

Предложен способ и разработано устройство для предварительной электрохимической пробоподготовки водного образца в автоматическом режиме с использованием четырехэлектродной проточно-дискретной ячейки. Стандартная схема дополнена четвертым электродом, который представляет собой рабочий электрод пробоподготовки. Таким образом, пробоподготовка и измерения выполняются последовательно в одной ячейке без вмешательства оператора (**Уральский ГЭУ**).

Воздействие микроволнового излучения как способ получения заданных аналитических форм для последующего определения благородных металлов исследуется в **ИОНХ РАН (совм. с ГЕОХИ РАН)**. Предложен быстрый способ получения биядерного тетраацетата родия (II), потенциально пригодного для кулонометрического определения родия. Механизм редокс-процесса $Rh_2(III, II) \rightarrow Rh_2(II, II)$ в уксуснокислых растворах этого комплекса охарактеризован методами циклической вольтамперометрии, кулонометрии с контролируемым потенциалом и спектрофотометрии. Показано, что использование микроволнового излучения позволяет ускорить образование заданного соединения, увеличить его выход до количественного и стабилизировать его состояние в растворе.

Установлено существенное ускорение в микроволновом поле гетерогенных реакций аналитических реагентов, иммобилизованных в ксерогелях кремниевой кислоты – бромбензтиазо с кадмием, 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола с кобальтом (II) и молибденофосфорной гетерополикислоты с гидразином. На примере взаимодействия кобальта (II) с включенным в ксерогель 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом показано, что микроволновое излучение увеличивает скорость внешней и внутренней диффузии (**МГУ, кафедра АХ**).

В **ГЕОХИ РАН** изучается возможность использования микроволнового излучения для повышения эффективности извлечения форм элементов при анализе почв. На примере анализа стандартных образцов почв сопоставлена степень перевода в растворимое состояние различных форм хрома, кобальта, никеля, меди, свинца в обычных условиях (с использованием стандартных методик и реакционных смесей) и под действием микроволнового излучения. Определение элементов в растворах проводили методами АЭС-ИСП и ЭТААС. Отмеченные ранее неизменность химических форм элемен-

тов в условиях воздействия излучения и влияние излучения на кинетические параметры процесса позволяют в обоих случаях применять те же смеси реагентов, однако продолжительность процедуры удается сократить до 6 мин. Получена информация о соотношении водорастворимых, обменных, окисляемых форм элементов для различных типов почв.

Различные методы предварительного выделения жирорастворимого витамина Е (омыление жиров, комплексообразование с ионами металлов и др.) из сложной многокомпонентной смеси применены для вольтамперометрического определения этого вещества в **Томском ПУ** (лаборатория микропримесей).

Проведено сравнительное изучение методов вскрытия углеродсодержащих пород при определении редкоземельных элементов. Исследовались следующие способы: А – открытое разложение пород смесью кислот HF, HNO₃, HClO₄; Б – автоклавное разложение смесью 5 мл HF и 1мл HNO₃ в тефлоновых вкладышах; В – сплавление проб с метаборатом Li в стеклоуглероде при t=1100°C 4 мин. (печь ВЧТН-104). Методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, инструментального нейтронно-активационного анализа и химико-атомно-эмиссионным методом установлено, что при определении РЗЭ в породах черносланцевой формации необходимо вскрывать пробы способом сплавления, при котором наблюдаются минимальные потери (**ИГХ СО РАН**).

В **Кубанском ГУ** (кафедра АХ) разработано устройство, имитирующее колонку для накопления и детектирования элементной ртути. Основной акцент сделан на преодоление фактора малой пропускной способности колонки-коллектора, т.е. оптимизация размера ячеек кварцевой сетки, размера гранул сорбента на карбонизованной основе, скорости потока – продолжительность пробоотбора – фоновое содержание ртути в атмосферном воздухе.

Предложены и изготавливаются средства пробоотбора и пробоподготовки:

- фторопластовые шприцы – пробоотборники ШПФ-200 и ШПФ-500 для отбора, хранения и дозирования проб газов и жидкостей объемом 200 и 500 мл;
- фторопластовые фильтродержатели аэрозольных фильтров типа АФА;
- фторопластовые трубки, колонки, фильтры, уплотнительные элементы для газовых и жидкостных хроматографов по техническим требованиям заказчика (**Кирово-Чепецкий ХЗ**).

МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методы обнаружения и идентификации

На основе результатов математического моделирования и экспериментального исследования процессов дифференцирующего растворения (ДР) смесей фаз переменного состава (с постоянным и переменным пространственным распределением образующих их компонентов) разработаны подходы к оптимизации условий ДР при определении стехиометрического состава и количественного содержания таких фаз в сложных оксидных системах (алюмосиликаты, Fe-V-O, Cu-Zn-O, Li-Mg-Al-O и др.) (**ИК СО РАН**).

Предложены оптические (ПМР, УФ) и хроматографические (ТСХ) методы идентификации биологически активных соединений – триодидов органических азотсодержащих катионов (**Ростовский ГУ, кафедра АХ**).

Методы разделения и концентрирования

Проводились исследования свойств новых и ранее известных сорбентов разных типов. Разработаны эффективные способы разделения и концентрирования веществ. В ряде работ уделено внимание влиянию природы сорбента и динамическим способам концентрирования.

Методом пьезокварцевого микровзвешивания изучены равновесия сорбент (полиэтиленгликольсукцинат, полистирол, ПЭГ 2000, 4-аминоантипирин, Тритон X-100, фталаты, пчелиный воск, прополис) - сорбат (азотсодержащие органические соединения различных классов, в т.ч. нитроалканы). Впервые для количественной оценки сорбции пленкой сорбента, нанесенной на поверхность электродов пьезокварцевого резонатора, введен коэффициент сорбционного концентрирования (**Воронежская ГТА**).

Получены данные о коэффициентах распределения ионов меди (II), железа (III), никеля (II), хрома (III), алюминия (III), кобальта(II), свинца (II), марганца (II), цинка (II), кадмия (II), кальция (II), и магния (II) в диапазоне pH 1-10 с использованием полиакрилонитрильного волокна с амино- и карбоксильными функциональными группами (АКВАПАН, г. Санкт-Петербург) при солевом фоне до 20 г/л. Показана возможность количественной десорбции большинства ионов металлов из фазы сорбента (**ИХТРЭМС КНЦ РАН**).

Проведено сравнительное изучение сорбционных свойств более 20 ионитов с различной структурой полимерного каркаса (непористые, пористые, макропористые, макросетчатые) и строением функциональных групп на примере разделения Re(VII), Mo(VI), W(VI), Ga(III), Rh(III), Ni(II), Mn(II) в растворах сложного солевого состава. Найдены условия количественного разделения Re(VII) и Mo(VI) с использованием низкоосновных анионитов АН-82-14Г и АН-105-14Г непористой структуры с группами гексаметиленмина и циклогексиламина. Разделение ионов Ni^{2+} и Mn^{2+} достигается при pH 3,5-5,0

с использованием макросетчатого амфотерного ионита АМФ-2Т. Показано, что аниониты АН-106ТП, АН-1ТП, АН-108П на основе макропористых сополимеров метилакрилата с длинноцепочечными сшивающими агентами обладают в 2-5 раз большей обменной емкостью по W(VI), чем аниониты АН-221, АН-511, АН-521 пористой структуры на основе сополимеров с дивинилбензолом. Высокая степень извлечения Rh(III) из слабокислых растворов (до 97%) достигается при сорбции на АНС-80 с аминными и карбоксильными группами и серосодержащим сшивающим агентом. Галлий извлекается из щелочных растворов сильноосновным анионитом поликонденсационного типа непористой структуры. Выбраны условия ионообменного извлечения Re(VII) из отработанных катализаторов, W(VI) из сульфатных растворов, получаемых в результате переработки вольфрамсодержащего сырья, Ga(III) из растворов выщелачивания пылей глиноземного производства, Ni(II) из растворов азотнокислого марганца, Rh(III) из хлоридных растворов (**Красноярский ГУ**).

Разработан и апробирован на реальных объектах новый эффективный метод отдельного концентрирования Al, Ga и In в анализе сталей, сплавов и минеральных объектов полимерным хелатным сорбентом полистирол-(азо-1)-3,4-диокси-6-нитробензолом с последующим спектрофотометрическим их определением в элюате. Предложен и апробирован на реальных объектах эффективный метод группового концентрирования V, Mn, Cr в анализе питьевой, речной и сточной водах полимерным хелатным сорбентом полистирол-(азо-1)-2-окси-3-карбокси-5-нитробензолом с атомно-абсорбционным определением элементов в элюате. Методы характеризуются экспрессностью, избирательностью, низкими пределами обнаружения и высокой воспроизводимостью результатов (**ИГЕМ РАН**).

Определены количественные характеристики сорбции фенолов на хелатообразующих сорбентах с матрицами тиопан 1 (с тиосемикарбазидными функциональными группами (ФГ)), тиопан 2 (с диэтилдитиокарбаминатными ФГ), тиопан 3 (с тиацетатными ФГ), а также на ПАН-волокне, немодифицированном и модифицированном полиглицидилметакрилатом. Наибольшей сорбционной емкостью обладает ПАН-волокно в ОН-форме при pH раствора 4-7. Ионная сила раствора не влияет на сорбцию фенола (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Предложена новая схема анализа, совмещающая гидридное выделение мышьяка, накопление его на сорбенте с карбонизованной основой и детектирование по схеме "slurry-sampling" ААС-ГА (**Кубанский ГУ**).

Показана возможность применения модифицированного сорбента на основе ацетилцеллюлозы и эриохромцианина R для концентрирования следовых количеств алюминия, а также для разделения Al, Fe и Zn при их совместном присутствии. Модифицированные сорбенты на основе силикагеля апробированы для отдельного определения цинка, меди и кобальта (**Дагестанский ГУ**).

Изучена разделительная способность поверхностно-привитых слоев ацетилацетоната и диметилглиоксимата никеля, нанесенных на поверхность

силикагеля. Показано, что исследованные сорбенты перспективны для разделения сложных смесей углеводородов, в т.ч. высококипящих ароматических веществ и кислородсодержащих соединений (**Томский ГУ**).

Предложен способ динамического сорбционного концентрирования хлорокомплексов палладия, платины и золота в виде ионных ассоциатов с три-*n*-октиламином из хлоридных растворов на гидрофобизированных тонкослойных фильтрах. Показано, что кремний и фосфор количественно извлекаются в динамических условиях на микроколонках со стекловатой в качестве сорбента (в виде ионных ассоциатов соответствующих молибденовых гетерополикислот с тетрабутиламмоний бромидом) и десорбируются ацетонитрилом. Показана возможность хроматографического определения кремния и фосфора в полученном концентрате в режиме ОФ ВЭЖХ. Обоснована необходимость использования для концентрирования и определения элементов невосстановленных форм гетерополикислот.

Разработана методика сорбционного концентрирования и последующего сорбционно-цветометрического определения молибдена в виде трехкомпонентных комплексов молибден(VI) – магнезон ИРЕА (люмогаллион ИРЕА) – гидроксилламин. Нижние границы определяемых содержаний молибдена 1,5 – 3 нг/мл (**МГУ, кафедра АХ**).

Получены экспериментальные данные по равновесиям и кинетике сорбции меди (0,5 М NaCl) и палладия (1 М HCl) волокнистыми комплексобразующими сорбентами с амидоксимными и гидразидиновыми группами. Показана возможность моделирования процесса сорбции с целью выбора оптимальных условий концентрирования металлов в динамических условиях (**ГЕОХИ РАН**).

Для определения методом спектроскопии диффузного отражения предложены системы ионит - ион металла – реагент: для рения: АВ-17-10П-Re(VII) - SCN⁻, АВ-17-10П - Re(VII) - бриллиантовый зеленый; для кобальта: КБ-2-3Т - Co(II) - нитрозо-R-соль; для никеля: АНКБ-35 - Ni(II) - пиридилазонафтол. Разработаны и апробированы на модельных смесях, природных водах и промышленных растворах сорбционно-спектроскопические методики определения Re, Co и Ni. Предложенные методики отличаются экспрессностью, простотой выполнения, достаточно высокой чувствительностью и точностью (**Красноярский ГУ**).

Разработаны методики подготовки водных проб к полярографическому анализу с помощью полимерных волокнистых хемосорбентов ВИОН КН-1 и АС-1, обеспечивающих высокоизбирательный контроль низких концентраций ионов W(VI), Mo(VI), Cr(VI), Mn(VII), V(V), Re(VII), Te(IV), Se(IV), As(III), Pb(II), Cu(II), Co(II), Ni(II), Cd(II), Tl(I) в сточных и условно чистых водах гальванопроизводств и предприятий свинцово-цинковой и редкометаллической отрасли. Разработанные методики позволяют повысить чувствительность и избирательность полярографического метода определения ионного состава технологических растворов и сточных вод предприятий цветной металлургии (**Северо-Осетинский ГУ**).

Разработана термодинамическая теория нового метода определения коллоидного состояния микроэлементов, основанная на явлении спонтанного перехода коллоидов из водной в органическую фазу (коллоидно-химическая экстракция). Показана взаимосвязь размера коллоидных частиц, поверхностного натяжения на границах раздела "поверхность частицы - фаза растворителя" и коэффициента распределения частиц между несмешивающимися жидкими фазами. На основе полученных данных предложен метод концентрирования большого числа микроэлементов из пресной воды их соэкстракцией с коллоидами гидроксида алюминия в расплав парафина. Показано практическое значение метода для повышения чувствительности определения микроэлементов в пресной воде (**ИХТТ УрО РАН**).

Совместно с **ИФТТ РАН** и **ИФ РАН** изучено влияние структуры дифосфинов на их экстракционную способность при извлечении Sc, Y, Th, U и редкоземельных элементов из растворов HNO_3 . Показано, что арилзамещенные дифосфины обладают высокой экстракционной способностью по отношению к РЗЭ в азотнокислых средах. Степень экстракции РЗЭ возрастает с увеличением порядкового номера элемента (**ИПТМ РАН**).

*Осуществлена количественная суперкритическая флюидная экстракция (СФЭ) твердого диоксида урана(IV) сверхкритическим диоксидом углерода, содержащим комплекс трибутилфосфата с азотной кислотой. Достигнута количественная экстракция оксида урана(VI) сверхкритическим диоксидом углерода, содержащим смесь трибутилфосфата с теноилтрифторацетоном с использованием ультразвукового воздействия на эту экстракционную систему. Выполненные работы открывают перспективы использования метода СФЭ для извлечения актинидов из облученного ядерного топлива (**ГЕОХИ РАН**).*

Установлены основные закономерности непрерывной газовой экстракции летучих веществ последовательно из нескольких неодинаковых объемов содержащих их растворов; выведена формула, описывающая зависимость их концентраций в газовом потоке (C_g) на выходе из системы. Для случая последовательно расположенных трех порций раствора показано, что на основе данных о C_g через одинаковые интервалы времени могут быть рассчитаны коэффициенты распределения летучих веществ и отношения объемов раствора. (**СпбГУ, лаборатория ГХ НИИ химии**).

Для концентрирования микропримесей из растворов хлорида кальция высокой чистоты предложено использовать процесс многоступенчатой экстракции с применением вращающихся спиральных колонок (планетарных центрифуг). В качестве экстракционных реагентов использовали раствор дигексилдитиофосфата калия в хлороформе, смесь гексаметилендитиокарбаминной кислоты 8-оксихинолина в хлороформе. Показана возможность концентрирования микроэлементов из растворов хлорида кальция во фреон при добавлении в водную фазу пирролидиндитиокарбамата аммония с их последующим выделением в небольшой объем элюата. Предложен способ количественного концентрирования РЗЭ из 5%-ного раствора хлорида кальция в ки-

слой среде при использовании неподвижной фазы на основе дифенил[дибутилкарбамоилметил]фосфин оксида. Предложенный способ использовали для анализа модельных и реальных растворов хлорида кальция различных концентраций методами масс-спектрометрии и атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой (**ГЕОХИ РАН**).

Для экстракции ионов металлов предложено использовать системы на основе вода - антипирин (Ант)/диантипирилметан (ДАМ)/диантипирилгептан (ДАГ) – нафталин-2-сульфо кислота (НСК), не содержащие органического растворителя. С целью определения аналитических возможностей систем изучено извлечение ионов металлов из серноокислых и солянокислых растворов. Показано, что системы с ДАМ количественно извлекают скандий, железо(III), цирконий, гафний, торий, висмут, индий, молибден(VI), уран(VI). В системах H_2O -Ант-НСК количественно экстрагируются скандий и железо(III), в системах H_2O -ДАГ-НСК на 98% извлекается скандий. Разработаны способы экстракционно-комплексометрического определения таллия(III) и экстракционно-фотометрического определения урана(VI) при использовании систем на основе Ант. Системы с ДАМ позволили предложить методики экстракционно-фотометрического определения скандия, и экстракционно-фотометрического определения железа в сплавах и титана в сталях и сплавах, а также кобальта и железа в никеле.

Изучено извлечение макро- и микроколичеств ионов металлов из карбонатных растворов с применением ацетилацетона, ФМБП, дипиразолонилгептана. Установлен ряд экстрагируемости ионов металлов и механизм экстракции для каждого из реагентов, определены $pH_{1/2}$ и экстракционная емкость реагентов, рассчитаны константы экстракции. Смесь ацетилацетона и ФМБП предложена для концентрирования микроколичеств элементов для их последующего определения в сточных и природных водах (**Пермский ГУ**).

Арилборные кислоты использовались для экстракции аминокислот. Получены параметры уравнения Гаммета-Тафта для вычисления констант диссоциации арилборных кислот. Изучена сверхкритическая флюидная экстракция среднелетучих органических соединений из почв (**МГУ, кафедра АХ**).

Изучена экстракция 4-бромзамещенных хлорфенолов бензолом, толуолом, гексаном, бутилацетатом, метилбутилкетон и гексанолом из водных растворов. Установлены закономерности экстракции галогензамещенных фенолов полярными и неполярными растворителями, интерпретировано влияние числа и характера заместителей на межфазное распределение. Предложен новый вариант микроэкстракции при соотношении объемов водной и органической фаз от 5:1 до 2000:1. Теоретически обоснованы условия эффективного применения варианта микроэкстракции для определения полигалогенфенолов в питьевой воде. Показана перспективность микрожидкостного концентрирования для определения фенольных соединений в различных водных объектах (**Воронежская ГТА**).

Систематически изучено распределение гваякола и фенола между смесями краун-эфира (дициклогексано-18-краун-6) с инертными растворителя-

ми. Установлены закономерности распределения нафтолов, нитрозоафтолов и нафтолсульфокислот между смесями гидрофильных растворителей (спирты, сложные эфиры) с алифатическими углеводородами и водно-солевыми растворами. Показано влияние состава смеси, природы высаливателя на коэффициенты распределения, а также гидрофильного растворителя и распределяемого соединения на характер изотерм экстракции. Изучено распределение нафтолсульфокислот между смесями триалкилфосфатов с алифатическими углеводородами, нанесенными на полиуретановую пену (**Воронежская ГТА**).

Предложен способ безреагентного низкотемпературного разделения и концентрирования ароматических аминокислот на основе различия в характере их распределения в слитке льда (**Воронежский ГУ**).

Установлены общие закономерности экстракции ароматических аминокислот из водных сред растворителями разных классов. Подобраны условия концентрирования одного из разделяемых компонентов в водной фазе. Предложены схемы безреагентного ионообменного разделения смесей ароматических и гетероциклических аминокислот на ионитах (**Воронежский ГУ**).

Развивались также методы разделения частиц различного размера и природы (латексы, силикагели, кварц и др.) с использованием мембранной фильтрации, капиллярного электрофореза и проточного фракционирования в центробежном поле. Эти методы предполагается использовать для изучения вод и диспергированных твердых образцов (ГЕОХИ РАН).

Методы разделения коллоидных и твердых частиц и их последующий анализ активно разрабатываются во многих зарубежных лабораториях, особенно в приложении к частицам в объектах окружающей среды, а также в образцах биологического происхождения. Указанные выше работы – это пока один из немногих примеров для нашей страны. Еще одним весьма перспективным направлением является работа по использованию суперкритической флюидной экстракции для извлечения оксидов урана. Ранее этот метод в основном использовался для экстракции органических соединений. В целом же, оценивая поступившие в Совет материалы по методам разделения и концентрирования, следует, как и в предыдущие годы, отметить традиционно хороший уровень работ по сорбции и экстракции, причем работы по сорбционным методам занимают все большее место среди всех работ по концентрированию веществ.

Хроматографические методы

Бумажная и тонкослойная хроматография. Методом мицеллярной ТСХ на прямой и обращенной фазе изучен процесс разделения смеси реагентов класса фенолкарбоновых кислот трифенилметанового ряда. Показано,

что использование подвижной фазы на основе додецилсульфата натрия позволяет разделять эриохромцианин Р, сульфохром, хромазуrol С и эриохромазуrol Б, а также проводить оценку чистоты препаратов указанных реагентов (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Газовая хроматография. Разработаны методы подготовки экспрессных поликапиллярных колонок с полярными неподвижными жидкими фазами, содержащими трифторпропильные и цианопропильные функциональные группы. Получены поликапиллярные колонки длиной 22 см. средней полярности (трифторпропильные функциональные группы) и высокой полярности (цианопропильные функциональные группы) с эффективностью до 20000 теоретических тарелок на метр.

С целью ускорения процессов хроматографического определения состава газообразных и жидких катализаторов сложного состава изучены условия приготовления пористослойных капиллярных колонок с пленкой сорбента из композитного материала. Найдены условия приготовления устойчивых суспензий из этого материала (**ИК СО РАН**).

Разработан способ создания парогазовых смесей заданного состава, основанный на хромадистилляции, обеспечивающий возможность создания концентраций в диапазоне от 10 до 10^{-5} %.

Разработан способ калибровки газохроматографических детекторов методом экспоненциального разбавления по веществам различной летучести ($T_{кип}$ от 60 до 400°C) в широком диапазоне концентраций ($10^4 - 10^{-3}$ %).

Разработано программное обеспечение, обеспечивающее интегрирование перекрывающихся хроматографических пиков и увеличение точности количественного определения компонентов сложных смесей (**МГУ, кафедра АХ**).

Принимая во внимание ряд характеристик мембранных материалов (высокую проницаемость, растворимость в них газов и т.д.), было предложено использовать эти материалы как хроматографические адсорбенты в газовой хроматографии. В качестве первого представителя этого класса материалов был изучен политриметилсилилпропин (ПТМСП), который был применен как хроматографический адсорбент в насадочных и открытых капиллярных колонках. Наиболее интересные результаты на этом адсорбенте были получены при разделении углеводородных газов и особенно для этилена, ацетилен и пропана. Ацетилен, являющийся вредной примесью в этилене, элюируется ранее этилена, что важно для технологического контроля качества этилена. Хорошее разделение получено для всех изученных компонентов (**ИНХС РАН, лаборатории хроматографии и синтеза селективно-проницаемых полимеров**).

Разработан не имеющий аналогов в мировой практике алгоритм предсказания относительного порядка газохроматографического элюирования изомерных органических соединений, основанный на сравнении их внутримолекулярных динамических параметров (колебательные и вращательные энергии). Проводится расширенная проверка метода на примерах классов соединений с аномальными зависимостями хроматографических парамет-

ров от структуры молекул (ацетилены, диацетилены, алифатические полигалогенпроизводные и др.). Предложен способ одностадийного газохроматографического определения числа активных атомов водорода в молекулах органических соединений, предполагающий использование смешанных реагентов для дериватизации. За счет обобщения полученных к настоящему моменту данных, показано, что линейно-логарифмические зависимости вида $y = a \lg x + b x + c$ или $f(y) = a \lg x + b x + c$ представляют собой новый класс функций для описания свойств гомологов (СпбГУ, лаборатория ГХ НИИ химии)

Изучена возможность использования краун-соединений в качестве компонентов хроматографических фаз для расширения диапазона селективности при анализе органических соединений разных классов в газовой и жидкостной хроматографии. Решение этой задачи включало установление закономерностей, определяющих удерживание органических соединений с различными функциональными группами, способных к специфическому и неспецифическому взаимодействию с введенными в состав подвижных и неподвижных хроматографических фаз краун-эфирами. На основе экспериментально определенных констант Мак-Рейнольдса, параметров удерживания и рассчитанных констант комплексообразования получены количественные оценки доминирующих типов взаимодействий между макроциклическими модификаторами хроматографических фаз и анализируемыми веществами (СпбГУ, лаборатория ГХ НИИ химии).

Изучена возможность высокочувствительного определения фенола и его производных газохроматографическим методом с использованием фотоионизационного детектора. Достигнутые абсолютные пределы обнаружения фенола, 2-хлорфенола, 3-метилфенола, 2-нитрофенола, 2,4-дихлорфенола составили $2 \cdot 10^{-12}$ — $9 \cdot 10^{-12}$ г, что в 4-10 раз лучше приведенных в литературе. (ИХВВ РАН совместно с Нижегородским ГУ).

Исследованы третичные арсины в качестве неподвижных фаз для газожидкостной хроматографии. Рассчитаны индексы удерживания и факторы полярности стандартных сорбатов на третичных арсинах общей формулы R_2C_2As , где $R = C_6H_5C_2H_5$, $(n - CH_3OC_6H_4)_2$, $(n - FC_6H_4)_2$, $(n - BrC_6H_4)_2$, $(n - ClC_6H_4)_2$, $n - NOOCC_6H_4C_2H_5$. Показано, что хроматографические свойства исследуемых арсинов зависят от структуры заместителя у атома мышьяка, и сорбенты характеризуются высокой гидроксильной селективностью. Установлено, что из исследуемого ряда соединений наиболее высокими селективными свойствами обладает паракарбоксифенилдиэтиларсин, что объясняется структурными особенностями последнего (Казанский ГУ).

Разработан новый способ газохроматографического определения хлорфенолов в водных средах (детектор электронного захвата) с предварительной двухстадийной химической модификацией. В качестве реагентов для дериватизации в водной фазе применен молекулярный бром с последующим ацилированием хлорангидридом перфторвалериановой кислотой в экстракте (Воронежская ГТА).

Исследованы возможности газохроматографического парофазного анализа для изучения равновесия между жидкостью и паром в четырехкомпонентных системах. На примере системы хлороформ - ацетон - метилацетат - метанол показана возможность расчета состава жидкой фазы по данным о зависимости давления конденсации паровой фазы от ее состава (**СПбГУ, лаборатория ГХ НИИ химии**).

В СПб ГУ на кафедре аналитической химии продолжены работы в обоснование и развитие хроматомембранных методов разделения веществ:

Предложена тарелочная модель и математическое описание непрерывной двухмерной хроматомембранной газовой экстракции (НДХЭ), адекватно отражающие закономерности извлечения веществ из водных растворов в газ-экстрагент. Установлены и сопоставлены аналитические характеристики методик определения летучих органических веществ, основанные на традиционном стриппинге с одной стороны и двухмерном и противоточном вариантах хроматомембранной газовой экстракции – с другой. Показаны преимущества хроматомембранных вариантов с точки зрения снижения пределов обнаружения определяемых веществ и снижения продолжительности анализа.

По результатам определения основных метрологических характеристик (пределы обнаружения, показатели сходимости) методик газохроматографического определения 12-ти летучих органических веществ в воде показаны преимущества хроматомембранной газовой экстракции по сравнению с традиционным вариантом *purge@trap*. Определено время, необходимое для установления стационарного состояния при осуществлении двухмерной хроматомембранной газовой экстракции, которое коррелирует с летучестью определяемых компонентов.

Установлены закономерности процесса хроматомембранной абсорбционного выделения примесей полярных органических и неорганических соединений в полярные жидкие фазы для их последующего фотометрического, ионометрического, газо- и ионохроматографического определения. Показаны преимущества хроматомембранного варианта абсорбции по сравнению с традиционным барботированием с точки зрения резкого повышения экспрессности анализа и возможности применения более широкого круга химических реакций, используемых для выделения определяемых веществ. Разработаны методик определения более 20-ти органических и неорганических загрязнителей, которые основаны на различных вариантах хроматомембранной абсорбции.

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография Разработан сорбент на основе кремнезема с привитыми биполярными группами оксипролина для одновременного ионохроматографического определения ионов сильных электролитов и анионов дикарбоновых кислот с кондуктометрическим детектированием. Импрегнированием сверхсшитого полистирола метиловым оранжевым получена новая биполярная неподвижная фаза. Показана принципиальная возможность одновременного разделения с ее помощью катионов и анионов. Установлена высокая селективность этой неподвижной фазы к щелочным и щелочноземельным металлам:

$\text{Na}^+ < \text{Li}^+ \sim \text{K}^+ < \text{Rb}^+ < \text{NH}_4^+ < \text{Cs}^+$ и $\text{Mg}^{2+} < \text{Sr}^{2+} < \text{Ca}^{2+} < \text{Ba}^{2+}$. Изучены хроматографические свойства еще одной новой неподвижной фазы – фениламинопропил силикагеля (PhA-силикагель). Присутствие вторичной аминогруппы, фенильного и алкильного заместителей делает эту неподвижную фазу универсальной для использования как в ионной хроматографии для разделения неорганических и органических анионов, так и в обращенно-фазовой хроматографии для разделения фенолов и феноксиуксусных кислот.

Изучена удерживающая и разделяющая способность силикагеля, химически и адсорбционно модифицированного хитозаном, его производными и аминокислотами β -циклодекстрина. Показано, что эти сорбенты обладают высокой удерживающей способностью по отношению к полярным соединениям, содержащим нитро-, amino- и гидроксигруппы. Показана возможность разделения смесей оптических изомеров фенилаланина, тирозина и триптофана в виде производных с о-фталевым альдегидом на силикагеле, модифицированном аминокислотами β -циклодекстрина (**МГУ, кафедра АХ**).

Построены изотермы адсорбции ряда металлфталоцианинов в статических условиях и по хроматографическим данным. Показано, что сочетание двух методов изучения адсорбции позволяет получать изотермы в более широком интервале концентраций.

Продолжено изучение разделения комплексов металлов методами ионной и ионной электрокинетической хроматографии. Изучено ионохроматографическое поведение комплексов Co, Cu, Al, Fe, Ni, Mn, Ga, In с этилендиамин-N,N'-ди(о-гидроксифенил)-N,N'-диуксусной и N,N'-бис(гидроксифенил)-этилендиамин-N,N'-диуксусной кислотой. Разработаны способы определения катионов в виде их хелатов с пределами обнаружения на уровне 10^{-7} моль/л. На основе данных о ионохроматографическом удерживании продолжено построение математической модели удерживания простых и комплексных анионов в варианте ионной электрокинетической хроматографии.

Возобновлены работы по использованию каталитического детектирования в ионной хроматографии. Изучены различные индикаторные реакции окисления органических соединений, катализируемые ионами нитрата и марганца(II). Разработаны способы послеклоночного детектирования этих ионов с пределами обнаружения 1.5 мг/л (около половины ПДК) (**МГУ, кафедра АХ**).

Создана программа IONCHROM, основанная на математическом моделировании метода аналитической химии – ионной хроматографии, которая позволяет проводить априорные расчеты поведения реальных смесей ионов в произвольно выбранных хроматографических условиях, рассчитывать оптимальные режимы разделения смесей и решать задачи качественного и количественного анализа. Программа позволяет быстро и удобно использовать результаты эмпирического и теоретического опыта в области ионного обмена и ионной хроматографии. Исходные данные для программы представляют собой естественные параметры, характеризующие сорбен-

ты (паспортные характеристики), ионы (табулированные константы, концентрации), и легко задаваемые параметры работы узлов хроматографа. Программа решает задачи расчета теоретических хроматограмм, выбора оптимального режима разделения заданных смесей ионов, создания методик анализа и др. Предусмотрена выдача результатов расчета в графическом виде, в виде файлов и на печать. Программа предназначена как для обучения основам метода анализа и использования в проведении рутинного анализа, так и для расширения возможностей используемой аппаратуры и метода в целом. Расчеты, производимые с помощью IONCHROM, носят априорный характер. Адекватность расчетов проверена на реальных системах и является удовлетворительной (**ГЕОХИ РАН**).

Отработана методика определения тетрациклина в молоке в обращенно-фазовом режиме высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ- и флуориметрическим детектированием по собственной флуоресценции (**Кубанский ГУ**).

Исследованы зависимости параметров удерживания в газожидкостной хроматографии и высокоэффективной жидкостной хроматографии от строения карбонильных соединений и соединений ароматического ряда. Подтверждена нелинейная зависимость параметров удерживания от номера гомолога для крайних членов в рядах карбонильных соединений. Показано аномальное поведение соединений ряда замещенных фурфуролов в условиях обращенно-фазовой жидкостной хроматографии (**Дальневосточный ГУ, КАХ**).

Кинетические методы

Для определения микроколичеств селена предложены новые индикаторные реакции, основанные на процессе восстановления красителя метилового синего органическими соединениями, содержащими тиольные группы (унитиол, 2,3-димеркаптопропионовая кислота, меркаптояблочная кислота, рубановодородная кислота). Установлены основные кинетические характеристики и выбраны оптимальные условия проведения реакций. Разработаны методики определения селена каталитическим методом в объектах окружающей среды с пределами обнаружения менее 1 мкг /л (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

N-Фенил-1-нафтиламин является хорошим фотометрическим реагентом, известным в литературе, как Неозон-А. При окислении он образует интенсивно окрашенный продукт окислительной димеризации. Использование N-фенил-1-нафтиламина в каталитических методах затруднено вследствие его низкой растворимости в воде. Этому недостатка лишены его сульфопроизводные. Продукт сульфирования - преимущественно N-фенил-1-нафтиламин-8-сульфо кислоты натриевая соль (ФНАСК) получена методом прямого сульфирования серной кислотой и ионного обмена с карбонатом натрия (выход 24%) при выбранных оптимальных условиях (мольное соотношение субстрат: $H_2SO_4 = 1: 0,7$; температура сульфирования 130 - 135 °С, время сульфирования 10 минут). Изучены протолитические свойства ФНАСК

(значение показателя константы протонизации сопряжённой кислоты по шкале кислотной функции Гаммета: $-1,73 \pm 0,1$); определены спектральные свойства продукта окисления ФНАСК в растворах H_2SO_4 : $\lambda_{max}^{ox} = 611 \text{ нм}$, $\varepsilon = 4,42 \cdot 10^4$. Найдено, что ФНАСК является двухэлектронным редокс-реагентом. Изучение окислительно-восстановительных свойств ФНАСК показало, что в протонированном состоянии индикатор обладает невысоким окислительно-восстановительным потенциалом (0,64В при кислотности 8-9 М по H_2SO_4), который повышается при снижении кислотности (0,94В при кислотности 1 М по H_2SO_4). Соответственно круг окислителей, которыми индикатор может быть окислен, снижается при уменьшении кислотности. Это благоприятствует созданию селективных кинетических методов определения некоторых ионов окислителей или катализаторов в слабокислых средах.

Изучены реакции некаталитического окисления ФНАСК при кислотности 0,1, 1, 5 М по H_2SO_4 следующими окислителями: $K_2Cr_2O_7$, NH_4VO_3 , KIO_3 , $NaIO_4$, $NaNO_2$, $NaNO_3$, $(NH_4)_2S_2O_8$. Найдено, что скорость окисления ФНАСК различными окислителями в значительной степени зависит от кислотности среды. Изучена возможность определения одних окислителей в присутствии других. Найдено, что нитраты лишь незначительно мешают определению нитритов при кислотности 3М H_2SO_4 . Изучены реакции окисления ФНАСК периодатом калия в слабокислых средах в присутствии каталитически активных форм ионов родия, иридия, рутения. Сделан вывод о возможности применения ФНАСК в качестве индикаторного вещества при разработке высокочувствительных методов определения металлов редкой платиновой группы (**Саратовский ГУ, кафедра ОиНХ**).

Разработаны каталитические методы определения меди и кобальта в сплавах, солях и объектах окружающей среды по реакции окисления индигокармина пероксидом водорода. Реакция Белоусова-Жаботинского используется для разработки высокочувствительного метода определения железа в сточных водах (**Чувашский ГУ, кафедра АХ**).

Предложен чувствительный кинетический метод определения психотропных лекарственных препаратов – производных фенотиазина, основанный на ускоряющем действии катион-радикалов окисленных фенотиазинов на реакцию окисления ароматических аминов, например, п-фенетидина, ванадатом. Нижние границы определяемых концентраций зависят от природы заместителей в молекуле фенотиазина и лежат в пределах 4-20 нг/мл (**ИМК НАН Украины**).

Установлено, что психотропные лекарственные препараты – бенздиазепины, в частности, диазепам и тазепам, являются ингибиторами реакции окисления ароматических аминов, например, о-толуидина, периодатом, катализируемой комплексом железа(III) с 1,10-фенантролином. Это приводит к изменению окраски продуктов окисления о-толуидина в зависимости от концентрации бенздиазепинов и может быть использовано для их количественного определения (**ИМК НАН Украины**).

Продолжена разработка гибридного сорбционно-каталитического метода анализа. Исследованы особенности протекания реакций окисления о-

дианизидина периодатом натрия на поверхности оксидов – TiO_2 , ZnO , PbO (желт.), SiO_2 . Выяснено, что ряд алифатических аминов, отдельные производные карбоновых кислот и сахаров существенно влияют на скорость изучаемой реакции. Разработана методика определения 0.1 – 1 М *n*-бутиламина по реакции окисления *o*-дианизидина периодатом натрия, проводимой на поверхности порошка TiO_2 в присутствии 10 нг/мл меди(II).

Предложен устойчивый медьсодержащий сорбент на основе бумажных фильтров с привитыми гексаметилендиаминными группами, позволяющий концентрировать и определять азотсодержащие органические соединения в интервале концентраций 0.1 – 100 нМ по их влиянию на скорость реакции гидрохинон – Cu(II) – пероксид водорода (МГУ, кафедра АХ).

Биохимические и биологические методы

Ферментативные методы. Разработаны одноразовые холинэстеразные биосенсоры на основе печатных планарных электродов из углеродистых материалов, отличающиеся улучшенными аналитическими характеристиками определения фосфорорганических и карбаминатных пестицидов в растительном материале. Использование модифицирующих слоев Нафiona и электрополимеризованных материалов позволили снизить рабочий потенциал и в 2-3 раза увеличить срок хранения биосенсоров при комнатной температуре.

Обнаружен новый механизм ингибирования холинэстераз 1,3-замещенными каликс[4]аренами, состоящий в стерическом блокировании активного центра без образования ковалентных связей. Взаимодействие ингибитор-фермент определяется кооперативным взаимодействием субстрата (индофенилацетат), каликсарена, связывающего субстрат по нижнему ободу, и фермента. На основе изучения механизма взаимодействия предложены простые высокочувствительные методики определения каликсаренов и комплексов «гость-хозяин» с участием глицина и бензойной кислоты со спектрофотометрическим и электрохимическим детектированием (Казанский ГУ)

Изучено и выявлено различие в механизмах распределения на пенополиуретане пероксидазы из корней хрена и щелочной фосфатазы из кишечника цыпленка в отсутствие и в присутствии природных полисахаридов с использованием жидкостно-сцинтилляционного и авторадиографического методов исследования.

Показано, что при одновременном присутствии двух субстратов фермента (фенольного соединения и ароматического амина) в индикаторных системах, катализируемых растительными пероксидазами, наблюдается эффект субстрат-субстратной активации: бензидин или его производные: *o*-дианизидин или 3,3',5,5'-тетраметилбензидин активируют пероксидазное окисление фенолов с меньшими, чем у них окислительно-восстановительными потенциалами. Чувствительные (C_n 0.05 – 5 мкМ) и селективные методики определения одних фенолов в присутствии других

разработаны с использованием разных аналитических сигналов – скорости индикаторного процесса (при определении фенолов – ингибиторов), либо продолжительности индукционного периода (в случае фенолов – вторых субстратов).

В результате изучения влияния широкого круга ионов металлов на каталитическую активность апоферментов, полученных из щелочных фосфатаз из кишечника цыпленка, кишки гренландского тюленя и кишечной палочки *E.Coli*, установлено, что только в случае апофермента щелочной фосфатазы из кишечника цыпленка его активность может быть восстановлена в присутствии ионов Co(II) , Ni(II) , Cu(II) , Cd(II) . На основе конкурентного комплексообразования разработаны методики определения указанных ионов металлов с пределами обнаружения 0.02 – 0.5 мкг/мл.

На основании ингибирующего действия ртути(II) и ртутьорганических соединений на алкогольдегидрогеназу, выделенную из пекарских дрожжей, разработаны чувствительные методики определения неорганической ртути в присутствии 1000-кратных количеств метилртути и методика определения метилртути ($C_n = 3$ нМ), позволяющая определять ее в присутствии десятикратных количеств неорганической ртути (**МГУ, кафедра АХ**).

Разработаны ферментативные тест-методики определения 1 – 5000 пг/мл ртути(II) и 0.05 – 10 нг/мл свинца(II) на основе их ингибирующего действия на каталитическую активность пероксидазы из корней хрена и щелочной фосфатазы из кишечника цыпленка, иммобилизованных (путем физической сорбции и ковалентной сшивки) на различных носителях (силикагелях, микрокристаллической целлюлозе, пенополиуретане) и модифицированных природными полисахаридами (альгинатом кальция, целлюлозой, декстраном, агарозой, хитозаном и их производными). Разработанные тест-методики использованы для определения ртути(II) и свинца(II) в водах различного происхождения (питьевых, водопроводных, подземных и речных); в кислотных и аммонийно-ацетатных вытяжках из почв (в том числе с применением микроволнового облучения для интенсификации разложения образцов); а также определения содержания ртути(II) в плазме крови человека. (**МГУ, кафедра АХ**).

Запатентован способ определения цинка в питьевой воде, основанный на пероксидизном окислении о-дианизидина пероксидом водорода в присутствии ионов цинка (**Дагестанский ГУ, кафедра АХ**).

Иммуноферментные методы анализа. Разработаны методы (количественный с использованием хемилюминесцентной детекции и полуколичественный с использованием колориметрической детекции) мембранного иммуноанализа для определения антибиотика хлорамфеникола в водных растворах. Разработан метод мембранного ИФА с хемилюминесцентной детекцией для определения остаточных количеств (0,01 – 100 нг/мл) хлорамфеникола в молоке (ПО - 0,06 нг/мл).

Исследовано действие различных групп антибиотиков на рекомбинантные клетки *E.coli* со встроенным геном люциферазы морских бактерий *Vibrio fischeri* для изучения возможности создания сенсора для качественного

обнаружения и количественного определения антибиотиков. Разработаны наборы реагентов для количественного определения стероидных гормонов - кортизола и прогестерона методом иммуноферментного анализа.

Предложена система регистрации взаимодействий антигенов с антителами, иммобилизованными на стенках тонкослойной проточной кюветы, в режиме реального времени, которая может быть использована для создания биосенсорного устройства. На примере нескольких модельных систем показана возможность проведения многократной регенерации чувствительного элемента сенсора и проведения повторного анализа. Проведена экспериментальная апробация функционирования разработанного и изготовленного в качестве экспериментального проточно-инжекционного хемилюминесцентного иммуносенсора. Разработаны методики определения ряда модельных низкомолекулярных биологически активных веществ (2,4-дихлофеноксисукусной кислоты, симазина, атразина и др.) и белковых антигенов (IgG человека и др.). Оптимизированы реагенты и условия определения в пищевых продуктах методом ИФА пестицидов: эндосульфана, пропанила, ацетохлора, ДДТ.

Разработан метод поляризационного флуороиммуноанализа для определения инсектицида азинофосметила, пестицида эндосульфана, пропанила.

Предложен флуоресцентный биосенсор для определения ингибиторов холинэстеразы (**МГУ, кафедра ХЭ**).

На примере иммуноферментного определения пестицидов триазинового ряда (симазин, атразин, пропазин и др.) изучены условия проведения анализа в различных водно-органических средах; оптимизированы режимы экстракции и анализа, обеспечивающие максимальную чувствительность выявления антигенов и точность количественных измерений.

Разработаны методы микропланшетного и мембранного иммуноанализа для определения пестицида хлорсульфурана. Оптимизирована система иммунобиосенсорного определения пестицида атразина, основанная на применении сменных мембран, полиэлектролитного разделения реагентов и электрохимического определения иммунных комплексов с помощью пероксидазного маркера и рН-чувствительного полевого транзистора.

Подготовлены опытные образцы тест-системы экспрессного определения иммунным методом тестостерона в сыворотке крови.

На примере системы мембранного иммунофильтрационного определения тестостерона апробирован портативный фотометр-рефлектометр для детекции результатов иммуноанализа (совместно с **ИОНХ РАН**). Предложенные системы позволяют определять антигены в интервале концентраций 0,05 нг/мл - 0,1 мкг/мл (в зависимости от конкретного соединения и схемы анализа), анализ занимает от 1-2 часов (микропланшетный ИФА) до 10-20 мин (иммунобиосенсоры и системы мембранного анализа) (**ИНБИ им. А.Н. Баха, лаборатория иммунобиохимии**).

Биохимические методы - Биосенсоры. Разработан амперометрический иммуноферментный сенсор (ИФС) для определения IgE. Образующийся на поверхности биочувствительной части ИФС иммунный комплекс [IgE -

Phoma betae] в изученных условиях оказывает активирующее действие на каталитическую активность ИХЭ. Вид эффекта зависит от концентрации Ag и At, а также от pH раствора. Найденные константы связывания иммунного комплекса указывают на возможность использования иммунологической реакции в аналитических целях. На основании значений кинетических параметров ферментативной реакции в присутствии и в отсутствие IgE выбраны рабочие условия функционирования предложенного ИФС.

Разработанный ИФС позволяет определять IgE в изученном диапазоне концентраций с нижней границей 5×10^{-13} мг / мл.

Установлены условия регенерации биочувствительной части иммуноферментного сенсора, обеспечивающие возможность многократного использования ИФС, путем инкубирования биочувствительной части в 5 М растворе карбамида в течение 5 минут.

Проведено определение IgE в сыворотке крови. Предлагаемый ИФС может быть использован при проведении диагностики аллергических заболеваний, вызываемых фитопатогенным грибом Phoma betae, в том числе и на ранней стадии развития.

Предложен новый вариант иммунохимического определения с электрохимическим контролем некоторых антигенов рибонуклеазы и Phoma betae с использованием ионов металлов в качестве меток. Необходимая чувствительность определения достигается за счет использования в качестве аналитического сигнала каталитических волн выделения водорода, которые наблюдаются в растворах некоторых переходных металлов в присутствии соединений белковой природы. Установлена зависимость каталитического эффекта от pH, буферной емкости и природы буферного раствора, а также от природы исследуемого антигена. Исследованы условия образования и разрушения иммунного комплекса At-Ag. Линейный диапазон определяемых концентраций составил 0,005 - 1,0 мг / мл. Предел обнаружения 0,001 мг / мл.

Каликс[4]арены не оказывают заметного ингибирующего действия на иммобилизованную холинэстеразу, в отличие от нативной, для которой они являются конкурентными ингибиторами. Это позволяет рекомендовать каликсарены для модификации поверхности холинэстеразных биосенсоров для придания селективности сигнала в отношении катионов и комплексообразователей. Изучено влияние некоторых каликсаренов на сигнал биосенсора. Оказалось, что каликсарены влияют на нативную ХЭ при различных значениях pH буферного раствора, найдена зависимость ингибирующего эффекта от кислотности среды, а также наличие небольшого активирующего эффекта для некоторых каликсаренов (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

Найдены корреляции скорости ферментативного окисления аминов и фенольных соединений, катализируемого лакказой базидиомицета *Lentinus edodes*, с первыми вертикальными потенциалами ионизации молекул субстратов и производных от них радикалов со спиновыми плотностями на N- и O-атомах этих радикалов, а также с энергиями реорганизации радикалов. Полученные соотношения могут быть использованы для направленного априорного выбора субстратов, для принятия экспертных решений о синтезе пер-

спективных веществ. Чувствительность и селективность реакций окисления могут регулироваться выбором субстратов с необходимыми свойствами (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Тест-методы

Развитие новых подходов к созданию тест-средств позволило достигнуть значительных для практики их метрологических характеристик, в том числе нижней границы определяемых содержаний на уровне 10^{-6} - 10^{-7} % и высокой селективности.

Получены новые РИБ-Тесты на 20 ионов металлов путем разработки направленного матричного синтеза и ковалентной иммобилизации на целлюлозных матрицах хромогенных ароматических и гетероциклических многофункциональных реагентов. Координирующие свойства некоторых лигандов усилены за счет ввода кислотных карбокси- и сульфогрупп, при этом селективность лигандов снижается и они приобретают свойства реагентов группового действия для определения свинца, ртути, кадмия, кобальта, никеля и меди. Проведено изучение ряда микропроцессов, происходящих на поверхности, в том числе цветных гетерогенных химических реакций, которым предшествует диффузия молекул и ионов определяемых микрокомпонентов к волоконным частицам хромогенных иррегулярных целлюлоз. Впервые применены современные физико-химические спектральные методы определения статической обменной емкости РИБ. Определение группы тяжелых металлов в природных и потребительских водах проконтролированы рентгенофлуоресцентным методом анализа. В целом за 5 лет создан и внедрен в производство **НАБОР РЕАГЕНТНЫХ ИНДИКАТОРНЫХ ТЕСТОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОМПОНЕНТОВ В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ - ВЕРСИЯ 2000 (ИОНХ РАН)**

Предложены индикаторные порошки на основе ксерогеля кремниевой кислоты, модифицированные:

- *1-нафтолом* - для твердофазно-спектрофотометрического определения 0,5-15 мг/л анилина. Определение возможно в присутствии больших количеств алифатических аминов и аммиака, фенолов и ионов металлов;
- *кобальтом (III)* – для твердофазно-спектрофотометрического определения 0,1 – 5 мг/л нафтолов после их нитрозирования в растворе. Методика использована для определения нафтолов в шампуне, губной помаде, техническом керосине и химических реактивах;
- *4-аминоантипирином* – для визуального определения 0,5 – 5 мг/л фенолов,

Сорбционное концентрирование фенолов на сверхсшитом полистироле улучшает чувствительность определения до 0,001-0,01 мг/л. Определению фенолов не мешают нафтолы, анилины, амины и ионы металлов;

- молибденофосфорным гетерополисоединением – для визуального тест-определения 0,1-2 мг/л несимметричного диметилгидразина в сточных водах. Экспрессность определения обеспечивается одновременной иммобилизацией и катализатора восстановления – меди(II).

Предложены индикаторные порошки для определения 0,5 - 10 мг/л фторид-ионов и 1-30 мг/л хлорид-ионов и индикаторные трубки для определения 20 –200мг/л хлорид-ионов. Определение фторид-ионов основано на обменной реакции комплексообразования в системе иммобилизованный кислородный оранжевый - цирконий(IУ), определение хлорид-ионов – в системе: иммобилизованный дифенилкарбазон - ртуть(II).

Разработаны ферментативные тест методики определения 1 – 5000 пг/мл ртути(II) и 0.05 – 10 нг/мл свинца(II) на основе их ингибирующего действия на каталитическую активность пероксидазы из корней хрена и щелочной фосфатазы из кишечника цыпленка, иммобилизованных (путем физической сорбции и ковалентной сшивки) на различных носителях (силикагелях, микрокристаллической целлюлозе, пенополиуретане) и модифицированных природными полисахаридами (альгинатом кальция, целлюлозой, декстраном, агарозой, хитозаном и их производными). Разработанные тест методики использованы для определения ртути(II) и свинца(II) в водах различного происхождения (питьевых, водопроводных, подземных и речных); в кислотных и аммонийно-ацетатных вытяжках из почв (в том числе с применением микроволнового облучения для интенсификации разложения образцов); а также определения содержания ртути(II) в плазме крови человека.

Разработаны тест-методики определения

- 0.1 – 1000 нг/мл кадмия по реакции окисления 3,3',5,5'-тетраметилбензидина периодатом калия;
- меди, основанная на реакции замещения ионами меди свинца в его этилдитиокарбаминате, иммобилизованном на силохроме С-80.

Аналитический сигнал пропорционален концентрации меди в диапазоне 1-100

нг/мл меди, коэффициент концентрирования достигает 1670. Реакция апробирована на водопроводной воде и воде Каспийского моря;

- железа (II) до 1 нг/мл по реакции образования фенантролината железа на поверхности силохрома С-80. В сочетании с цветометрией предел обнаружения снижается до 0,4 нг/мл (МГУ, кафедра АХ).

Предложены селективные тест-методы для быстрого высокочувствительного обнаружения психотропных лекарственных препаратов – производных фенотиазина, барбитуровой кислоты и бенздиазепина. Тест на фенотиазины с использованием ванадата натрия и *n*-фенитидина позволяет в течение 1-2 мин обнаружить до 0.5 мкг указанных веществ в капле раствора или порошке. Тест на барбитураты, основанный на быстром разрушении последними интенсивно окрашенных комплексов меди(II) с дифенилкарбазоном и хромазуолом С, позволяет обнаружить до 5 мкг производных барбитуровой кислоты в 1 мг порошка или до 25 мкг барбитуратов в капле раствора. Тест на производные бенздиазепина основан на том, что продукт окисления о-

толуидина периодатом в отсутствие бенздиазепинов окрашен в желтый цвет, а в их присутствии – в голубой. Предел обнаружения бенздиазепинов в капле раствора – 1 мг, длительность выполнения капельной пробы, не требующей предварительной химической подготовки – 1-2 мин (**ИМК НАН Украины**).

Разработан тест-метод определения гербецидов – монурона и диурона – с пределом обнаружения 10^{-8} г/мл, основанный на цветной реакции с п-диметиламинокоричным альдегидом. Методика проходит апробацию в лабораториях агрохимического мониторинга (**Саратовский ГУ кафедра АХ и ХЭ, Саратовский ГАУ**).

Все перечисленные тест-методы на основе сочетания экспрессного концентрирования с последующим применением рефлектометрии и спектрофотометрии по своим метрологическим характеристикам и способности к регенерации превосходят известный уровень.

Электрохимические методы

Потенциометрия (ионометрия). Исследованы аналитические характеристики ионочувствительных мембран на основе диокситетра(пара-толил)-орто-ксилилендифосфина. Установлено, что нижние границы пределов обнаружения могут быть значительно снижены при добавлении в состав мембранной композиции субстехиометрических количеств липофильных анионных соединений. Исследована зависимость потенциометрической селективности от содержания и природы липофильных реагентов. Изучено влияние природы растворителя на аналитические характеристики пластифицированных мембран. Использование растворителя с большей диэлектрической проницаемостью улучшает аналитические характеристики таких мембран. Определен оптимальный состав ионочувствительной мембраны кальций-селективного электрода (**РХТУ, кафедра АХ**).

Для ионометрического определения салицилат-иона использованы твердоконтактные электроды, полученные путем электрополимеризации фталоцианата меди на стеклогуглероде. Селективность определения обеспечивается и при высокой концентрации высоколипофильных анионов (перхлорат, тиоцианат, иодид). Комплекс добутамина с 3-(4-толилазо)фенилборной кислотой использован в качестве электродноактивного компонента пластифицированных мембран ИСЭ на катихоламины (дофамин, адреналин, норадреналин, добутамин). Электроды ($c_{\min} = n \cdot 10^{-5}$ М, $k_{i/j}^{\text{pot}} \leq 10^{-2}$) могут быть использованы при определении в водно-этанольных средах до $1 \cdot 10^{-5}$ М добутамина. На основе азореагентов, металлов фталоцианатов и анионнообменников предложены ИСЭ для дифференцированного определения β -лактамных антибиотиков – бензилпенициллина и ампициллина ($c_{\min} = n \cdot 10^{-5}$ М) (**МГУ, кафедра АХ**).

Проведена оценка возможности использования нового модифицирующего полимера – самодопированного полианилина, синтезированного на кафедре химической энзимологии МГУ, для получения потенциометрического отклика на изменение рН среды. Изучены условия осаждения полианилина

на поверхности углеродистых материалов (толсто пленочные электроды, пирографит и т.д.). Оптимизированы условия функционирования и хранения электродов, покрытых пленкой полианилина. Исследована чувствительность рН-метрических биосенсоров в отношении комплексообразователей - каликсаренов.

Установлена оптимальная концентрация полианилина на поверхности электрода. При уменьшении количества полианилина наклон градуировочной зависимости резко снижался, а при увеличении снижалась устойчивость полимерной пленки. Выяснено, что полианилиновые слои позволяют надежно детектировать рН раствора в диапазоне 4.0 - 9.0 ед. рН, причем изменение потенциала электрода составляет в среднем 80 мВ/рН. Пленка полимера обладает хорошими адгезионными свойствами и не отслаивается в период функционирования электрода. Наклон градуировочной зависимости остается практически постоянным в течение двух недель при хранении электродов в сухом виде при температуре 4°С (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

Исследовано влияние природы металла-комплексообразователя (Pb, Cd, Zn, Ca, Ba, Mg) и полиэтоксилата в составе электродноактивных соединений на электродные, транспортные, поверхностные, селективные свойства металлселективных мембранных электродов. Показана возможность модифицирования НПАВ-мембран молекулярными ситами с различным диаметром пор.

Разработан ИСЭ с пластифицированной поливинилхлоридной мембраной, чувствительной к аминогликозидным антибиотикам (гентамицин, канамицин). Изучены физико-химические свойства электродноактивных соединений (состав, растворимость, термическая устойчивость). Оценены электроаналитические характеристики ИСЭ. Показана возможность применения ИСЭ для определения гентамицина в присутствии значительных избытков неорганических ионов натрия, калия, магния и др. (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Созданы мембраны для ИСЭ на основе двойных и тройных ниобатов и танталатов различных составов и структурных типов для потенциометрического определения ионов свинца и никеля в водных растворах. Удовлетворительно воспроизводимые характеристики получены для мембран на основе $Pb_3NiNb_2O_9$ (структура перовскита), $Pb_{0,8}Sr_{0,2}Nb_2O_6$ (структура тетрагональной вольфрамовой бронзы), $Ba_{4,6}Pb_{0,4}Nb_4O_{15}$ (гексагональная структура). При определении ионов никеля титрантом служил раствор ЭДТА, ионов свинца – ДДТК (диэтилдитиокарбамат натрия).

Разработаны ионселективные электроды с твердым контактом для потенциометрического определения

- кобальта в кобальтите лантана-стронция $La_{0,5}Sr_{0,5}CoO_3$ на основе дителлурида титана, интеркалированного кобальтом;

- хрома (III) на основе диселенида и дителлурида титана, интеркалированных хромом типа $Cr_{0,1}TiSe_2$. Следует отметить, что до сих пор не существовало твердотельных ионселективных электродов для определения Cr(III);

- свинца на основе мисфитного соединения $(\text{PbS})_{1,18}\text{TiS}_2$. Электрод показал высокую селективность к ионам Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Ag^+ , K^+ , Ba^{2+} и Sr^{2+} и позволяет проводить определение свинца в сложных по составу объектах без предварительного отделения мешающих ионов (**Уральский ГУ**).

Методами потенциометрии и косвенной оксидметрии исследованы свойства ацетилацетонатных комплексных соединений ванадия (IV,V) в водно-спиртовых средах. Рассчитаны кинетические и термодинамические характеристики процесса взаимодействия ацетилацетонатного комплексного соединения ванадия (IV) с молекулярным кислородом в водной, в водно-метанольной и метанольной средах, предложен механизм процесса, лежащий в основе регенерации ванадиевых катализаторов в каталитических реакциях с переносом кислорода. Установлено влияние активирующей добавки ацетилацетона на кинетику гомогеннокаталитической реакции окисления пространственно-затрудненных фенолов растворенным молекулярным кислородом в воднощелочной среде, предложен механизм активации процесса (**Архангельский ГТУ**).

Разработана простая и экспрессная методика потенциометрического определения аммонийного азота в культуральных жидкостях производства бензилпенициллина и хлортетрациклина с использованием аммонийселективного электрода с жидкостной мембраной в присутствии 10-кратных избытков ионов калия. Продолжительность анализа составляет 5 минут, относительная погрешность определений не превышает 6%. Методика метрологически аттестована и внедрена в ЦЗЛ АО "Красфарма" и Новосибирского завода медицинских препаратов.

Разработана методика потенциометрического определения D-сорбита в растворе лекарственного препарата "Полиамин". Она включает связывание D-сорбита в сорбитоборную кислоту и последующее титрование последней раствором гидроксида натрия до постоянного значения pH. Продолжительность анализа составляет 10 минут, относительное стандартное отклонение 0,01-0,02.

Предложена простая и экспрессная методика потенциометрического определения полиэтиленгликоля с молярной массой, равной 20000 (ПЭГ-20000), основанная на использовании эмпирически установленной стехиометрии реакции его осаждения с йодом. Титрование проводится до постоянного значения потенциала Pt- электрода в системе $\text{I}_3/\text{3I}$. В диапазоне содержания ПЭГ-20000 6,0-19,9 г/л относительное стандартное отклонение не превышает 0,05 (**Красноярский ГУ**).

Изучено влияние состава водно – этанольного раствора иодистого калия в присутствии йода (окислителя) на потенциометрическую характеристику «точечного» платинового электрода. Установлено, что с увеличением содержания спирта возрастает крутизна электродной функции почти на 20 мВ при переходе от водной системы к этанолу – ректификату. Причина этого эффекта связана с нарушением в концентрированном спиртовом растворе истинной термодинамической обратимости потенциалопределяющей электрохимической реакции.

Разработан косвенный иодометрический потенциометрический метод определения органических пероксидов в эфирных маслах без проведения титрования на основе измерения редокс-потенциала «точечного» платинового электрода, либо в ацетатно – карбонатном буферном водном растворе, либо в этанольно – водном растворе с большим содержанием спирта.

Разработан новый иодат – иодометрический метод определения кислотного числа эфирных масел (кориандр, пихта, шалфей) без проведения титрования с удовлетворительными метрологическими характеристиками (**Кубанский ГТУ**).

Методом расшифровки кривых катодной поляризации проведены исследования по возможности утилизации меди из отработанных разбавленных электролитов меднения. Выявлена роль кислотности среды, температурного режима, определена природа лимитирующей стадии процесса электроосаждения меди независимыми методами – методом наклона Тафелевских кривых, температурно-кинетическим методом Гарбачева и по уравнению концентрационной поляризации. Сделан вывод о целесообразности умеренного перемешивания электролита в процессе электровыделения меди. Показана возможность использования кадмий-селективного электрода фирмы "Crytur" для совместного определения ионов железа (II) и железа(III) как методом прямой потенциометрии, так и потенциометрическим титрованием. В качестве титранта использован стандартный раствор комплексона III (**Дагестанский ГУ, кафедра АХ**).

Вольтамперометрия (полярография). Исследован перенос ионов щелочноземельных (ЩЗ) металлов на границе двух несмешивающихся растворов электролитов (ГРДНРЭ), индуцированный фосфорилорганическим соединением (диоксидом тетра(пара-толил)-орто-ксилилендифосфина). Изучено комплексообразование ионов ЩЗ металлов с диоксидом тетра(пара-толил)-орто-ксилилендифосфина. Установлена стехиометрия образующихся комплексов. Определены значения стандартных потенциалов и энергий индуцированного переноса комплексов через ГРДНРЭ. Исходя из модели распределения ионов металла рассчитаны константы устойчивости комплексов в нитробензоле (**РХТУ, кафедра АХ**).

Сопоставлены результаты измерений малых концентраций Pb(II) инверсионно-вольтамперометрическими методами с линейной разверткой потенциала (ИВИ) и с линейной разверткой, модулированной синусоидальным (ИВИ) и прямоугольным напряжением (ИВИ, дифференциально-импульсный вариант). Варианты ИВИ-ИВИ реализованы компьютеризованным путем. Выбраны оптимальные условия измерений. В диапазоне измеряемых концентраций Pb(II) от $1.25 \cdot 10^{-8}$ до $1.5 \cdot 10^{-7}$ М градуировочные зависимости линейны ($t_s=120$ с). Величины угловых коэффициентов изменялись в ряду ИВИ<ИВИ \approx ИВИ, значения s_n составляли $1.4 \cdot 10^{-9}$, $4.3 \cdot 10^{-9}$ и $1.5 \cdot 10^{-9}$ М соответственно.

Показана возможность использования поли-N-винилпирролидона для уменьшения влияния Sn(II) и Cu(II) на инверсионно-вольтамперометрические сигналы Pb(II) и, соответственно, Zn(II) (**МГУ, кафедра АХ**).

Проведена разработка и оптимизация комплекса взаимно совместимых аналитических, программно-математических и инструментальных методов, обеспечивающих в совокупности решение задачи автоматизированного вольтамперометрического определения токсичных металлов. Разработаны новые математические алгоритмы автоматического вольтамперометрического определения токсичных металлов, комплект программного обеспечения «Аналит» для автоматического вольтамперометрического анализа и обработки его результатов (**Кубанский ГУ**).

Изучено влияние различных классов органических веществ на величину инверсионно-вольтамперометрического сигнала и разработана методика косвенного инверсионно-вольтамперометрического определения суммы катионо-активных ПАВ в водах с использованием неионогенного ПАВ-неонола в качестве стандарта (**Кубанский ГУ**).

Показано, что небольшие концентрации иодид - ионов ингибируют каталитические полярографические токи в системах титан (IV) – роданид - ион, щавелевая кислота. На основе указанного эффекта разработана полярографическая методика определения ионов титана (IV) и кадмия (II) при их совместном присутствии в растворах серной кислоты (**Кубанский ГТУ**).

Угольно-пастовый электрод, модифицированный губчатым осмием, проявляет электрокаталитическую активность по отношению к щавелевой кислоте и ее солям. Рассматриваемые субстраты окисляются на графитовых электродах, в том числе и на УПЭ, с большим перенапряжением при $E > 1.2$ В. На электроде, модифицированном губчатым осмием, перенапряжение уменьшается на 500 мВ, а величина анодного тока значительно превышает ток окисления собственно модификатора. Электродный процесс описывается в рамках представлений редокс-катализа: электроокисление модификатора сопровождается образованием оксида осмия (IV), который окисляет субстрат с регенерацией исходной формы модификатора - осмия(III) (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

Развитие метода адсорбционной вольтамперометрии с применением твердофазных графитсодержащих сенсоров позволило реализовать методики определения широкого ряда элементов (хрома, никеля, молибдена, марганца, и др.), основанные на адсорбционных механизмах концентрирования определяемых элементов из раствора. Метод положен в основу создания программируемого инверсионно-вольтамперометрического анализатора «ИВА-5» (**Уральский ГЭУ**).

Изучено электрохимическое поведение урана(VI) в минерально-органических фоновых электролитах с высокой сольватирующей способностью, содержащих до 30 об.% пиридина, диметилсульфоксида или диметилформамида. Установлено, что в присутствии 0,1-2,0 М пиридина уран(VI) необратимо восстанавливается на электроде с образованием четкого катодного пика, потенциал которого смещается в область более отрицательных значений с увеличением концентрации органического компонента. Линейная зависимость предельного тока урана от его содержания в растворе соблюдается в широком диапазоне концентраций, при этом ионы железа, марганца, ко-

бальта, никеля, хрома, титана, вольфрама, ниобия и ряда других элементов не оказывают влияния на волну электровосстановления урана(VI). Показана возможность прямого вольтамперометрического определения малых количеств урана в сложных по составу объектах с применением пиридинсодержащих сернокислых электролитов. Полученные результаты важны для аналитической химии урана и носят приоритетный характер (**ИПМ УрО РАН**).

Изучен механизм модифицирования углеродсодержащих электродов путем восстановления ионов меди, серебра и золота из твердых солей, иммобилизованных непосредственно на рабочую поверхность электрода. Толсто пленочный графитопастовый электрод, модифицированный адатомами меди, предложен в качестве электрохимического сенсора для определения селена на уровне концентраций 1 – 10 мкг/л с погрешностью (s_r), не превышающей 0,10.

С целью исследования возможностей электрохимической идентификации электронных состояний элементов в отдельных узлах кристаллической решетки монокристаллических ВТСП фаз для фаз типа 123 изучен механизм твердофазных электрохимических реакций ионов меди, расположенных в позициях 1 и 2 в растворах HCl различной концентрации. Показано, что электрохимическому восстановлению ионов меди из позиции 2 обязательно предшествует химическая реакция, тогда как аналитический сигнал позиции Cu1 легко формируется восстановлением ионов меди непосредственно из твердой фазы. Варьированием концентрации электролита возможно создавать условия, при которых позиция Cu2 остается электрохимически нейтральной, и появляется перспектива проследить за электронным состоянием ионов только в позиции Cu1. Это позволило изучить механизм релаксации фаз состава $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ ($0.40 \geq x \geq 0.50$), заключающийся в реорганизации кислородной подсистемы $[\text{Cu}^+\text{O}^{2-}_{(2-x)}\text{O}^-_{2x}]^{3-} \Leftrightarrow [\text{Cu}^{+(1-x)}\text{Cu}^{2+x}\text{O}^{2-}_2\text{O}^-_x]^{3-}$. В интервале температур 320–400° К обнаружен термический эффект этого процесса (**ИНХ СО РАН**).

Методами вольтамперометрии изучены реакции электрохимического восстановления - окисления валентных форм церия (Ce(III) и Ce(IV)); ванадия (V(V) и V(IV)) и хрома (Cr(VI) и Cr(III)) в растворах неорганических кислот различной концентрации на твердых электродах различной природы для нахождения условий определения валентных форм указанных металлов (**ГЕОХИ РАН**).

Изучено вольтамперометрическое поведение ионов Со на модифицированном три-н-бутилфталатом угольно-пастовом электроде. Определены характеристики восстановления-окисления Со, рассчитаны коэффициенты переноса, константы скорости электродной реакции и состав комплексов, преобладающих и разряжающихся на электроде. Разработана экспресс-методика определения кобальта без отделения сопутствующих элементов в объектах природного и технического происхождения.

Методом вольтамперометрии с угольно-пастовым электродом при катодно-анодной поляризации показано, что атомы титана в поверхностном слое его карбидов и нитридов находится в виде оксидной пленки в 3-х и 4-

валентном состоянии. Разработана методика определения валентного состояния титана в поверхностном слое химически стойких труднорастворимых карбидов, нитридов и карбонитридов без их перевода в раствор (**ИХТТ УрО РАН, лаборатория ФХМА**).

В развитие теории аналитического сигнала предложена каркасная модель пиков и волн для их характеристики. Рассмотрена возможность использования разностных кривых для учета влияния внешних факторов и природы анализируемого вещества в вольтамперометрии на основе модели аналитического сигнала. Предложена методика оценки систематической погрешности, вносимой учетом базовой линии (**Томский ПУ, кафедра ФАХ**).

Разработан способ количественного определения никеля (II) с использованием адсорбционной ИВ по катодным пикам на графитовом электроде. Предложен вычислительный алгоритм, позволяющий линеаризовать градуировочную зависимость (**Томский ГУ, кафедра АХ**).

Предложена интерпретирующая система управления электрохимической установкой, использующая концепцию открытой архитектуры и позволяющая существенно расширить функциональные возможности вольтамперометрического комплекса без модифицирования его аппаратной части. Разработаны способы регистрации вольтамперометрических и полярографических кривых (использование битовой карты, накопление суммы и непрерывной регистрации зависимости $E-t$ и $I-t$), значительно уменьшающая шумовые составляющие сигналов за счет увеличения количества получаемой информации. Алгоритм первичной математической обработки экспериментальных кривых включает последовательность операций, удаление шумов и оценки базовой линии, что позволяет проводить количественное определение $Zn(II)$, $Mn(II)$, $Pb(II)$, $Cd(II)$, $Cu(II)$ при наличии значительно зашумленных аналитических сигналов. Предложены универсальные функциональные модели для описания сигналов $Pb(II)$, $Cd(II)$, $Zn(II)$, $Tl(I)$, $In(III)$, $Mn(II)$, $Sn(IV)$, $Cu(II)$, имеющих форму единичного пика. При выборе моделирующей функции и сравнении сигналов использовано их нормирование и нелинейный регрессионный анализ (**МГУ, кафедра АХ**).

Инверсионная вольтамперометрия. Предложены новые подходы к увеличению соотношения “сигнал-шум”, основанные на математической экстраполяции вольтамперной кривой с сохранением структуры экспериментальных шумов, а также найдено оптимальное сочетание процедур разложения в ряд Фурье и “оконной” фильтрации, при котором практически нет искажения полезного сигнала при достаточно полном удалении шумовой составляющей. Указанные способы использованы в инверсионной вольтамперометрии при растворении электрохимических концентратов на твердых электродах, поверхность которых модифицирована или не модифицирована ад-атомами исследуемых деполаризаторов и ртути (**МГУ, кафедра АХ**).

Исследованы условия электронакопления и определения иодид-ионов на различных электродах (серебро, платина, графит). Установлены условия инверсионно-вольтамперометрического определения иодид-иона на графитовом электроде, пропитанном толуолом, обеспечивающим линейность сигнала

в интервале концентраций 0,01 - 0,5 мкг / мл, а также в виде устойчивых ионных пар I_2Br^- с некоторыми азотсодержащими соединениями. Проведено определение иодид-иона в модельных растворах и в моче (**Казанский ГУ, кафедра АХ.**).

Методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением и растровой электронной микроскопии изучены поверхности дисковых углесталловых электродов, электрохимически модифицированных при совместном осаждении меди и кадмия из азотнокислых растворов в условиях электроаналитического эксперимента. Установлена зависимость элементного состава и морфологии модифицированной поверхности электрода от концентрации металлов в растворе, радиуса электрода, времени электролиза, типа интерметаллического взаимодействия. Предложены феноменологические модели формирования электроконцентратов на поверхностях дисковых электродов из инертного материала в растворах, содержащих индифферентный фоновый электролит (**МГУ, кафедра АХ.**).

Методом ИВ исследовано взаимное влияние компонентов бинарных систем платина-металл (Cd, Pb, Cu, Hg). Показано, что электроположительный анодный пик обусловлен ионизацией металла с подложки электролитической платины (**Томский ПУ, кафедра ФАХ.**).

Развиты теоретические основы ИВ кардиопрепаратов. Получены количественные критерии опытной проверки механизма процесса электроокисления ртути при положительных значениях потенциалов стационарного индикаторного электрода с последующим образованием адсорбционного труднорастворимого соединения на основе ионов ртути и кардиопрепарата; электроокисления ртути с последующей химической реакцией комплексообразования с участием кардиопрепарата; электровосстановления труднорастворимых соединений, адсорбированных на поверхности пленочного электрода. Предложены новые способы оценки параметров адсорбции труднорастворимых соединений на ртути, кинетических параметров собственно электрохимической стадии, кинетических и термодинамических параметров последующих химических реакций (**Томский ПУ.**).

Метод ИВА использован в фармакокинетических исследованиях при определении до 10^{-7} моль/л кардиопрепаратов (атеналола, дигоксина, эндурацина, корданума и др.) в сыворотке крови больных сердечно-сосудистыми заболеваниями для проведения расчета дозирования препарата у больных в острый и подострый период инфаркта миокарда (показано влияние различных факторов на фармакокинетику кардиопрепарата, выявлена терапевтически эффективная концентрация его в крови больного) (**Томский ПУ, НИИ кардиологии ТНЦ СО РАМН.**).

Кулонометрия. Методом потенциостатической кулонометрии разработаны методики определения макрокомпонентов с погрешностью и воспроизводимостью не более 0,5% для новых перспективных составов ВТСП с новым типом проводимости, содержащих ванадий и хром $/Me_{1-x}Sr_xVO_3$ (Me=Ca, Tl и др.), $(Cu_{0,5}Cr_{0,5})Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3+d}$;

- ванадия по реакции $V(V) \rightleftharpoons V(IV)$ для определения как общего содержания ванадия в присутствии меди и висмута, так и его валентных форм $V(V)$ и $V(IV)$;

- общего содержания хрома по реакции $Cr(VI) \rightarrow Cr(III)$ и $Cr(VI)$ и $Cu(II)$ при их совместном присутствии.

Разработана потенциостатическая кулонометрическая методика определения платины и палладия при совместном присутствии в сплавах на их основе, основанная на анодных реакциях окисления $Pt(II) \rightarrow Pt(IV)$ и $Pd(0) \rightarrow Pd(II)$, где $Pt(II)$ и $Pd(0)$ получены путем восстановительного предэлектролиза $Pt(IV)$ и $Pd(II)$ на углеграфитовом электроде (**ГЕОХИ РАН**).

Рабочие условия реакции электрогенерированных галогенов хлора, брома и иода с алкалоидами пуринового ряда позволили разработать методику кулонометрического определения кофеина, теобромина и теофиллина с помощью электрогенерированного хлора в модельных растворах, фармпрепаратах, образцах чая и кофе. Предложены схемы реакций, найдены стехиометрические коэффициенты.

Исследованы условия электрохимической генерации активных частиц кислорода по реакции Фентона для определения антиоксидантных свойств различных природных соединений. Разработаны методики кулонометрического определения ионола в трансформаторном масле, антиоксидантной емкости некоторых настоек, бальзамов и чая (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

С целью разработки кулонометрического метода определения серы в нефтепродуктах сконструирована и опробована электрохимическая ячейка с четырьмя графитовыми электродами и обратной связью между системой генерации галогенов и амперометрической индикацией конечной точки титрования. Создано автоматическое устройство (дозатор) подачи анализируемого нефтепродукта в зону сжигания примесей серы до сернистого газа. Конструируется горелка и создается компьютерная программа управления прибором и расчетами результатов (**ИНХ СО РАН совместно с ООО “Производственно-экологическое предприятие Сибэкоприбор”**).

По сравнению с предыдущим годом в 2000 г. наблюдалось некоторое расширение фронта научных исследований в области ЭМА. В целом по ряду позиций они отражают мировые тенденции в развитии электроаналитики, а результаты являются оригинальными, обладают новизной и вместе с тем они получены в лабораториях с сохранившимися традициями. Среди них можно отметить следующие:

- разработаны новые ИСЭ на основе мембран и пленок полимеров на твердых электродах с улучшенными аналитическими и операционными характеристиками;
- оценены факторы, влияющие на сам сигнал, а также на отношение сигнал/шум в вольтамперометрии, предложен подход для полного удаления шумовой составляющей;
- найдены новые условия электронакопления тяжелых металлов - загрязнителей в водах при определении с помощью ИВА;

- получены новые данные о состоянии поверхности электродов, используемых в ИВА, с помощью рентгеновских методов;
- решена краевая задача нестационарной диффузии для скорости образования адсорбционного слоя на стационарном электроде;
- разработан ряд методик определения лекарственных препаратов и других веществ в объектах производственного назначения с улучшенными метрологическими характеристиками;
- в области кулонометрии получены оригинальные результаты по определению электроактивных компонентов с улучшенными метрологическими характеристиками; следует отметить, что сейчас в РФ лишь две-три лаборатории активно и успешно развивают методы кулонометрии для целей анализа;

Расширение области применения ЭМА зависит в основном от аппаратного обеспечения. Специалисты в области ЭМА в РФ есть, их подготовка не ослабла. Освоение новой аппаратуры и ее выпуск смогут привести к прогрессу в области практического применения ЭМА.

Химические сенсоры

Исследование и создание сенсоров привлекает внимание ученых во всем мире. О том, что это направление развивается быстро и интенсивно, свидетельствует обилие авторитетных научных международных конференций, посвященных данной проблеме. Так, только в 2000 г. прошли следующие конференции: «Сенсор 2000. Сенсоры и микросистемы» (21-23 июня, Санкт-Петербург, Россия), Международная конференция по химическим сенсорам IMCS-2000 (2-5 июля, Базель, Швейцария), Электронный нос и системы обоняния (20-24 июля, Брайтон, Англия), Eurosensors-2000 (27-30 августа, Копенгаген, Дания). Как правило, на этих конференциях было представлено по 200-300 докладов, при этом число участников составляло 200-500 человек.

Анализ имеющихся у нас материалов этих и предыдущих конференций показывает, что в настоящее время все сильнее развивается целый ряд направлений, связанных с миниатюризацией сенсоров, применением достижений микроэлектроники и системотехники, созданием и применением не единичных сенсоров, а сенсорных систем.

О состоянии работ за 2000 год в области сенсоров можно судить по Всероссийской конференции с международным участием «Сенсор 2000. Сенсоры и микросистемы», которая является третьей из серии проходивших в Санкт-Петербурге конференций «Химические сенсоры 89» (1989 г.) и MST-Sensor Techno'93 (1993 г.) и была посвящена 100-летию со дня рождения академика Б.П.Никольского. На конференции были представлены 258 докладов, из них 5 пленарных, 50 устных и 180 стендовых докладов на русском языке, а также на специальной NEXUS-сессии (на английском языке) – 8 устных и 15 стендовых докладов.

Конференция была организована Санкт-Петербургским Государственным Университетом и Санкт-Петербургским Государственным Электротех-

ническим Университетом при поддержке ряда организаций, в том числе Международной программы Европейского Сообщества NEXUS.

Организаторы конференции «Сенсор 2000. Сенсоры и микросистемы» ставили своей целью объединить результаты исследований и разработок в таких актуальных областях науки и техники, как сенсоры и микросистемотехника (MST). Использование достижений MST в создании как химических, так и физических сенсоров приводит к миниатюризации сенсоров и разработке сенсорных систем, размещенных на одном чипе, что позволяет говорить о создании аналитических «лабораторий на одном чипе».

Материалы конференции показывают, что в России ведутся исследования по всем основным направлениям сенсорной тематики: теория и принципы функционирования сенсоров и актюаторов, новые материалы для сенсоров и MST, сенсоры химического состава жидких и газовых сред, сенсоры механических величин, сенсоры температуры и потоков тепла, биосенсоры, сенсоры для экстремальных условий, интеллектуальные сенсоры, мультисенсорные системы («электронный нос», «электронный язык»), вторичные преобразователи и методы обработки информации, применение сенсоров, элементная база микросистемной техники.

Более подробную информацию о конференции можно получить на сайте в Интернете www.sensor.spb.ru. О получении сборника трудов конференции можно узнать по электронной почте sensor2000@VK5346.spb.edu

Отдельные новые разработки за прошедший год, не представленные на конференции, приведены ниже. Вместе с материалами конференции они дают полное представление о развитии сенсоров в России.

Разработан долгоживущий сенсор с заменяемой поверхностью для вольтамперометрического дистанционного непрерывного определения следовых концентраций токсичных металлов в питьевых и природных водах. Его отличительной особенностью является то, что собственно сенсором (электродом) служит гибкий электропроводный материал, рабочая часть которого замещается новой по мере необходимости. Конструкция долгоживущего сенсора позволяет полностью решить основную проблему твердых графитовых электродов - регенерацию поверхности в процессе эксплуатации. Проведены исследования по выбору материала и способа изготовления гибкого долгоживущего сенсора.

Сенсор может использоваться в полностью автоматизированных системах, базирующихся на методах электрохимического анализа и работающих без вмешательства оператора в режиме реального времени (**Уральский ГЭУ**).

Разработаны воспроизводимые и стабильные во времени полностью твердые сенсоры на основе пленочных ПВХ мембран с твердым внутренним токоотводом. Установлено, что метод позволяет получать сенсоры пригодные для аналитических задач в статических и проточных системах. Электрохимические характеристики разработанных сенсоров практически совпадают с прототипами с жидкостным внутренним заполнением. Разработанный ме-

тод открывает перспективы использования ПВХ сенсорных материалов для микросенсоров и микросистем (**СПбГУ, кафедра радиохимии**).

Совместно с Институтом биохимии и физиологии микроорганизмов РАН разработана иммунобиосенсорная система, основанная на использовании сменных мембран, полиэлектролитного разделения реагентов и электрохимической детекции количества иммунных комплексов с помощью пероксидазного маркера и рН-чувствительного полевого транзистора. Система апробирована на примерах пестицидов триазинового ряда (симазин, атразин и др.) и гормона тестостерона (**ИНБИ РАН, лаборатория иммунобиохимии**).

В качестве сенсора для электрохимической идентификации супероксидных радикалов в биологических жидкостях (кровь, моча) выбрана пленка двуоксида свинца, нанесенная на кварцевую подложку с платиновыми контактами методом вакуумного напыления свинцового зеркала с последующим его высокотемпературным окислением в среде кислорода. Показано, что в режимах измерения электропроводности сенсора вклад электрохимических реакций, связанных с токопереносом по электролиту, незначителен и измеренное значение электропроводности сенсора определяется адсорбционными процессами на его поверхности. Калибровка сенсора в диапазоне концентраций H_2O_2 ($\text{BaO}_2 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2$) $10^{-6} \div 10^{-3}$ М показала, что в этом диапазоне концентраций хорошо выполняется пропорциональность между относительной электропроводностью сенсора и концентрацией BaO_2 . Предложена методика измерения скорости реакций BaO_2 с биологическими жидкостями (кровь, моча), позволяющая оценить возможность применения этих реакций для диагностики патологий (**ИНХ СО РАН совместно с ТОО НПВП "ИВА", г. Екатеринбург**).

Предложена трехслойная конструкция плосковолноводного оптического химического газового сенсора с введением света в волновод через торец посредника, эффективность которой показана на примерах определения аммиака и диоксида серы в воздухе.

Исследованы возможности сенсора на поверхностно-акустических волнах в анализе газов и газовых смесей. Фактически, предложен новый метод анализа плотности, вязкости и количественного состава чистых газов и бинарных газовых смесей (**НИИ химии Нижегородского ГУ**).

Разработаны селективные термokatалитические и электрохимические сенсоры гидразина. В термokatалитическом сенсоре селективность достигается за счет использования катализаторов на основе оксидов переходных металлов, обладающих различной активностью к компонентам газовой среды. Селективность электрохимического сенсора обеспечивается диффузионной полимерной мембраной, водно-органическим раствором электролита и потенциалом электрода, соответствующего электропревращению гидразина. Обоснованы выбор основных компонентов (состав катализатора, раствор электролита, природа полимерной мембраны, потенциал электропревращения и др.) термokatалитического и электрохимического сенсоров гидразина, а также установлены оптимальные параметры их эксплуатации (**СНИЦ РАН**).

Проведен цикл исследований по структурному модифицированию материалов сенсорных покрытий (регулирование плотности (рыхлости) молекулярной упаковки и пористости, молекулярное отпечатывание) с целью улучшения их сенсорных характеристик (чувствительность и селективность). На основе сенсорных технологий достигнут эффект 100-кратного увеличения чувствительности рецепторного материала. В рамках указанного цикла проведены исследования по поиску высокочувствительных рецепторных материалов для детектирования следовых количеств нетрадиционных аналитов – компонентов атмосферы, в том числе – паров некоторых взрывчатых веществ и сопровождающих их примесей. Составлено техническое задание на изготовление соответствующего пьезохимического сенсорного устройства в виде переносного прибора. По составным акустическим сенсорам изготовлен автономно работающий макет сенсора на пары углеводородов (**ИОНХ РАН**).

Изучено влияние природы матрицы (триацетатцеллюлоза, биополимер хитозан и их смеси) на протолитические свойства иммобилизованного бисазиоиндикатора конго красного и показана возможность варьирования диапазона кислотности перехода индикатора в интервале рН 6,0 – 1 М серная кислота. Предложено использование указанных полимерных пленок с иммобилизованным индикатором конго красным в качестве рН-сенсорных элементов с широким диапазоном действия (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ совместно с кафедрой АХ университета г. Окаяма, Япония**).

Получена ПЛБ, содержащая арахисовую кислоту, ионы Pb(II) и пирен, в которой впервые наблюдался эффект фосфоресценции при комнатной температуре (ФКТ). Изучена кинетика процессов тушения триплетного состояния пирена под влиянием кислорода и показана возможность использования данной ПЛБ в качестве сенсорного элемента на кислород (**Саратовский ГУ кафедра АХ и ХЭ, Саратовский ГТУ кафедра ПФ**).

Анализ в потоке

Продолжались работы в области развития теории проточного химического анализа с использованием метода графов для математического описания всех процессов в проточных системах. Математическая формулировка путей перехода от исходной вершины графа, отвечающей определяемому элементу, к конечной, представленной продуктом аналитической реакции, позволяет вывести ключевое уравнение теории. Соответствие основных принципов разработанной теории требованиям химической термодинамики, обоснованное установлением в каждой точке потока локального термодинамического равновесия, позволяет находить оптимальные решения при использовании в проточных системах различных аналитических реакций. На основе теории выполнены конкретные разработки для систем на основе реакций окисления-восстановления, лигандного и гетерогенного обмена с учетом скрытых особенностей их химизма, а также для систем, включающих стадии on-line концентрирования и соосаждения. Доказано, что условия, реализуемые в проточной системе реального вре-

мени, отвечают основным постулатам линейной неравновесной термодинамики, что позволяет обосновать новый подход к теории проточного анализа (**РХТУ**).

Проводились дифференциально-кинетические исследования, направленные на развитие концепции многоэлементного проточно-инжекционного анализа (ПИА) и создание новых методов совместного определения двух и более компонентов в одной микропробе без использования физико-химических методов разделения. Предложен кинетикометрический подход к изучению цветных реакций в растворах с помощью специальной ПИ спектрофотометрической системы и регистрации второй производной спектра поглощения в режиме “остановленного потока”. Разработаны общие принципы использования метода ПИ производной спектрофотометрии в целях дифференциально-кинетического анализа смесей соединений близкой природы. Найдены оптимальные условия ПИ совместного определения редкоземельных элементов в их смеси (La – Pr (Nm); Pr (Nm) – Eu) на основе мониторинга гомогенных реакций обмена между их комплексными соединениями с хромогенными реагентами (ортаниловый К, хлорфосфоноазо III, карбоксинитразо) и ЭДТА (ТТГА) в интервале рН среды 3 - 5. Разработан ПИ метод селективного определения следов золота(III) в промывных водах гальванопроизводства, основанный на спектрофотометрическом детектировании его каталитического эффекта в гомогенной реакции окисления бромпирирогаллолового красного пероксидисульфат-ионами в хлоридно-цитратной среде (**ИОНХ**).

Проводились исследования в области ПИА с электрохимическим детектированием. Показана возможность ПИ определения железа с использованием каталитической волны водорода в системе смешанно-лигандных нитрозильных комплексов. Химически модифицированный электрод на основе губчатого осмия использован в ПИ системе для амперометрического детектирования оксалатов. Зависимость величины амперометрического сигнала от концентрации субстрата линейна в интервале 0.05 - 350 мкМ. Предел обнаружения равен 10 нМ. Производительность предложенной системы ПИА - 60·ч⁻¹ при объеме пробы 700 мкл. (**Казанский ГУ, кафедра АХ**).

Разработаны две разновидности электрохимических сенсоров с обновляемой поверхностью, предназначенные для определения веществ методом адсорбционной вольтамперометрии в проточной системе: модифицированный – для определения амальгамообразующих элементов и немодифицированный - для определения Cr(IV) и Ni(II). Предложена конструкция четырехэлектродной проточно-дискретной ячейки, дополнительно содержащая рабочий электрод пробо-подготовки, связанной с устранением мешающего влияния органической матрицы. Для управления процессом измерения и пробо-подготовки в проточных системах разработан и изготовлен макет компьютерного инверсионно-вольтамперометрического анализатора IVA-7 (**Уральский ГЭУ**).

Показано, что электролюминесценция на электродах с барьерными диэлектрическими слоями представляет интерес как основа метода определения

следов тяжелых металлов (ртути, свинца, олова, таллия и др.). Установлено, что при наложении на алюминиевый электрод потенциала специальной формы удается обеспечить обратимый характер сорбции активатора, что открывает возможности для разработки электролюминесцентного детектора тяжелых металлов. Показана возможность применения электролюминесцентного детектора в проточно-инжекционном анализе для экспрессного определения Pb(II) и Sn(II) в диапазоне концентраций 1-100 мкг/л (**ГЕОХИ РАН**).

Разработан метод проточно - инжекционного титрования карбоновых кислот в простых и сложных эфирах глицином с пределом обнаружения 5×10^{-5} г/л. Впервые проведен анализ простых и сложных эфиров реактивной чистоты, показавший присутствие в них карбоновых кислот в концентрациях $(0,1 - 2) \times 10^{-3}$ и $(0,1 - 3) \times 10^{-2}$ г/л соответственно. С использованием эмпирического параметра полярности установлены корреляционные зависимости, позволяющие прогнозировать содержание ионизированной формы карбоновых кислот в вышеназванных органических растворителях в случае ограниченной растворимости определяемых примесей. (**Нижегородский ГУ**).

Показана возможность автоматизированного проточного сорбционно-атомно-абсорбционного определения палладия и платины в растворах сложного состава. Концентрирование основано на извлечении ионных ассоциатов хлоро-комплексов платиновых металлов с протонированным дигексиламином на сверхшитом полистироле. При времени концентрирования 1 мин, предел обнаружения палладия составил 2 мкг/л (при атомизации в пламени пропан-бутан-воздух), а платины – 3 мкг/л (при атомизации в пламени ацетилен-воздух).

Разработаны новые схемы проточно-инжекционного определения микроконцентраций ионов аммония и сульфид-ионов с предварительным хроматомембранным концентрированием и выделением в водную фазу (**СПб ГУ, кафедра АХ**).

Предложены программное обеспечение и схема распределения потоков, обеспечивающие проточно-сорбционное концентрирование на ДЭТАТА-сорбентах и электрохимическое детектирование методом инверсионной вольтамперометрии в одном цикле анализа. Правильность результатов определения ионов кадмия, меди, свинца, цинка в пробах водопроводной воды, сточной воды гальванического производства, почвенной вытяжки, некоторых пищевых продуктов подтверждена анализом образцов независимым методом. (**МГУ, кафедра АХ**).

Предложен, теоретически обоснован и экспериментально реализован новый вариант электроинжекционного анализа (ЭИА), позволяющий просто и эффективно исследовать кинетику химических реакций. При этом реактанты вводятся с противоположных концов капилляра в течение всего эксперимента (в отличие от обычного ЭИА, при котором формировались зоны реактантов конечной длины), а пик продукта реакции, регистрируемый детектором, имеет конечную (меньшую, чем длительность эксперимента) длительность, зависящую от соотношения концентраций реагирующих веществ. "Конечность" длительности пика объясняется движением границы раздела

между реагентами по направлению к детектору. Принципиальное значение имеет то, что конец пика соответствует моменту прохождения границы раздела мимо детектора. Таким образом, молекулы продукта наблюдаются непосредственно в момент встречи молекул реагентов. Если химическая реакция многостадийная, и коэффициент экстинкции метастабильного продукта на заданной длине волны больше, чем у финального продукта реакции, то на заднем фронте отклика детектора должен иметь место пик, соответствующий промежуточному продукту, причем пик должен быть тем острее, чем меньше время жизни промежуточного продукта. Согласно описанной схеме, проведены эксперименты, в которых была реализована реакция комплексообразования ионов меди(II) и ЭДТА. Совпадение результатов экспериментов, полученных при различных соотношениях концентраций реагентов, с предсказаниями построенной математической модели доказывает адекватность предложенного объяснения обнаруженного эффекта. (ИАНП РАН).

Методы атомного спектрального анализа

В 2000г. продолжались исследования в области атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного анализа. Оптимизировались условия регистрации спектров в индуктивно-связанной плазме при электротермическом испарении анализируемых образцов (ИПТМ РАН), изучались влияния вкладываемой в ИСП мощности и давления в потоке газа-носителя на отношение сигнал/шум (ИМК НАН Украины), разрабатывались методики конкретных анализов (химико-спектральное определение примесей металлов в люизите (НИИ Химии Нижегородского ГУ), химико-атомно-абсорбционное определение нитрат-ионов в водах и водных вытяжках пищевых продуктов (МГУ, кафедра АХ)). Уточнялись и модифицировались термодинамические модели для описания процессов в ИСП и (на примере атомизации Se и Te), в графитовой печи (УГТУ – УПИ, кафедра ФХМА), а также в кратере электрической дуги (Томский ГУ, кафедра АХ).

Методы молекулярного спектрального анализа

В области молекулярного анализа следует отметить работу Л.А.Грибова (ГЕОХИ РАН), в которой предложен новый подход к проблеме качественного и количественного безэталонного анализа сложных веществ, основанный на экспериментальных, зависящих от времени вибранных спектрах люминесценции (УФ и видимая области) и не требующий предварительного расчета абсолютных интенсивностей для молекулярных моделей. Развита теория метода.

В 2000г. были предложены работы в области спектрофотометрических (Ростовский ГУ, кафедра АХ; Нижегородский ГУ, НИИ Химии; Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; ОАО «Уралредмет», ИХТТ УрО РАН), цветометрических (МГУ, кафедра АХ; Дагестанский ГУ, кафедра АХ), люминесцентных (Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ) методов определе-

ния молекулярного состава вещества. Проводились в основном работы, направленные на разработку методик конкретных анализов. В аналитических целях использовались также методы КР- и ИК-спектроскопии (**ИВТЭ УрО РАН**).

Работы 2000г. в области атомного и молекулярного спектрального анализа находятся на современном уровне, однако фронт используемых методов сузился. Безусловно новым направлением, требующим интенсивной экспериментальной проверки, является работа по безэталонному анализу молекулярных смесей (**ГЕОХИ**).

Масс-спектрометрия

Проанализирован механизм вытягивания ионов из разрядной камеры ионного источника тлеющего разряда. Показано, что в стандартных источниках тлеющего разряда под действием электрического поля к экстрагирующему отверстию движется электронный пучок, который увлекает положительные ионы за счет амбиполярной диффузии. Замена плоской экстрагирующей диафрагмы на конусообразную позволяет приблизительно в 5 раз увеличить ионный пучок, вытягиваемый из разрядной камеры. Показана возможность анализа непроводящих веществ в предложенном ранее ионном источнике с полым катодом в тлеющем разряде. Образцы прессовали в виде стержня 2 - 10 мм и устанавливали на оси полого катода. Образцы распыляются со скоростью 5 – 10 мг/час при разрядном токе 50-80 мА (**ИПТМ РАН**).

Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Рассчитаны температурные зависимости сумм по состояниям и приведенной энергии Гиббса для двухзарядных атомных ионов элементов с самым низким вторым потенциалом ионизации. Методом термодинамического моделирования определена эффективность образования двухзарядных ионов в плазме индуктивно-связанного разряда. Полученные данные необходимы для учета спектральных наложений и повышения точности полуколичественного масс-спектрального анализа с индуктивно-связанной плазмой. Результаты соответствуют мировому уровню (**УГТУ-УПИ, кафедра ФХМА**).

Хромато-масс-спектрометрия. Разработан способ хромато-масс-спектрометрического определения среднелетучих органических соединений в почве, основанный на сочетании сверхкритической флюидной экстракции без использования органического растворителя и газовой хроматографии с масс-спектрометрией. Разработан способ ввода в хромато-масс-спектрометр больших по объему проб органических растворов с удалением растворителя вне прибора. Предложен способ оценки качества фармацевтической продукции, основанный на использовании масс-спектрометрии с фотоионизацией при атмосферном давлении (**МГУ, кафедра АХ**).

Ядерно-физические и радиоаналитические методы

Наблюдалось эволюционное развитие ядерно-физических методов анализа. Большинство работ связано с определением радионуклидов в объектах окружающей среды. Активационный анализ применялся главным образом в качестве арбитражного метода анализа (определение микроэлементов в различных матрицах), развивались работы по повышению точности анализа. Заметное число работ связано с определением легких (газообразующих) элементов различными методами активационного анализа (на быстрых нейтронах, гамма-квантах и заряженных частицах), где эти методы обеспечивают либо высокую чувствительность, либо возможность определения профилей концентраций.

Предложена теоретическая модель полного внешнего отражения при прохождении рентгеновского излучения через микронные щели. Разработана универсальная методика диагностики плотности материала покрытия на Si подложке для толщин $d < 100$ нм, основанная на методе резерфордского обратного рассеяния с использованием в качестве внутреннего стандарта значения выхода рассеяния от подложки в неориентированном положении (ИПТМ РАН).

Разработан способ перевода автордиографического изображения в электронный формат с использованием планшетных сканеров. Показано, что разработанная методика сканирования обеспечивает восстановление двумерного распределения радионуклидов в образцах в отличие от стандартных методик одномерной денситометрии с использованием микрофотометров. Впервые показана возможность селективного определения микровключений платины в окислах и алюмосиликатных образцах с использованием тормозного излучения микротрона и цифровой автордиографии. Предел обнаружения платины в шпинели ($MgAl_2O_4$) с использованием разработанного метода составил ~ 1 нанограмм (ГЕОХИ РАН).

Модифицирован метод малоугловой мессбауэровской спектроскопии: в качестве источника излучения было использовано синхротронное излучение (СИ). Это позволило продемонстрировать принципиальную возможность расширения круга анализируемых объектов за пределы железосодержащих материалов. При этом, благодаря особенностям СИ, точность и экспрессность анализа возрасла на два порядка. Создан действующий макет СЭДМ спектрометра и показана его эффективность для анализа железосодержащих наночастиц (СПБ ГУ, кафедра АХ).

Для определения ^{90}Sr в питьевых и поверхностных водах без длительных и трудоемких операций выделения и очистки предложено использовать «пористый» сцинтиллятор, который одновременно является сорбентом определяемого радионуклида и обеспечивает 4π -геометрию измерения β -активности концентрата. «Пористый» сцинтиллятор в виде цилиндрических таблеток получали путем прессования однородной смеси гранул сцинтилляционного материала (активированный *n*-терфенила) и сорбента (синтетический гидроксилпатит смешанный с гидрокарбонатом аммония в качестве

наполнителя). В результате термического разложения последнего в таблетках образуются сквозные поры, необходимые для сорбции радионуклида из воды в динамическом режиме. Предел обнаружения стронция предложенным сорбционно-сцинтилляционным методом равен $3.7 \cdot 10^{-13}$ г/л ^{90}Sr , что соответствует ПДК этого радионуклида в питьевой воде (**ИМК НАН Украины**).

Выполнено моделирование совместного сорбционного поведения ионных и коллоидных форм микрокомпонента. Определено влияние таких факторов как состав, растворимость, физико-химическое старение коллоидов на форму изотерм сорбции микрокомпонента катионитами. Полученные данные использованы для определения форм химического состояния и распределения Ca, Sr, Am, и Pu в системе "речная вода - донные отложения" в технических водоемах В-4, В-10, В-11 П/О "Маяк" Челябинской области по данным ГЕОХИ РАН. Показано, что вариация коэффициента распределения Sr, Am, и Pu в этой системе водоемов определяется процессами их побочной адсорбции на метастабильном коллоиде сульфата кальция, образование/растворение которого вызывает сезонные колебания в системе "речная вода - донные отложения" (**ИХТТ УрО РАН, совместно с УГТУ-УПИ**).

Выполнен комплекс исследований распределения изотопов водорода (водорода и дейтерия) по глубине графитовых тайлов, использовавшихся в качестве защитного экрана ВЧ-антенны токамака Т-11М института ТРИНИТИ (г.Троицк, Моск.обл.). Установлено, что водород находится в первых $5 \div 10$ мкм поверхности тайлов, а дейтерий, также находящийся на поверхности ~ 3 мкм, распределен неравномерно по поверхности всего тайла (**ИЯИ РАН, ГИРЕДМЕТ**).

Усовершенствован источник тепловых (замедленных) нейтронов для активационного анализа на базе нейтронного генератора. Исследованы различные системы замедления быстрых нейтронов с целью получения максимального выхода тепловых нейтронов, в частности комбинированная система свинец-бериллий. Разработаны методики определения микроколичеств золота и серебра в рудах и продуктах их переработки. Нижняя граница определяемых содержаний составила для золота 1×10^{-5} % масс (относительно долгоживущие радионуклиды), а для серебра – 5×10^{-5} % масс. (короткоживущие радионуклиды) (**ГИРЕДМЕТ**).

Разработана методика создания образца сравнения для определения кислорода на основе полиметилметакрилата (оргстекло). С высокой точностью аттестовано содержание в нем кислорода ($c_{\text{уст}} = 32,58 \pm 0,15$ % масс) с использованием НАА на быстрых нейтронах. Разработаны методики НГ-активационного определения микроколичеств кислорода в магнии и его сплавах, а также в бериллии (нижняя граница определяемых содержаний 1.10^{-3} %). Выполнены анализы серий технологических образцов (**ГИРЕДМЕТ**).

Рентгеновские методы

Дано теоретическое обоснование и выполнены расчеты спектрального распределения первичного рентгеновского излучения в условиях возврата обратно рассеянных электронов на положительно заряженную поверхность. Показано, что вклад обратно рассеянных электронов в формирование интенсивности тормозного и характеристического излучения может достигать 30-50 % от интенсивности, обусловленной действием катодного пучка электронов (**НИИ ПФ ИГУ**).

Получено выражение для интенсивности флуоресценции, возбужденной в условиях рентгенофлуоресцентного анализа на спектрометре с полным внешним отражением первичного излучения. Погрешности результатов анализа, обусловленные взаимным влиянием элементов и неравномерностью распределения материала по излучателю, невелики и могут быть учтены при использовании способа внутреннего стандарта.

Для монодисперсных однофазных и многофазных образцов изучена зависимость интенсивности фона (I_{ϕ}) от размера частиц в области возбужденного рентгеновского спектра 0,065-0,15 нм и 0,19-0,85 нм. Даны рекомендации по выбору способа учета фона и использования (I_{ϕ}) в качестве стандартизирующего параметра. Разработан критерий необходимости учета фона при определении малых концентраций определяемых элементов, использующий оценку относительного стандартного отклонения, $S_{r,\phi}$, и требования к точности результатов анализа (**Иркутский ГУ**).

Создана база данных рентгенофлуоресцентного анализа и разработано программное обеспечение способа фундаментальных параметров для микро-ЭВМ и персональных компьютеров, позволяющее проводить расчеты интенсивностей основных характеристических линий К-, L- и М-серии и содержания элементов от Na до U в различных материалах при возбуждении флуоресценции полихроматическим первичным излучением рентгеновской трубки. Предложены критерии систематизации аналитических задач для рентгеноспектрального анализа горных пород по группам компонентов, совместное определение которых обеспечивает наилучшую правильность результатов. Это позволяет заранее подготовить алгоритм решения задачи и сократить время разработки конкретной методики анализа (**СВК НИИ ДВО РАН, Магадан**).

Предложен метод определения формы вхождения элементов в анализируемое химическое соединение по регистрации отношения интегральной интенсивности (ОИИ) двух линий одной серии характеристического рентгеновского излучения, первая из которых обусловлена переходом электронов из валентной зоны на внутренний уровень атома определяемого элемента (последняя эмиссионная линия ПЭЛ), вторая - электронным переходом между внутренними уровнями атома. Впервые получены зависимости ОИИ ПЭЛ от валентности и степени ионности для As и Nb (**ИОНХ РАН**).

Реализовано программное обеспечение рентгенофлуоресцентного спектрометра VRA-30, управляемого персональным компьютером. Выполне-

на модернизация спектрометра VRA-30, которая заключалась в замене ЭВМ «Электроника-60» на ПК IBM-486 с установкой соответствующего интерфейса, разработанного АОЗТ «ИСИ ОР» (г. Новосибирск). В реальном режиме времени проводится только измерение спектра с записью интенсивностей в информационный файл. В основу нового ПО заложен принцип минимума управляющих действий оператора для получения результата. Единственная текстовая информация, которая вводится с клавиатуры – название анализируемого продукта. Преимущества разработанного программного обеспечения – возможность параллельно процессу измерения проводить просмотр и редактирование измеренных к этому времени сигналов; возможность проведения градуировки в фоновом режиме работы компьютера, управляющего спектрометром, уменьшение общих затрат времени на измерение рентгеновских спектров образцов и уменьшение затрат времени на построение оптимальных уравнений. Новое программное обеспечение спектрометра VRA-30 в течение двух лет успешно применяется в Институте земной коры СО РАН для анализа ультраосновных, основных, средних, кислых, алюмосиликатных и карбонатных горных пород, а также песчаников, углей, фосфоритов, золы каменного угля и костей.

Разработана программа расчета коэффициентов линейного уравнения для учета фона при проведении РФА на сканирующем рентгеновском флуоресцентном спектрометре VRA-30. Программа предназначена для математической обработки массива интенсивностей холостых проб, измеренных на указанном спектрометре с помощью управляющей программы VRAP. Целью расчетов является получение коэффициентов линейного уравнения, связывающего интенсивность рассеянного излучения на месте аналитической линии определяемого элемента с интенсивностью некогерентно рассеянной линии родиевого анода либо интенсивностью фона для любой выбранной угловой позиции:

$$I_i = a_i I_{Rh} + b_i$$

Здесь I_i – интенсивность рассеянного излучения от холостой пробы, зарегистрированная при угле гониометра, соответствующем позиции аналитической линии определяемого элемента i ; I_{Rh} – интенсивность некогерентно рассеянного излучения характеристической линии родиевого анода на холостой пробе (**ИЗК СО РАН**).

Разработаны методические рекомендации по рентгенофлуоресцентному анализу горных пород и руд способом стандарта-фона, в которых рассмотрены основные разновидности способа и описан унифицированный алгоритм, создающий основу программного обеспечения ранее аттестованных методик. Рассмотрена процедура расчета аналитических и фоновых характеристик применительно к рентгеновскому прибору, имеющему трубку с торцевым выходным излучателем (**ВИМС**).

Разработана методика рентгеноспектрального определения серебра в интервале содержаний $1 \cdot 10^{-6} - 10^{-2}\%$ после предварительной экстракции о-изопропилметилтиокарбаминатом из минерального сырья, продуктов его переработки, отходов, отвалов промышленных предприятий, почв и др. объек-

тов. Для реализации методики создан полевой спектрометр со сближенной геометрией на базе полупроводникового детектора с воздушным охлаждением и острофокусной рентгеновской трубки (ВИМС).

При изучении влияния предварительной обработки образцов на точность результатов рентгеноспектрального анализа почв установлено, что изменение массы образца почвы при сухом озолении не отражает поведение каждого отдельного определяемого элемента. Рентгенофлуоресцентный метод анализа предложено использовать наряду с атомно-абсорбционным и атомно-эмиссионным для оценки содержания некоторых токсичных и биофильных элементов, служащих индикаторами состояния окружающей среды. Применяя озоление проб для концентрирования элементов, можно уверенно определять Ni, Pb, Zn, Fe, Rb и некоторые другие элементы с пределами обнаружения мкг/г в человеческих волосах, мышцах рыб (окунь, омуль) (ИГХ СО РАН).

Разработана и апробирована методика рентгенофлуоресцентного определения стронция для исследования его поведения в многокомпонентной системе – смеси цементов отечественных марок и наполнителя – речного песка, применяемой при захоронении радиоактивных отходов (РАО). Методика предназначена для контроля моделирования процессов выщелачивания или иного выхода в окружающую среду ^{90}Sr , как наиболее распространенного РАО, без использования самого радионуклида (МГУ, кафедра радиохимии).

На основании исследования поверхности модифицированных дисковых углесталловых электродов методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением и растровой электронной микроскопии предложены феноменологические модели формирования электроконцентратов на поверхностях дисковых электродов в растворах, содержащих индифферентный фоновый электролит (МГУ, кафедра АХ).

Методы определения следов элементов, микроанализ и анализ поверхности

В отчетном году представлено довольно мало работ в области микроанализа и анализа высокочистых материалов. Это можно, по-видимому, объяснить снижением объема исследовательских работ в этой области, связанным с отсутствием или старением дорогостоящего и достаточно сложного оборудования, а также использованием для практических целей ранее разработанных методов. Из представленных результатов можно отметить разработанные в ИХВВ РАН методики высокочувствительного определения ряда примесей для анализа высокочистых мышьяка и серы.

Методики определения следов элементов в различных материалах и объектах (прежде всего в окружающей среде, медицинских и пищевых продуктах) представлены в других разделах отчета.

Анализ высокочистых веществ. С использованием лазерного масс-рефлектрона разработана методика определения водорода в сульфидно мышьяковых стеклах с применением предварительной импульсной очистки поверхности сдвоенным лазерным импульсом. Случайная погрешность составляет 0,19-0,13 в интервале концентраций 10^{-4} – $3 \cdot 10^{-3}$ % масс. Установлена корреляция коэффициента оптического поглощения на линии ОН и содержания водорода в образцах. Нижняя граница определяемых содержаний не определена из-за отсутствия материала с низким содержанием водорода (ИХВВ РАН).

Разработана методика лазерного масс-спектрометрического (масс-спектрометр ЭМАЛ-2, г. Сумы) анализа высокочистого мышьяка с предварительным концентрированием примесей отгонкой основы в вакууме на подложке из высокочистого германия. Пределы обнаружения для нелетучих примесей составили 10^{-8} – $3 \cdot 10^{-7}$ % масс. при навеске 1 г. Для Na, Al, Si, S, K, Ca, Fe, предел обнаружения ограничен уровнем контрольного опыта от $3 \cdot 10^{-7}$ % для примеси железа до $6 \cdot 10^{-5}$ % для кремния (ИХВВ РАН).

Разработан экстракционно-атомно-абсорбционный (ЭТА) метод определения примесей мышьяка, сурьмы и селена в высокочистой сере путем их перевода в бромиды с последующей экстракцией толуолом. Коэффициент извлечения для примесей сурьмы и мышьяка составил $0,98 \pm 0,02$, для селена - $0,66 \pm 0,02$. Определение селена проводили из органической фазы, а мышьяка и сурьмы - из водного реэкстракта. Пределы обнаружения мышьяка, сурьмы и селена составляют $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$ и $3 \cdot 10^{-7}$ мас.%, соответственно (ИХВВ РАН)

Разработана методика определения неорганического хлора в силане высокой чистоты методом ионной хроматографии (хроматограф Цвет-3006 с кондуктометрическим детектором). Извлечение хлора из силана проводилось в виде хлорид-иона в результате гидролитического разложения примесей водой. Степень извлечения хлора определялась анализом синтетических смесей и на основании результатов определения хлорид-иона при последовательном разложении реальных образцов и составляет $0,98 \pm 0,03$. Предел обнаружения хлора из объема силана 1 литр и давления 1 атм составил $8 \cdot 10^{-6}$ мас.%, что лучше, чем описанные в литературе. Относительное стандартное отклонение составляет 0,1-0,22. Правильность анализа контролировали варьированием объема пробы (ИХВВ РАН совместно с ННГУ им. Н.И. Лобачевского).

Разработана методика масс-спектрального определения воды в твердых материалах (спецстекла, оптоволокно на основе галогенидов серебра) с Cn $5 \cdot 10^{-4}$ % масс. и $Sr=0.15$ (ИПТМ РАН).

Методы локального анализа и анализа поверхности. Предложена новая формула количественного рентгеноэлектронного анализа химически модифицированных поверхностей (ХМП) твердых тел, учитывающая геометрию электронного спектрометра, тип и режим работы энергоанализатора, природу анализируемого материала. Разработаны способы определения аппаратной функции электронного спектрометра и средней длины свободного

пробега электрона в твердом теле. Новые теоретические и экспериментальные подходы к количественному рентгеноэлектронному анализу ХМП позволили повысить чувствительность метода (в десятки раз), снизить систематическую погрешность метода (до уровня инструментальной погрешности), осуществить экспрессный анализ ХМП (МГУ).

Разработан метод количественного локального определения содержания кислорода в сверхпроводящих (СП) керамиках, основанный на измерениях выхода вторичной электронной эмиссии из отдельных зерен. Дан анализ ряда источников погрешностей измерений, связанных в том числе, с наклоном плоскости зерна, перпендикулярной зонду. Теория метода базируется на полученной исполнителями ранее основной формуле, связывающей выход вторичной электронной эмиссии в растровом электронном микроскопе с концентрацией дефектов, обусловленных нестехиометрией по кислороду. Метод апробирован на СП керамике $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Из базового выражения следует, что эмиссия возрастает с увеличением дефицита кислорода в пределах $0,1 < x < 0,8$. В качестве калибровки использовалась зависимость выхода эмиссии от содержания кислорода, определяемого двумя независимыми методами: рентгеноструктурным (по изменению периода C элементарной ячейки) и методом йодометрического титрования. Измерения выхода эмиссии проводили на специально переоборудованном растровом высоковакуумном электронном микроскопе BS-350 TESLA, в котором установлен детектор вторичных электронов типа Эверхарта-Торнли. Исследовалась керамика, полученная твердофазным синтезом, в форме дисков с общим содержанием кислорода 6,9 и 6,5 моля. Для получения образцов с более низким содержанием кислорода часть исходной керамики нагревали в атмосфере азота и охлаждали со скоростью 10^0 C/мин. Состав керамики контролировали методами рентгенофазового и рентгеноспектрального микроанализа. Методами дилатометрии и микротермогравиметрии изучали изменения содержания кислорода при нагреве на воздухе, в кислороде и атмосфере азота (**ГНЦ РФ НИФХИ им. Л.Я. Карпова**).

С целью определения природы излучающих центров и получения спектроскопических данных для анализа микро- и наноразмерных структур на основе кремния, легированного эрбием, гольмием и диспрозием, были исследованы спектры фото и электролюминесценции образцов, полученных методами сублимационной молекулярно-лучевой эпитаксии и ионной имплантации. Такие структуры имеют большое значение для развития кремниевой оптоэлектроники. Интенсивная фотолюминесценция, связанная с внутриатомными переходами в 4f-оболочке ионов Er^{3+} и Ho^{3+} , наблюдалась в структурах с толщиной легированных слоев до нескольких десятков ангстрем (эпитаксиальные структуры Si:Er/Si, Si:Ho/Si) при суммарном содержании РЗЭ от 10^{-4} до 1 ат.%, что показывает перспективу применения метода низкотемпературной фотолюминесценции для определения примесей РЗЭ в предельно тонких слоях полупроводников. В спектрах низкотемпературной фотолюминесценции однородно легированных слоев Si:Er/Si, идентифицированы следующие оптически активные примесные центры, включающие ион Er^{3+} : кислородсо-

держающие примесные центры с высокой симметрией кристаллического окружения ионов РЗЭ Er-1 и Er-O1 (серии предельно узких линий с наиболее интенсивными высокоэнергетическими переходами 6502 и 6507 см^{-1} , соответственно) SiO_2 -подобные преципитаты (широкая полоса люминесценции Er^{3+} с центром на 6500 см^{-1} при $T=4,2 \text{ К}$), комплексы эрбия с кислородом и дефектами с низкой симметрией окружения (отдельные линии люминесценции наиболее интенсивные в диапазоне $6500\text{-}6530 \text{ см}^{-1}$). Методами фотолюминесцентной спектроскопии, рассеяния ионов средних энергий и ВИМС исследован примесный состав, его изменения по глубине эпитаксиального слоя и особенности оптически активных форм примеси эрбия в эпитаксиальных структурах, выращенных с применением металлического источника эрбия (совместно с **ИФМ РАН**).

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

В отчетный год продолжался выпуск аналитической аппаратуры различными организациями РФ: государственными предприятиями и фирмами типа НПП и ООО. Большая часть этих фирм наряду с выпуском приборов собственной разработки реализуют аппаратуру производства предприятий РФ, стран СНГ и зарубежных фирм. Это, например, фирмы ЭКОНИКС, ЭКОНИКС_ЭКСПЕРТ, АКВИЛОН (г. Москва), ВОЛЬТА, АЛТЕЙ (С-Петербург) и др. Меньшая часть малых фирм реализуют только собственные разработки. Это. Например, ТЕХНОАНАЛИТ (г. Томск), ИНФРАТРОН (г. Москва) и др. Благодаря всем этим организациям возможно в короткие сроки выбрать и приобрести практически любой прибор отечественного и зарубежного производства.

Парк аналитической аппаратуры значительно обогащается за счет разработок НИИ и высших учебных заведений. Так, разработаны компьютеризированные инверсионно-вольтамперометрические анализаторы: ИВА-5 для рутинного анализа и для проведения исследовательской и методической работы и ИВА-7 для анализа и пробоподготовки в проточных системах. Кроме того разработан УФ облучатель водных растворов для деструкции ПАВ и комплексобразующих органических веществ (**Уральский ГЭУ**). Создан автоматизированный кулонометрический комплекс с контролируемым потенциалом с погрешностью интегрирования $0,02\%$, обработка аналитического сигнала осуществляется ПЭВМ (**ПО "Маяк", ГЕОХИ РАН**). Разработан низкофоновый гамма-спектрометр с германиевым детектором для измерения естественной радиоактивности в строительных материалах (**ГИРЕДМЕТ**). Разработан и получен сертификат на выпуск вольтамперометрического анализатора ВА-5 (**Кубанский ГУ**). Создана оригинальная конструкция виброустойчивого термокаталитического сенсора и малогабаритного автоматического газоанализатора гидразина для использования в летательных аппаратах (**СНИЦ РАН**). Разработан портативный универсальный электрохимический анализатор с режимами работы – вольтамперометрии, потенциометрии, кулонометрии и хронопотенциометрии с датчиком, содержащим три электро-

химические ячейки (**ООО ИТМ, Томский ПУ**). Разработаны амперометрические датчики для определения концентрации кислорода в условиях нестабильности окружающей среды, водорода в азоте и инертных газах, а также твердоэлектролитный датчик для одновременного контроля кислорода и оксидов азота в продуктах сгорания и выхлопных газах (**ИВТЭ УрО РАН**). Создан световой рефрактометр для контроля соответствия моторных топлив стандартам (**СПб ГУ**). Разработан полярограф ПЛС-2А универсального назначения с программным обеспечением для рутинного анализа и проведения исследований (**ООО ИНФРАТРОН, МИРЭА, МГТУ**).

Разработан технический проект испытательного стенда для обеспечения испытаний технических средств мониторинга окружающей среды, создаваемых в связи с введением в действие предприятий по уничтожению химического оружия в соответствии с Конвенцией о запрещении химического оружия. Испытательный стенд обеспечивает приготовление в динамическом режиме газовых смесей отравляющих веществ с воздухом с концентрациями 1, 10, 100 и 1000 ПДК_{р.з.} и мешающих примесей с воздухом в диапазоне 1-5 ПДК_{р.з.}

Разработан универсальный оптико-абсорбционный газоанализатор ОАС на базе многоэлементных фотоприемников (ПЗС-линеек), обладающий: широким диапазоном анализируемых концентраций, высокой точностью, возможностью анализа широкого спектра газов, возможностью анализа многокомпонентных газовых смесей, быстродействием, возможностью работы в автоматическом режиме и в режиме непрерывных измерений. В настоящее время ОАС используется для проведения высокоточных измерений при передаче единицы молярной доли газовых компонентов (аттестации поверочных газовых смесей и т. п.) (**ВНИИМ**).

АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ

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

Разработаны методики определения селена, сурьмы и мышьяка в рудах и продуктах медно-никелевого производства, сочетающие предварительное концентрирование определяемых элементов с последующим определением их инструментальными методами. Подобраны коллекторы (теллур для селена и гидроксид марганца (IV) для сурьмы и мышьяка), найдены оптимальные условия количественного соосаждения и аналитические параметры атомно-эмиссионного с ИСП определения указанных элементов, дающие возможность определять селен, мышьяк и сурьму в диапазоне от 0,0002 до 0,05%. Методы определения массовой доли селена, сурьмы и мышьяка с предварительным концентрированием последних внедрены в практику работы лаборатории анализа геологических объектов. Разработанные методики позволили

отказаться от дорогостоящего и весьма опасного радиоактивационного метода анализа (**ОАО "Норильская горная компания"**).

Разработан и апробирован на реальных объектах новый эффективный комплексный метод предварительного индивидуального концентрирования Al, Ga и In в анализе сталей, сплавов и минеральных объектов полимерным хелатным сорбентом полистирол-(азо-1)-3,4-диокси-6-нитробензол с последующим спектрофотометрическим определением этих элементов в элюате. Метод характеризуется экспрессностью, избирательностью, низкими пределами обнаружения и высокой воспроизводимостью результатов. Sr составляет 0,01 – 0,05 при содержании алюминия - 0,015-0,002%; Sr = 0,01 – 0,06 при содержании галлия 0,001 – 0,003%; Sr = 0,02 – 0,08 при содержании индия – 0,0001 – 0,007%. Правильность методики подтверждается анализом стандартных образцов и методом добавок (**ИГЕМ РАН**).

Разработаны методики:

- фотометрического определения олова в виде комплекса олова с люмогаллионом (ЛГ) Мешающее влияние меди устраняется использованием конкурирующего комплексообразования в системах Cu-ЛГ, Sn-ЛГ и Cu-Sn-ЛГ-тиомочевина. Методика применена для анализа медно-цинковых латуней, бронз и свинцовых баббитов. Sr не превышает 0,078 (**Дагестанский ГУ, кафедра АХ**).

- фотометрического определения ванадия и свинца в виде их комплексов с хромпиразолом и его аналогами (**Пермский ГУ**).
- спектрофотометрического определения малых количеств ниобия и тантала с

3,5-дибром-ПАДАФ в минеральном сырье (**Московский ПУ совместно с ГЕОХИ РАН**);

- спектрофотометрического определения меди в сложнооксидных системах типа $\text{La}(\text{Sr})\text{M}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$ (M-Co, Mn; $0.05 \leq x \leq 0.4$) и продуктах металлургического производства (сплавах, штейнах) в виде координационного соединения с N,N-ди(2-карбоксиэтил)-3,4-ксилидином. Преимуществом методики является отсутствие необходимости работы с токсичными органическими растворителями, возможность определения меди на фоне многих других ионов без их предварительного отделения или маскирования, экспрессность (10-15 мин) и экономичность (**Уральский ГУ**).

В **ИМК НАН Украины** при помощи атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

- определяют примесный состав сырья и монокристаллов теллурида кадмия-цинка (CZT) – перспективного материала для изготовления полупроводниковых γ -детекторов, работающих при комнатной температуре. Нижние границы определяемых содержаний Ag, Al, Ca, Co, Cr, Cu, Ge, Mg, Fe, Na, Ni, Pb, Si, Sn, Ti лежат в диапазоне 10^{-5} – 10^{-4} мас.%, значения s_r составляют 0.02-0.1;

- изучено влияние ионов основы на определение примесей в нелинейных монокристаллах дигидрофосфата калия, а именно до $5 \cdot 10^{-5}$ мас.% Al, $1 \cdot 10^{-5}$ мас.% Ca, $5 \cdot 10^{-6}$ мас.% Cu, $5 \cdot 10^{-6}$ мас.% Ni, $1 \cdot 10^{-4}$ мас.% Pb из 5%-ных растворов соли;

Разработан простой и экспрессный способ рентгенофлуоресцентного определения 0.05–1 мас.% легирующей добавки – бромидов в сцинтилляционных монокристаллах иодида цезия. Способ предполагает прессование образца и регистрацию аналитического сигнала с поверхности прессовки. В качестве градуировочных образцов служат подвергнутые прессованию участки кристаллов CsI(Br), соседние участки которых проанализированы ранее разработанным более трудоемким методом, предусматривающим растворение образца в воде. Доказано отсутствие значимых систематических погрешностей, обусловленных стадией пробоподготовки. Случайные погрешности характеризуются значениями s_r 0.01–0.02. Результаты анализа использованы для оптимизации условий выращивания кристаллов CsI(Br) с равномерным распределением легирующей добавки по длине кристалла.

На ОАО «Уралпредмет» предложены методики определения кислорода в ванадии электроннолучевого перепада, ванадии электролитическом, лигатурах АМЦи АМВТУ, ВнАл-Ж, ВнАл, иттрии и самарии металлических на анализаторе «Метавак» (г. Ижевск). Установлены алгоритмы работы печи импульсного плавления образцов в токе инертного газа – аргона, позволяющие полностью выделить кислород в газовую фазу. Процесс работы на приборе компьютеризирован. Результаты удовлетворительно согласуются с результатами нейтронно-активационного анализа на приборах фирмы «Леко».

Разработана методика масс-спектрального определения воды в твердых материалах (спецстекла, оптоволокно на основе галогенидов серебра) с $C_H 5 \times 10^{-4}$ % масс и $Sr=0.15$ (ИПТМ РАН).

Для определения кислотности травильных растворов, содержащих хлориды железа, никеля, цинка в интервале 0,01 – 1 М HCl использованы пленки Ленгмюра-Блоджет (ПЛБ), содержащие 25-30 смешанных монослоев диметилдоктадециламмониевой соли полиамидокислоты с бисазоиндикатором бензопурпурином (Саратовский ГУ кафедры АХ и ХЭ и физики полупроводников).

Благородные металлы

Как и в предыдущие годы в работах 2000 года большое внимание уделяли развитию методов разложения природных и технологических проб различного состава, методам сорбционного и экстракционного концентрирования и пробирной плавки. Исследовали механизм распределения и извлечения благородных металлов при их концентрировании методами микропробирной плавки с использованием в качестве коллектора сульфида никеля (ГЕОХИ РАН), изучали также количественные аспекты извлечения золота, серебра и МПГ в пробирный коллектор и степень очистки аналитического концентрата от сопутствующих элементов (ОАО «Норильская горная компания», ЦНИИ ГНПИ и КГУ г.Казань). Рассмотрен механизм растворения неорганических веществ разнообразной природы по действием микроволнового излучения и особенности микроволновой подготовки платиносодержащих объектов: концентратов, сплавов, вторичного сырья и минерального сырья

(ГЕОХИ РАН). Изучены теоретические и практические вопросы окислительного фторидного разложения сложных по составу геологических образцов: хромитов, углеродсодержащих пород и др. **(ИНХ СО РАН, ОИГГМ СО РАН)**, а также особенности разложения этих проб в смеси кислот в аналитических автоклавах **(ГЕОХИ РАН, ИНХ СО РАН)**.

Интенсивно развивались методы сорбционного концентрирования с применением новых сорбентов и использованием динамических, проточных и проточно-инжекционных вариантов метода. Рассмотрены вопросы теории и практики динамического концентрирования платиновых металлов и золота из хлоридных растворов “наполненными” волокнистыми сорбентами ряда **ПОЛИОРГС (ГЕОХИ РАН)**, сорбционного концентрирования МПГ и золота в виде их гидрофобных соединений в проточных системах с использованием в качестве сорбента сверхсшитого полистирола, и гидрофобизированных целлюлозных фильтров **(МГУ)**, а также проблемы определения МПГ в проточно-инжекционных системах с детектированием МПГ каталитическими, потенциометрическими и амперометрическими методами **(ИОНХ РАН)**. Изучена возможность применения для концентрирования МПГ и золота ряда новых комплексообразующих сорбентов. Среди них волокнистые сорбенты на основе ПАН, модифицированные алифатическими и гетероциклическими аминами и тиосемикарбазидными группами, гранульные сорбенты - сополимеры стирола и диэтинилбензола с привитыми метилпиразольными группами, водорастворимые полиэлектролиты с пиразольными и этилтиоэтилметакрилатными группами и волокнистый углеродный сорбент УВС-М. Для большинства сорбентов установлена высокая скорость извлечения хлорокомплексов палладия (II) главным образом по смешанно-диффузионному механизму и получена детальная информация о сорбционной емкости по отношению к хлоридным и сульфатным комплексам палладия(II) **(СПбГТУ)**. Для сорбционного концентрирования золота и МПГ использован углеродистый материал УМ **(Томский ПУ)**. Для концентрирования платины из хлоридных и нитратных растворов перспективен силикагель химически модифицированный меркаптогруппами, а также целлюлоза, химически модифицированная о-карбоксибензолороданином **(Красноярский ГУ)**. Изучены процессы сорбции и восстановления золота на поверхности гидротермально синтезированных кристаллов сфалерита, галенита и магнетита. Обнаружено, что наиболее активно золото сорбируется на поверхности галенита, наиболее равномерно распределяется на поверхности магнетита **(ИГХ СО РАН)**.

Для определения МПГ в концентратах широко применяются современные высокочувствительные физические методы, адаптированные к конкретным анализируемым объектам. Методика масс-спектрального с ИСП определения содержания всех МПГ, золота и серебра в сульфидных медно-никелевых рудах и промышленных продуктах с пределом обнаружения до $5 \cdot 10^{-8}\%$ масс. разработана в **(ОАО “Норильская горная компания”)**. Показана перспективность применения масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и лазерной абеляцией (ИСП-ЛА-МС) в качестве неразрушающего метода определения элементов примесей в аффинированных драгоценных

металлах, в том числе в аффинированной платине (**ГОХРАН России**). Атомно-эмиссионная спектрометрия с индукционной плазмой использована для определения $10^{-2} - 10^{-4}$ мас.% платины в оптических монокристаллах бромида калия. Показано, что практически вся платина присутствует в кристаллах в ионной форме, а не в виде металлических включений. АЭС-ИСП спектрометрия использована для определения содержания золота, серебра, палладия и платины, в электронном ломе, отработанных катализаторах и полупродуктах золотодобывающей промышленности (**ИМК НАН Украины**). При определении пределов обнаружения и погрешности ААС-определения золота из растворов кристаллов СО состава галенит, сфалерит, пирит было установлено, что СО должны не только отражать химический состав пробы, но и форму нахождения в ней исследуемого элемента (**ИГХ СО РАН**).

Предложена новая высокочувствительная методика определения осмия в растворах в широком диапазоне его концентраций от 5 нг/мл до 1 нг/мл методом лазерной-атомно-флуоресцентной спектрометрии. Показано, что методика перспективна для анализа реальных объектов при ее сочетании с предварительным концентрированием осмия в диффузионных ячейках (**ГЕОХИ РАН**).

Рассмотрена роль гуминовых кислот (ГК) - главного компонента органических веществ морских осадков - как природных комплексообразующих сорбентов, взаимодействие с которыми играет решающую роль в процессах накопления МПГ и золота на ранних стадиях формирования месторождений благородных металлов в черных сланцах. Для этих целей изучено взаимодействие ионов золота и МПГ с ГК, выделенными из морских осадков, отобранных на шельфе Амазонки, Перуанском шельфе, в Калифорнийском заливе и в Карском море, а также с углеродистым веществом, выделенным из пород золоторудного месторождения Витватерсранд (ЮАР). Установлена высокая сорбционная емкость всех исследованных ГК по отношению к ионам Au(III), Pd(II), Rh(II), Ru(IV) и Os(IV) и доказана прочная химическая связь ионов благородных металлов с углеродистой матрицей, что имеет решающее значение при выборе схем количественного извлечения благородных металлов из пород в аналитических и технологических целях. Показано, что ГК морских осадков практически не сорбируют платину(IV). Выявлены главные причины этого явления: высокая прочность аквакомплексов платины (IV) и частичное восстановление Pt(IV) до Pt(II) в системах с ГК (**ГЕОХИ РАН**).

Основные направления в развитии фотометрических методов включали синтез реагентных индикаторных полос (РИП) для экспрессного и селективного визуального или фотометрического определения МПГ (на примере палладия) (**ИОНХ РАН**), синтез и применение новых реагентов, в том числе реагента 3,5-ди-Br-ПАДАФ для определения платины (**Московский ГПУ**).

Основные направления в развитии методов кулонометрии включают разработку прецизионных методов определения макроколичеств золота и ЭПГ, степени окисления ионов, их комплексообразования и других процессов, а также получение новых электродных материалов и использование кулонометрического метода для определения благородных металлов в сложных

природных и промышленных объектах. Создана новая кулонометрическая установка с контролируемым потенциалом для определения благородных металлов (**ГЕОХИ РАН**). Методами циклической вольтамперометрии и кулонометрии (с Pt и СУ- электродами) исследовано электрохимическое поведение гексасульфита Os(II), $K_{10}[Os(SO_3)_6] \cdot 2H_2O$, представляющего интерес в связи с перспективностью использования сульфитосодержащих реагентов в технологии извлечения и аффинажа Pt- металлов. Показано, что в области потенциалов от 0,0 - 1,5 В происходит двухстадийное окисление Os(II) до Os(VI), осложненное каталитическим процессом, связанным с диспропорционированием Os(VI) на Os(IV) и Os(VIII) (**ИОНХ РАН, МГА ТХТ**).

Для высокочувствительного определения ЭПГ предложены новые и усовершенствованные кинетические каталитические методы. Реакция окисления сульфарсазена периодатом использована для определения иридия с пределом обнаружения до $1 \cdot 10^{-5}$ мкг/мл (**МГА ТХТ**). Новая индикаторная реакция для высокочувствительного определения рутения использует его каталитическое действие его сульфатных комплексов в реакции восстановления тетраазамакроциклических комплексов никеля(III) иодат-ионами (**ИППФиБ НАН Украины**).

Известно, что каталитическая активность ионов металлов в растворах зависит от форм их нахождения. Методом капиллярного электрофореза изучено соотношение сосуществующих форм в растворах соляной, азотной, хлорной и серной кислот. Исследована также каталитическая активность родия в реакции окисления N-метилдифениламин-4-сульфоуксусной кислоты (МДФАСК) периодатом калия и показано, что каталитическая активность родия(III) в этой индикаторной реакции уменьшается в ряду кислот: хлорная > азотная > хлороводородная > серная. Максимальный каталитический эффект достигается при использовании растворов перхлората родия (III), в котором катализатор, согласно данным КЭФ существует только в виде катионных форм. Сочетание кинетического и электрофоретического исследований перспективно для прогноза каталитической активности ионов ЭПГ в индикаторных реакциях (**Саратовский ГУ, кафедра ОиНХ**).

Развиваются ядернофизические методы. Разработана методика определения микроколичеств серебра и золота в рудах и продуктах их переработки. Нижняя граница определяемых содержаний для золота (по долгоживущему изотопу) составила $1 \cdot 10^{-5}$ % масс, а для серебра (по короткоживущим изотопам) – $5 \cdot 10^{-5}$ % масс. (**ГИРЕДМЕТ**).

Для высокочувствительной локализации в геологических объектах фаз, содержащих платиновые металлы, большой интерес представляет сочетание гамма-радиационной автордиографии и нейтронно-активационной радиографии. Для анализа автордиограмм разработан способ перевода автордиографического изображения в электронный формат (**ГЕОХИ РАН**).

Органические и элементоорганические соединения

На основе теории информации и теории молекулярных графов предложен новый подход к установлению спектро-структурных корреляций. Разработаны методы расчета обобщенных информационных индексов масс-спектров, которые, как показано на примере более 30 классов различных органических, кремнийорганических соединений, коррелируют со структурными и/или электронными характеристиками молекул, что позволяет использовать их для идентификации неизвестных соединений. При этом для однозначного отнесения анализируемого вещества к данному классу соединений, достаточно трех масс-спектральных индексов (ИНЭОС РАН).

Разработан метод анализа и создана лабораторная установка для идентификации сложных смесей жидких органических веществ на основе регистрации возбуждаемой лазером флуоресценции. Использован способ главных компонент как вариант многомерного статистического анализа спектров, являющегося базовым в подходе "распознавания образов". Метод и установка применены для идентификации бензинов отечественного производства - Б-70, А-76, АИ-92 и АИ-95 и Е-бензинов европейских производителей (СпбГУ).

Исследовано разложение йодированных карборанов в условиях сожжения в трубке в токе кислорода при 950° на кварце и разработана методика одновременного определения 4-х элементов – углерода, водорода, бора и йода в карборанах с высоким процентным содержанием йода методом экспресс-гравиметрии (ИНЭОС РАН).

Синтезированы и исследованы биологически активные диодгалогениды азотсодержащих органических катионов: диодхлориды триметилбензиламмония, триэтилбензиламмония, N-цетилпиридиния; диодбромиды тетраметиламмония, тетрабутиламмония, N-цетилпиридиния; трийодид бутироилхолиния. Исследовано влияние размера заместителя у четвертичного атома азота, а также природы координирующего иод галогенид-аниона на устойчивость соединений, их способность освобождать молекулярный иод. Разработана схема идентификации исследуемых соединений, основанная на зависимости хроматографической подвижности (метод ТСХ) и оптических характеристик ИК-, УФ-, ПМР-спектров от природы катиона и структуры аниона (Ростовский ГУ, кафедра АХ).

Разработан метод определения малых количеств цианосодержащих пиретроидных соединений, основанный на их разложении при щелочном гидролизе с образованием свободного цианида и фотометрировании окрашенного раствора, полученного при взаимодействии CN-иона с пиридинбарбитуровым реагентом (ИНЭОС РАН).

Разработана методика определения общей органической серы (ООС) в нефтепродуктах, включающая операции полного гидрогенолиза химических связей C-S в молекулах серусодержащих соединений, проводимого в автономном проточном полом кварцевом реакторе в атмосфере водорода при температурах 1300 - 1400 К, с улавливанием

образующегося сероводорода водным раствором щелочи и последующим его газохроматографическим определением с использованием динамической реакционной газовой экстракции и селективного пламенно-фотометрического детектирования. Нижняя граница определяемых содержаний ООС составляет приблизительно 0,01 % масс., воспроизводимость и погрешность результатов анализа не хуже 20 % отн. (**СпбГУ, лаборатория ГХ НИИ химии**).

Разработана и аттестована методика экспресс-анализа сульфолана (тетрагидротиофен-1,1-диоксид) и триэтиленгликоля (ТЭГ) в водных растворах в диапазоне массовых долей (0,01 - 20,00) %, при соотношении концентраций от 1:10 до 10:1, основанная на использовании метода инфракрасной Фурье-спектрометрии. Методика может применяться на нефтехимических и химических предприятиях, применяющих в технологическом процессе смесевой экстрагент "сульфолан-ТЭГ" (**ВНИИМ**).

Разработан метод определения кинетически устойчивых катионных комплексов Со(III) с использованием капиллярного электрофореза, в т.ч. с применением структурирующих добавок (ПАВ разной природы) и водорастворимых полимеров (полисахариды). Показано влияние размера алкильных заместителей при атоме кобальта на электрофоретическую подвижность комплексов – наблюдалось ее уменьшение с ростом массы лиганда. Разработан метод ГЖХ лабильных комплексов, содержащих связь Со-алкил, в виде алкилиодидов, образующихся при разложении комплексов иодом (**ИНЭОС РАН**).

Созданы новые фосфорорганические экстрагенты на основе утилизации продуктов производства отравляющих веществ, обеспечивающие количественное извлечение актинидов из отходов ядерной энергетики (**ИНЭОС РАН, ГЕОХИ РАН**).

Для количественного определения триодидов органических азотсодержащих катионов в виде ионного ассоциата триодид-иона с катионом красителя 1,3-диметил-2-(4-пиперидинофенил)азобензимидазолия фенилсульфата разработан чувствительный экстракционно-спектрофотометрический метод, $S_r - 0,01$ (**Ростовский ГУ, кафедра АХ**).

Природные и синтетические вещества, полимеры. Разработаны методы аналитического контроля производства лака "Интерцид" с биоцидными свойствами – фотометрическое определение действующего вещества полигексаметиленгуанидина в исходном продукте, лаке и покрытии, потенциометрическое определение содержания активного хлора в исходном хлорсульфированном полиэтилене (**ИНЭОС РАН**).

Разработаны методы количественного и качественного контроля поверхностной модификации гемосорбентов полидивинилбензольной природы, включая ИКС, элементный анализ и образование окрашенных комплексов иода и цинка с макромолекулами поверхностного модификатора (**ИНЭОС РАН**).

При изучении лигнинов установлена возможность использования метода косвенной оксидометрии для характеристики реакционных свойств ре-

доксполимеров в водно-спиртовых средах. В качестве критериев реакционной способности предложено использовать величины констант скоростей реакции фенолов с системой-медиатором и эффективных окислительных потенциалов. Разработаны экспериментальные приемы проведения оксредметрических измерений в смешанных растворителях. Изучена кинетика окисления модельных соединений структурного звена лигнина феррицианид-ионом в водно-спиртовой среде, предложен механизм реакции. Установлено, что растворитель оказывает существенное влияние на кинетику окисления и реакционную способность фенольных соединений за счет донорно-акцепторных взаимодействий и стерических факторов. С ростом концентрации органического компонента в смешанном водно-спиртовом растворителе реакционная способность модельных соединений и препаратов лигнина в реакциях окисления возрастает в ряду 2-пропанол < этанол < метанол (**Архангельский ГТУ**).

Разработан способ определения примесей (от 10^{-1} до 10^{-5} %) в метилметакрилате, основанный на сочетании данных масс-спектрометрии с фотоионизацией при атмосферном давлении с данными хромато-масс-спектрометрии с ионизацией электронным ударом (**МГУ, кафедра АХ**).

Разработана методика атомно-эмиссионного спектрального определения примесей металлов в кремнийорганических полимерных материалах, основанная на концентрировании примесей на угольном коллекторе после сжигания кремнийорганического материала и удаления основного элемента – кремния – в виде тетрафторида. Концентрат примесей на коллекторе возбуждают в плазме дуги переменного тока. Анализ проводят на спектрографах Pess-2, КСА-1 и ИСП-28. Разработанная методика позволяет проводить определение примесей K, Na, Li, Ba, Sr, Ca, Mg, Al, Fe, Ti, Mn, Cr, Cu, Zn, Pb в кремнийорганических полимерных материалах при содержании их 10^{-2} - 10^{-5} %. Погрешность измерения составляет ± 35 % при содержании примесей $5 \cdot 10^{-4}$ % при доверительной вероятности 0,95. Примеси хлорид-ионов в кремнийорганических полимерах определяли потенциометрическим титрованием водного экстракта раствором нитрата серебра с серебряным индикаторным электродом. Погрешность измерения составляет ± 15 % с доверительной вероятностью 0,95 при содержании хлорид-иона $5 \cdot 10^{-4}$ %.

Разработана методика экстракционно-атомно-эмиссионного определения примесей металлов в композиционных полимерных материалах, содержащих различные наполнители и добавки, устойчивые к действию высоких температур и минеральных кислот. Особенность методики состоит в том, что несгоревший остаток количественно переносят в специальный фторопластовый экстрактор и проводят экстракцию примесей деионизованной водой при встряхивании и нагревании при температуре 100°C в течение 12 ч. Взвесь центрифугируют, отфильтрованный фугат исследуют на содержание элементов-примесей атомно-эмиссионным методом анализа. Разработанная методи-

ка позволяет определять микропримеси металлов в наполненных полимерах с пределом обнаружения $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-6}$ %.

Разработан новый экологически чистый высокопроизводительный способ непрерывной очистки полидиметилсилоксанового каучука. Текущий контроль степени чистоты каучука в процессе его очистки проводили, измеряя величину его коэффициента светопропускания на спектрофотометре СФ-26 при длине волны 546 нм и толщине слоя 10 мм по сравнению с деионизованной водой. Установлено, что очищенный каучук, имеющий коэффициент светопропускания 99-100%, содержит не более $5 \cdot 10^{-5}$ % примесей натрия и калия, как наиболее распространенных.

Разработанные методики используются в НИИ электронных материалов при разработке новых защитных кремнийорганических полимерных композиций, а также для текущего контроля качества исходного сырья и готовой продукции в процессе её изготовления (**Северо-Осетинский ГУ им. К.Л. Хетагурова; НИИ электронных материалов**).

Подобраны условия определения с помощью ГЖХ на набивных колонках, ВЭЖХ и неводного титрования для бром-2,3,5,6-тетрафторбензола, 4-бромтетрафторфенилгидразина, декафторбензофенона, 4-амино-2,3,5,6-тетрафторпиридина, 4-гидрокси-2,3,5,6-тетрафторпиридина (**НИОХ СО РАН**).

Исследованы зависимости скорости и полноты гидролиза и поликонденсации олигоалкоксисилоксанов от состава катализирующих систем. В качестве катализирующих систем использованы олигомерные композиции, полученные совмещением тетрабутоксититана с поливиниловым спиртом и поливинилацетатом.

Разработана методика пофазного аналитического контроля титаноксидов. Методика включает выбор экстрагента олигомерных фракций, иодометрическое определение суммарного содержания алкокси-групп и газохроматографический анализ продуктов гидролитического расщепления и поликонденсации. В качестве экстрагента предложено использовать диэтиловый эфир. Газохроматографический анализ проводить в программированном режиме нагрева термостата колонок с одновременным использованием неподвижных фаз различной полярности.

Разработанные методики использованы при выборе оптимальных условий синтеза полимерно-композиционных материалов с заданными свойствами (**РХТУ, кафедра АХ**).

Для обеспечения контроля производства циклопентадиенил-трикарбонилмарганца (ЦТМ) разработан комплекс хроматографических методик:

- определение дициклопентадиена чистотой 95-97% масс. на содержание основного вещества и примесей,
- определение органических примесей в используемых в процессе синтеза ЦТМ растворителях до и после их регенерации,
- определение органических примесей в сточных водах, образующихся в производстве ЦТМ.

Выбраны оптимальные условия определения примеси воды методом кулонометрического титрования по Фишеру в ЦТМ, а также сырье для его производства (хлористый марганец, тетрагидрофуран, веретенное масло, керосин) (ГНИИХТЭОС).

Разработана методика отдельного определения полиоксиэтилированных нонилфенолов, различающихся числом оксиэтильных групп с селективными мембранными электродами, модифицированными молекулярными системами (Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ).

С применением высокочувствительного спектрометра комбинационного рассеяния КР Т64000, снабженного ССD детектором и микроскопом, что позволяет исследовать объекты с пространственным разрешением порядка нескольких микрон, закончено исследование различных природных скелетных алмазов из метаморфических пород (Кумдыкольское месторождение) и кимберлитового алмаза (Архангельская область). Исследованы также алмазы природные (Якутия и Австралия) и синтетические из Института физики высоких давлений РАН и Московской государственной геологоразведочной академии. Для геммологической диагностики изучены кристаллы, традиционно использующиеся как имитация алмаза: фабулит, фианит и муассонит. Спектры КР имитаций достаточно сложны и не похожи на спектр КР алмаза; это позволяет быстро, легко и неdestructивно отличать алмаз от имитаций. Однако различать природные и синтетические алмазы, а также выявить зависимости между ювелирным качеством алмаза не удалось. По-видимому, синтетические алмазы последнего поколения обладают достаточно совершенной структурой, сравнимой со структурой "нормального" ювелирного природного алмаза.

Установка, включающая спектрометр U-1000 с возбуждающими линиями 459, 488 и 514 нм, позволила регистрировать одновременно со спектром КР спектр люминесценции в области 400-800 нм. Спектры люминесценции у конкретных исследованных природных и синтетических алмазов оказались различными, что позволяет их отличать друг от друга. Можно ли это распространить на все природные и искусственные алмазы, покажут дальнейшие исследования.

Изучены ИК-спектры в средней (4000-400 см⁻¹) и ближней (14000-4300 см⁻¹) ИК-областях большого количества природных и модифицированных крахмалов с целью обнаружения аналитических признаков, позволяющих различать природные крахмалы между собой и отличать их от химически и радиационно модифицированных, и использовать это в работе таможенных лабораторий (ИНЭОС РАН).

Предложен новый метод исследования органических веществ, находящихся в виде тонкой (до 10 нм) пленки на поверхности воды. Метод основан на концентрировании органического вещества при переносе его с поверхности воды на поверхность зонда, с последующим определением общего содержания органического вещества твердоэлектролитным анализатором. Предложен прием многократного концентрирования (повторение этапов погружения и вытягивания зонда), позволяющий контро-

лировать очень низкие содержания органического вещества на границе раздела фаз вода-воздух (**ГЕОХИ РАН**).

Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты

Разработан амперометрический иммуносенсор для диагностики заболевания клещевого энцефалита, в котором используется взаимодействие вируса энцефалита со специфическими антителами и последних с протеином А, меченным коллоидным золотом. Антиген иммобилизуется на поверхности электрода. Сигналообразующей является электрохимическая реакция окисления золота. Разработанный иммуносенсор может быть положен в основу создания дешевого, портативного анализатора для диагностики вируса клещевого энцефалита.

Показана возможность прямого инверсионно-вольтамперометрического определения концентраций ионов меди, свинца и кадмия в крови с использованием толстопленочного модифицированного графитового электрода. Предложен способ прямого определения этих элементов с использованием миниатюрного датчика, разработанного на основе толстопленочного графитового модифицированного электрода. Подана международная заявка на изобретение “Электрохимический датчик” (дата приоритета 7 сентября 1999г), готовится международная заявка “Способ изготовления модифицированного электрода” (**Уральский ГЭУ**).

Проводятся работы по определению содержания остаточных количеств антибиотиков в биологических жидкостях человека. Отработаны методики пробоподготовки для анализа антибиотиков в крови пациентов с пульмонологическими заболеваниями (**Дальневосточный ГУ**).

Подготовлены опытные образцы тест-системы для экспрессного иммуноанализа уровня тестостерона в сыворотке крови; опубликованы методические указания по ее применению. На примере данной системы совместно с ИОНХ РАН осуществлена апробация портативного фотометра-рефлектометра для регистрации количественных результатов анализа. Методика удовлетворяет международным требованиям к системам экспрессного медицинского как по чувствительности (0,05-0,1 нг/мл для тестостерона), так и по экспрессности (10-20 мин) (**ИНБИ РАН, лаб. иммунобиохимии**).

Разработаны методики определения

- урана (0,0001 мг/л) в моче методом адсорбционной катодной вольтамперометрии;
- иода в волосах после их щелочного сожжения методом ИВ с РПЭ;
- хлорамфецикола и тетрациклина гидрохлорида в глазных каплях, таблетках и порошках (**Томский ПУ, лаб. микропримесей**);
- гентамицина в сыворотке крови ($Sr < 0,1$) ионометрически (**ГЕОХИ РАН**).

Разработана ионохроматографическая методика определения иодид-ионов с амперометрическим детектированием и ионохроматографическая методика определения серы, брома и фосфора с кондуктометрическим детек-

тированием в биологических пробах. Установлено, что использование кислых элюентов ($\text{pH} < 3$) позволяет в 10 раз повысить чувствительность ионохроматографического определения иодид-ионов с амперометрическим детектированием по сравнению с традиционно применяемыми элюентами с pH 4-7.

Разработана методика ионохроматографического определения вальпроевой кислоты в плазме крови человека, основанная на новой схеме хромато-мембранного экстракционно-реэкстракционного предконцентрирования.

Отработан текущий контроль с применением ВЭЖХ, ТСХ и неводного титрования для процесса получения кардиологического препарата «Аллапинин».

Составлены технические условия на новый адаптогенный препарат – оксиметилурацил (**ННОХ СО РАН**).

Проведено изучение влияния модифицированных растворителей (алифатических спиртов и дихлоралканов) на параметры хроматографического удерживания и разрешения синтетических жирорастворимых витаминов (ЖРВ).

Предложен способ выбора элюента: н-гексан - 1,2-дихлорэтан - н-бутанол (86,42: 13,42: 0,16 об. %) для определения синтетических ЖРВ: Е-ацетат, А-ацетат, К₃ и Д₂ в поливитаминных фармацевтических препаратах «Гексавит», «Ундевит», «Гендевит» методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Степень извлечения витаминов при однократной экстракции более 95%. Равновесие экстракции устанавливается за 8 мин. Продолжительность одного хроматографического определения не более 30 мин.

Разработана экспрессная методика определения витамина В₁ методом высокочастотного осадительного титрования, основанная на его взаимодействии с органическими осадителями (тетрафенилборатом натрия, пикриновой кислотой) (**РХТУ**).

Предложены условия проведения аналитического контроля на всех стадиях производства лекарственного препарата "Панаксел": разработана методика определения основного вещества по содержанию германия в субстанции – германийорганическом соединении 2-карбоксиэтилгермесесквиоксане (методика включена в технические условия на данный продукт); разработаны методики спектрофотометрического определения германия в биомассе женьшеня, выращенной с использованием германийорганического соединения, а также в лекарственном препарате "Панаксел", полученном на основе биомассы женьшеня, после предварительной минерализации анализируемого образца. Методики рекомендованы для включения в соответствующие фармакопейные статьи.

Для контроля качества биологически активной добавки "Витастом" разработаны методики определения цинка и германия.

Всего разработано 8 методик. (**ГНИИХТЭОС**).

Разработана принципиальная схема анализа растительных материалов на содержание рения в целях изучения особенностей его аккумуляирования в живых организмах. Данные о распределении рения в растениях могут быть

использованы в качестве биогеохимического индикатора при поиске месторождений, а также для решения вопросов биотехнологии (**ГЕОХИ РАН**).

Исследуется состав и свойства алкалоидов, извлекаемых из дикоросов Дальнего Востока. Исследовано содержание кверцетина и рутина в фармакопейных препаратах. Показано, что многие приморские дикорастущие растения богаты алкалоидами, являющимися биологически активными соединениями (**Дальневосточный ГУ**).

Предложены чувствительные методики определения азотсодержащих гетероциклических алкалоидов в готовых лекарственных формах (растворах для инъекций, порошках, таблетках), основанные на фотометрировании бутанольных экстрактов их ионных ассоциатов с азокрасителем –сульфоназо.

С целью выявления условий полного выделения фармакологически активных компонентов проведен химический анализ лекарственного растительного сырья трав (чебреца, зверобоя, крапивы, пустырника, чистотела, душицы и др.), произрастающих на территории Республики Дагестан, и фитопрепаратов из них (настоев; настоек 96%. 40% и отваров). Установлено, что 96% настойки и настои богаче содержанием эфирных масел и флаваноидов. Показано, что лекарственное растительное сырье, произрастающее в горных районах, богаче по минеральному составу, а содержание эфирных масел и флаваноидов выше в среднем в 2,5 раза по сравнению с данными научно-технической документации (**Дагестанский ГУ, кафедра АХ**).

Методами АЭС, ААС и ПФ проведен анализ зольных остатков ряда объектов биосферы Горного Алтая (растения, рыбы, лягушки, полевые мыши) и определен диапазон содержания неорганических токсикантов в зависимости от принадлежности пробы к определенной части организма, его вида, ареала распространения (**Томский ГУ**).

Пищевые продукты и корма

Твердотельные химические сенсоры на основе халькогенидных стекол, ПВХ мембраны с высокой перекрестной чувствительностью и другие сенсоры применены в “электронных языках” - мультисенсорных системах для количественного многокомпонентного анализа жидкостей и для распознавания (идентификации, классификации) сложных жидких сред, в частности пищевых продуктов.

Установлена возможность классификации с помощью “электронного языка” репчатого лука и лука-шаллота в зависимости от сорта, места и условий его произрастания.

Установлена возможность идентификации мастита у коров с помощью “электронного языка” по интегральному составу коровьего молока. Показана возможность распознавания мастита в образцах молока, полученного в ходе автоматического машинного доения, что позволяет рассчитывать на применение “электронного языка” в системах контроля качества молочной продукции (**СпбГУ, кафедра радиохимии**).

Разработана схема вольтамперометрического анализа аскорбиновой кислоты с использованием стеклоуглеродного электрода. Исследовано влияние фонового электролита и сопутствующих органических ионов (оксалат-, цитрат- и др.) на точностные характеристики определения аскорбиновой кислоты. Изучены особенности ее определения в пищевых продуктах (**Кубанский ГУ**)

Исследованы особенности электрохимического поведения Pb(II) и Cd(II) в водных и водно-спиртовых средах на углеситалловом электроде, поверхность которого модифицирована ртутью (режим *in situ*). Выбраны оптимальные условия измерения и определены микроколичества указанных ионов в крепких алкогольных напитках ($s_r \leq 0.1$) (**МГУ, кафедра АХ**).

Разработан метод определения летучих карбонильных соединений (в том числе фурфурола и его производных) в спиртных напитках. Метод отработан на промышленных образцах и находит широкое применение при проведении арбитражных испытаний (**Дальневосточный ГУ**).

Исследованы особенности электрохимического поведения Pb(II) и Cd(II) в водных и водно-спиртовых средах на углеситалловом электроде, поверхность которого модифицирована ртутью (режим *in situ*). Выбраны условия измерения и определены микроколичества указанных ионов в крепких алкогольных напитках ($s_r \leq 0.1$) (**МГУ, кафедра АХ**).

Проведен анализ ряда продуктов питания и лекарственных трав на содержание в них токсичных металлов: свинца, кадмия, меди и цинка. Определение токсичных элементов проводили полярографическим методом в режиме переменного тока на полярографе ПУ-1 с ртутным капающим электродом. Пробоподготовку проводили методом сухой минерализации с последующей обработкой озоленной пробы азотной кислотой в соответствии с ГОСТ 26929-86 до образования золы почти белого цвета. Определение свинца и кадмия проводили совместно из одной пробы, а меди и цинка – из другой (**Северо-Осетинский ГУ им. К.Л.Хетагурова, *Северо-Осетинский центр стандартизации, метрологии и сертификации**).

Разработан метод разделения мышьяка и сурьмы в виде гидридов с последующим определением их фотогенерированным йодом и фотометрическим методом применительно к пищевым продуктам (**Чувашский ГУ, кафедра АХ**).

Разработаны и аттестованы методики определения иода в питьевых водах, безалкогольных напитках, пищевой соли методом ИВ без пробоподготовки и в хлебе после пробоподготовки путем щелочного озоления проб (**Томский ПУ, лаборатория микропримесей**).

Разработана модифицированная методика фотометрического определения алюминия с хромазолом КС в присутствии желатины, которая позволяет контролировать его содержание в виноматериалах и других жидких пищевых продуктах, имеющих контакт с алюминием. Чувствительность метода $1,5 \cdot 10^{-2}$ мг/л.

Разработаны экспресс тест-методы для аналитического контроля Pb(II), Cu(II), Zn(II) и Co(II) в пищевых продуктах и других объектах окружающей среды, на которые получены патенты (**Дагестанский ГУ, кафедра АХ**).

Разработана методика ионометрического определения свинца в биологических и пищевых продуктах с пределом обнаружения 0,06 мкг/мл (**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ**).

Найдены условия минерализации воды и пищевых продуктов: сухое озоление для овощных культур и молока и мокрая минерализация: овощные культуры, водопроводная вода, поваренная соль, сливочное масло. Разработаны и апробированы методики определения железа (III) в воде и пищевых продуктах с помощью тест-реагента железо (III)-бензогидроксамовая кислота. Проведена метрологическая оценка тест-метода определения железа (III) (**Уральский ГУ**).

С целью стимулирования выпуска экологически безопасной пищевой продукции выполнена добровольная сертификация изделий 32 предприятий Уральского региона по критерию "Содержание экологически вредных примесей в определенное число раз стабильно меньше допускаемого Санитарными правилами и нормами", с выдачей Экологических сертификатов. В числе указанных предприятий – производители мясной, молочной продукции, яиц, хлебо-булочных изделий, печенья, круп, вин и ликеро-водочной продукции, минеральных вод. Отзывы предприятий, чья продукция удостоена Экологических сертификатов, свидетельствует о социальной и экономической полезности добровольной сертификации (**УЦ ДСКТиУ**).

Разработан новый метод микробиологического определения интегральной токсичности продуктов питания, кормов, технологических отходов, грунтов и других веществ, потенциально содержащих водорастворимые токсины. Благодаря этому методу установлены причины массовой гибели животных и птицы на животноводческих комплексах в результате пищевых отравлений. Установлены факты высокой токсичности кормов, поступивших из-за рубежа по программе гуманитарной помощи, что позволило своевременно предпринять меры, предотвратившие массовый падеж животных. Разработаны рекомендации по снижению экологической опасности больших объемов технологических отходов электрохимических, химических, металлургических и других производств Нижегородского промузла. Разработанный метод в феврале 2000г. аттестован Нижегородским отделением Госстандарта с присвоением ему номера государственной регистрации 254/700 (**НИИХимии Нижегородского ГУ**).

Объекты окружающей среды

На установке, созданной в лаборатории аналитической экотоксикологии ИПЭЭ РАН для субкритической экстракции водой и работающей при равновесном давлении (температура 250°С, давление 50 атм), проведены исследования по эффективности экстракции диоксиноподобных веществ в различных матрицах. Достигнута высокая степень извлечения (до

75-85%) из твердых матриц (глин, углей и саж), для которых извлечение супертоксикантов ранее представляло трудную, порой неразрешимую задачу.

В условиях субкритической экстракции водой показана возможность восстановительного дехлорирования хлорсодержащих органических веществ (катализатор - железо). Изучено дехлорирование октахлордibenзо-*p*-диоксида и других стойких органических загрязнений - хлорированных дибензофуранов, бифенилов, хлорфенолов, пестицидов. В результате дехлорирования эти опасные соединения становятся нетоксичными.

В лаборатории гибридных методов контроля природной среды **НИЦ ЭБ РАН** разработан комплекс аналитических исследований в области эколого-криминалистической экспертизы: с помощью экспрессных хроматографических, спектральных (карманный флуориметр на базе УФ-светодиода) и тест-методик (биоиндикация) измеряют содержание загрязняющих веществ (ХПК (озонолюминесцентный метод), тяжелых металлов, СПАВ, хлорорганических соединений и нефтепродуктов) в поверхностных водах морей, рек и озер.

Разработан и внедрен в практическую экоаналитику сверхчувствительный детектор для ВЭЖХ (воздух) на основе комбинации фотоакустического и люминесцентного детекторов с коммерческими лазерами (его чувствительность на 3-4 порядка выше чувствительности традиционных детекторов) (**ВУРХБЗ**).

Воздух. Разработана методология аттестации методик количественного химического анализа объектов окружающей среды; сформулированы принципы определения надежности идентификации загрязнений в выбросах промышленных предприятий методом ГХ/МС (**ВНИИМ**).

Методом ГХ/МС определены содержания полихлорированных дibenзо-*p*-диоксинов (ПХДД) и дибензофуранов (ПХДФ) в газовых выбросах Байкальского целлюлозно-бумажного комбината (**ИПЭЭ РАН**). Проведено исследование по идентификации ароматических углеводородов методом ГХ/МС в атмосферном воздухе, загрязненном выбросами крупного нефтеперерабатывающего завода. С помощью методики, позволяющей определять алкилбензолы в концентрациях в 10 раз ниже ПДК (погрешность $\pm 20\%$), было доказано, что приоритетными загрязнениями выбросов являются не бензол или толуол, а триметилбензолы (**Нижегородский областной центр госсанэпиднадзора**).

Многолетние исследования состава загрязнений атмосферного воздуха городов (основной источник загрязнения - автотранспорт) методом ГХ/МС позволили составить перечень приоритетных загрязнений промышленных городов России (около 30 летучих органических соединений и неорганических газов), который может служить своеобразным эталоном при разработке экологических методик контроля за содержанием загрязненных веществ в городском воздухе (**НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды РАН**).

Применение термокаталитического и электрохимического сенсоров позволило разработать методику для селективного контроля содержаний гидразина в воздухе производственных помещений в режиме мониторинга с использованием поверочных газовых смесей целевого компонента, полученных диффузией гидразина в потоке газа-разбавителя (**СНИЦ РАН**). Предложен универсальный способ разложения фильтров на стадии пробоподготовки при атомно-эмиссионном анализе выбросов промышленных предприятий и атмосферных аэрозолей на содержание металлов: 10^{-4} - 10^{-6} мг м³ при $S_r = 0,25$ (**Томский ГУ**).

Аналитическим центром Пермской области запатентована система технолого-экологического мониторинга газовых выбросов промышленных предприятий, состоящая из персонального компьютера с комплектом периферийного оборудования и специализированного программного обеспечения, подключенного к штатной системе КИП и АСУ.

Разработана методика определения люизита в воздухе с использованием сорбции мышьяксодержащих соединений солянокислым раствором триэтаноламина с последующим превращением их в гибриды мышьяка и анализом арсина с помощью ААС. Методика дает возможность определения люизита в воздухе с пределом обнаружения $5 \cdot 10^{-5}$ мг/м³ и относительным отклонением, не превышающим 0,1 (**НИИ химии Нижегородского ГУ**).

Разработана и аттестована методика определения компонентов природного газа масс-спектрометрическим методом, предназначенная для выполнения измерения объемной концентрации компонентов сухого и сжиженного природного газа: углеводородов (метана, этана, пропана, бутанов, пентанов и гексанов), диоксида углерода, азота и кислорода в диапазонах объемных долей от 0,01 до 100 %.

Методика может применяться на предприятиях нефтехимической, топливно-энергетической и других отраслях промышленности для контроля технологических процессов, определения удельной теплоты сгорания природного газа, входного контроля качества сырья для полимеризации или алкилирования (**ВНИИМ**).

В связи с введением федерального закона "О газосбережении в Российской Федерации" проведена доработка и государственная метрологическая аттестация комплекта методик для внедрения на газоперерабатывающем заводе ООО "Оренбурггазпром" (ОАО "Газпром"):

методики выполнения измерений состава насыщенного и регенерированного амина; массовой концентрации солей в сконденсированном паре, котловой (продувочной) воде на мегаомметре; содержания моноэтиленгликоля (МЭГ) в водных растворах; состава кислого газа на хроматографе; массовой доли моноэтиленгликоля, метилдиэтанолamina и диэтанолamina в растворах аминов на хроматографе; массовой концентрации моноэтиленгликоля и аминов в газе; состава щелочи на потенциографе; массовой концентрации диоксида серы в воздухе рабочей зоны; объемной доли сероводорода и диоксида серы в промышленных выбросах при совместном присутствии; массовой концен-

трации метанола в воздухе рабочей зоны (с хромотроповой кислотой) (**ВНИИМ**).

Природные, технологические и питьевые воды. Разработана серия экспрессных и избирательных тест-методов для определения металлов и некоторых органических соединений в природных, сточных и питьевых водах. Многоэлементный тест-анализ с органическими реагентами на волокнистых наполненных ионнообменных материалах позволил определять в водах хром(У1), никель и медь (**ГЕОХИ РАН**). Определение мышьяка в питьевой воде на уровне 0,01 мг л основано на восстановлении его до арсина с последующим образованием окрашенных пятен на бумаге, пропитанной галогенидами ртути (**Нижегородский ГУ**).

Ксерогели, модифицированные аналитическими реагентами, и пенополиуретаны (ППУ) применяли для определения нитрат- и нитрит-ионов в пробах минеральной, колодезной и речной воды, в почве, пищевых продуктах, кормах и др. ППУ-сорбенты позволяют концентрировать целевые компоненты и проводить быстрый скрининг воды на суммарное содержание ПАУ (люминесценция) и определять индивидуальные ПАУ (**ВЭЖХ**). Предварительное концентрирование металлов (Hg, Pb, Fe и Co) на ППУ позволяет при рентгенофлуоресцентном анализе снизить C_n на 2-3 порядка и определять следы металлов в водах и снеговом покрове вблизи автодорог (**МГУ, кафедра АХ**). Наборы индикаторных порошков и индикаторных трубок использовали в тест-методиках для определения ионов металлов, анионов и некоторых органических соединений в питьевых и природных водах, в биосредах и пищевых продуктах (**МГУ, кафедра АХ**). Тест-методика определения несимметричного диметилгидразина (НДМГ) в поверхностных водах и грунтах, необходимая для экспрессного полевого контроля за содержанием этого опасного вещества, разработана в **ИОНХ РАН и ГНИ Министерства обороны РФ**.

Тест-методики для определения неорганических газов разработаны в **Ростовском ГУ**, для пестицидов - в **Саратовском ГУ**, использованию этих методов в анализе загрязнений окружающей среды посвящены исследования в **Уральском ГУ и Казанском ГУ** (иммунохимический анализ качества пищевых продуктов). Изучены условия проведения иммуноферментного анализа воды, загрязненной пестицидами (**ИНБИ РАН**).

Предложен метод биоиндикации, позволяющий исследовать пробы природной воды на наличие веществ-загрязнителей (тяжелые металлы, СПАВ, хлорорганические соединения и нефтепродукты), основанный на экспозиции черенков высших растений в пробах контролируемой воды с последующей экстракцией пигментов листа и сопоставления их фингер-принтов, полученных методом **ВЭЖХ (НИЦ ЭБ РАН)**.

Одним из наиболее важных экологических анализов, выполняемых с помощью тест-методов, является определение нефтепродуктов в морской и речной воде (**НИЦ ЭБ РАН и Нижегородский ГУ**). Тест-метод контроля загрязнения природных вод нефтепродуктами основан на флуоресцентном измерении нефтяных углеводородов, сорбированных на

таблетке-мишени из пористого фторопласта после ее контакта с водой (**НИЦ ЭБ РАН**).

Применение традиционных электрохимических методов (потенциометрия, вольтамперометрия, кулонометрия) постоянно расширяет перечень тяжелых металлов, определяемых в природных, питьевых и сточных водах промышленных предприятий и коммунального хозяйства городов.

Предложена простая экспрессная методика потенциометрического определения двух- и трехвалентного железа в питьевых и подземных водах (**Томский ГУ**), вольтамперометрическая методика определения цинка в питьевых и природных водах (**ИНХ СО РАН**) и Co(II) , Mn(II) и Mn(VII) в технологических растворах и сточных водах цинкового производства, а также методика полярографического определения тяжелых металлов в пищевых продуктах и лекарственных сборах (**Северо-Осетинский ГУ**).

Методом синусоидальной вольтамперометрии в питьевых водах определены двухвалентные ионы марганца, цинка, свинца и меди (**МГУ, кафедра АХ**). Разработаны аналитические методики для определения химических форм нахождения элементов в различных объектах окружающей среды (**Томский ГУ, ГЕОХИ РАН**), сорбционно-цветометрического определения меди, ртути и молибдена в морской и питьевой воде ($0,0003 \text{ мг л}$) и автоматический метод на основе спектрофотометрии для контроля содержания соединений хрома в стоках предприятий цветной металлургии (**Северо-Кавказский ГТУ**).

Для этих же целей продолжают использовать и спектральные методы - атомную абсорбцию (ААС) и эмиссионный спектральный анализ. Оригинальная методика на основе ААС для определения чрезвычайно токсичных кадмия и свинца в экологических и биологических объектах разработана в **РНЦ «Прикладная химия»**. Разработаны методики выявления химических форм нахождения мышьяка в природных и грунтовых водах и донных осадках экосистемы техногенного озера горнообогатительного комбината (**ИНХ СО РАН**), а также ванадия, марганца и хрома в различных водах ($C_p=10^{-4} - 10^{-50}\%$) после их концентрирования на полимерном хелатном сорбенте (**ИГЕМ РАН**).

Разработана эффективная и высокочувствительная (10^{-4} мг/л) проточная сорбционно-атомно-эмиссионная (ИСП) методика одновременного определения тяжелых металлов (Cd , Co , Cu , Cr , Fe , Mn , Ni , Pb , V и Zn) в морской воде, которую применяли в полевых океанологических исследованиях в Баренцовом и Норвежском морях (**ГЕОХИ РАН**). Использование методов МС/ИСП и АЭС/ИСП позволило в одной пробе воды или почвы определить до 70 элементов, что дало возможность провести детальные исследования по содержанию тяжелых металлов в питьевых и водопроводных водах в большинстве городов и регионов России (**ИПТМ РАН**).

Метод проточно-инжекционного анализа (ПИА) применен для обнаружения загрязнений в открытых водоемах с использованием фотометрического и ионометрического детектирования (**СПб ГУ**) и иодидов в

водных растворах с детектированием на основе йодидселективного электрода (**Нижегородский ГУ**).

В институтах **Минздрава РФ** разработана серия аналитических методик на основе ВЭЖХ и газовой хроматографии для определения токсичных веществ в биосредах (ацетона, ароматических углеводородов и ароматических аминосоединений, фенола, формальдегида и низших алифатических спиртов), а также ионов фтора и содержаний тяжелых металлов - в моче, крови, желчи и женском молоке - с использованием ионселективных электродов и ААС (**Пермский научно-исследовательский клинический институт детской экотоксикологии**).

ВЭЖХ использовалась для разработки оригинальных методик контроля содержаний фенола, алкил-, нитро- и хлорофенолов в воде и других объектах природной среды обитания после концентрирования целевых компонентов на угле (**ИПЭЭ РАН**), для обнаружения высокотоксичного 1,1-диметилгидразина в природных водах после получения его производных по реакции с п-нитробензальдегидом (**МГУ, кафедра АХ**), определения производных нафталина в стоках промышленных предприятий (**НИОХ СО РАН**).

Разработана основанная на хроматомембранном газо-экстракционном выделении газохроматографическая методика определения метил- и этилацетата, позволяющая проводить их определение на уровне предельно допустимых концентраций в питьевой и природных водах (от 50 мкг/л до 50 мг/л включительно). Разработана методика хемилюминесцентного определения активного, связанного и общего хлора в воде (**СПб ГУ, кафедра АХ**).

Созданы оригинальные сверхчувствительные детекторы для ВЭЖХ - фотоакустический и люминесцентный - на основе коммерческого лазера, позволяющие проводить дистанционное определение загрязняющих веществ в различных средах. Чувствительность этих детекторов на 3-4 порядка выше чувствительности всех традиционных детекторов для ВЭЖХ. Сверхчувствительный ФАЛД с лазером на волновом пробое позволил провести ряд физических экспериментов в недоступной ранее области параметров (**ВУРХБЗ**).

Разработана методология хроматографического анализа (ГХ/МС, ГХ/ИК-Фурье, ВЭЖХ МС и др.) при выполнении экологических и санитарно-химических экспертиз, разработаны стандартные методики определения супертоксикантов (ПАУ, ПХБ, пестициды и др.) в объектах окружающей среды и способы надежной идентификации токсичных компонентов в смесях неизвестного состава (**НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека Минздрава РФ, Санкт-Петербург и НИИ гигиены, токсикологии и профпатологии Минздрава РФ, Волгоград**).

Разработана аналитическая схема фракционирования и анализа компонентов сточных и оборотных вод предприятий лесотехнического комплекса на примере АО «Архангельский ЦБК» с использованием газовой хроматографии для определения состава летучих фенолов и методика экспрессного определения ХПК (**Архангельский ГТУ**). Продолжен мониторинг загрязнений Азовского и Черного морей (оценка содержа-

ний нефтепродуктов и ПАУ в воде, донных отложениях и промысловой ихтифауне). Предложены новые схемы определения 16 приоритетных ПАУ в воде, донных осадках и гидробионтах (**АзНИИРХ, Ростовский ГУ, кафедра АХ**). Разработаны новые методики исследования органических веществ, находящихся в виде тонких (до 10 нм) пленок на поверхности воды, что может быть актуально при определении нефтепродуктов в случае нефтяных разливах в морях и больших водоемах с пресной водой (**ГЕОХИ РАН**).

Методом капиллярной газовой хроматографии исследовано содержание нефтяных углеводородов в сточных водах г. Владивостока в зависимости от сезонных изменений микрофлоры (**Дальневосточный ГУ, кафедра АХ**), разработаны новые способы определения фенолов в промышленных стоках (**Воронежская ГТА**) и важная для экологии методика газохроматографического определения общей органической среды в нефтепродуктах (**СПБ ГУ, лаб. ГХ НИИ химии**).

Разработаны методические рекомендации по идентификации нефтепродуктов в объектах окружающей среды (**ГЕОХИ РАН**), в том числе - с помощью наиболее надежных и информативных - ГХ и ГХ/МС (**ИПЭЭ РАН**) и методом ИК-спектрометрии (суммарное содержание нефтепродуктов в питьевых, природных и сточных водах); разработана и аттестована методика измерения массовой концентрации жиров в природных и очищенных сточных водах (**НИОХ СО РАН совместно с ПЭП «Сибэко-прибор»**).

Продолжены исследования по оценке степени диоксинового загрязнения регионов России. Впервые эти исследования проведены в Курской, Псковской и Владимирской областях, в Татарстане, Хакасии и на территории г. Красноярска (**ИПЭЭ РАН**). Экологические проблемы, связанные с загрязнением воды и почвы диоксинами в Башкортостане, решаются в Башкирском республиканском НИЦ МЧС и экологической безопасности.

Методом ГХ/МС проведено детальное обследование поверхностных вод и донных осадков основных экологических объектов Новосибирской обл. (пестициды, фенолы, ПАУ, ПХБ), а также поверхностных вод и донных отложений оз. Байкал, разработаны способы идентификации компонентов бензинов и топлив методом ГХ и ГХ/МС (**НИОХ СО РАН**).

Капиллярный электрофорез, по эффективности разделения не уступающий лучшим вариантам ВЭЖХ, был использован для определения компонентов сложных смесей и органических анионов в питьевых, природных и сточных водах. Создана система метрологического обеспечения в анализе вод (**ГУП и «Центр исследования и контроля воды»**) и стандартные образцы (ГСО) для обеспечения контроля качества вод (**ГУП «Центр исследования и контроля воды» и УНИИМ**).

Спектроскопия ЯМР²H - новый метод изотопного анализа - позволил получить уникальную информацию о загрязнении водных объектов (**Российский университет дружбы народов, Иркутский ГУ**). Показана

возможность использования ПАН-волокна для очистки волжской воды от фенольных загрязнений в районе г. Саратова (**Саратовский ГУ, кафедра АХ**).

По заданию Правительственной комиссии по расследованию причин катастрофы проведен качественный и количественный анализ проб воды и воздуха, отобранных водолазами из 3 и 4 отсеков затонувшей плавбазы “Курск” Использовались следующие методы: высоко-эффективная жидкостная хроматография, газовая хромато-масс-спектрометрия, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, абсорбционная спектрофотометрия в УФ-области, атомно-абсорбционный метод “холодного пара”, ИК-Фурье-спектрометрия, флуориметрический метод, рефрактометрический метод, потенциометрический, кондуктометрический и ионометрический методы, электрохимический метод, титрометрический метод, метод Винклера, метод капиллярного электрофореза и метод прямого измерения плотности (**ВНИИМ**).

Твердые объекты, почва, донные отложения и др. Экспрессное определение подвижных форм тяжелых металлов в агроэкологических исследованиях было выполнено методом инверсионной вольтамперометрии (**ЦИНАО**). Разработан ряд методик определения тяжелых металлов в почвах, растениях и организмах животных (**Омский ГУ**) и химических форм элементов в различных объектах окружающей среды (**Томский ГУ, ГЕОХИ РАН**). Возможность экспрессного определения фенолов в почве реализована в методике на основе амперометрии после бромирования фенолов (**Чувашский ГУ**).

Выполнены работы по исследованию форм тяжелых металлов методом ААС в донных отложениях водохранилищ Ангарского каскада и кернов осадков оз. Байкал. Изучен механизм извлечения тяжелых металлов из почв различными экстрагентами (**ИГХ СО РАН**). Для аналогичной цели применяли комплекс аналитических методов (элементный и термический анализ, ИК- и ЯМР- спектроскопию, что позволило оценить содержания различных химических элементов в почвах и соотношение между различными формами нахождения этих элементов (**НИОХ СО РАН**). Методика на основе химического анализа, эмиссионной спектроскопии и МС/ИСП применялась для определения элементного состава проб (по 45 элементам) при исследовании снега, почвы, колодезной воды в Челябинской обл. (**ИХТ УрО РАН**).

Разработана методика рентгенофлуоресцентного определения металлов в почвенных вытяжках и ААС-определения свинца, марганца и цинка в молочных зубах после УЗ-разложения. Результаты измерений использованы при оценке экологического состояния Академгородка в г. Иркутске. Обобщены результаты трехлетнего мониторинга (по аналитической ААС-методике) содержания Hg, Pb, Zn и Cu в лечебных грязях курортов и санаториев Прибайкалья (**Иркутский ГУ**).

Комбинированная методика на основе МС/ИСП использовалась для определения урана и тория в донных отложениях пресноводных озер. Аналогичная методика использовалась для прямого определения 34 эле-

ментов в донных осадках, почвах, растениях и волосах (ИНХ СО РАН). Проведен радиохимический анализ образцов почв, отобранных на территории Красноярского края, республики Хакассия и сопредельных регионов. Оказалось, что характерной особенностью радиоактивного загрязнения в долине Енисея является присутствие изотопов плутония (Красноярский ГУ). Разработан способ определения следов органических соединений средней летучести в почве, основанный на СФЭ без использования органического растворителя и ГХ/МС-анализе экстракта (МГУ, кафедра АХ). Предложена методика газохроматографического определения углеводородов С₁-С₄ в снеговых покровах (предел обнаружения 1 ppm) и методика прямого атомно-эмиссионного анализа почв на содержание микроэлементов (Томский ГУ, кафедра АХ).

Изучена вертикальная миграция диоксинов на глубину почвенного слоя. Оказалось, что диоксины могут концентрироваться (90%) не только на глубине до 20 см почвенного слоя, но и проникать в нее на глубину 3-4 м. Проведена оценка уровня загрязненности почв диоксинами во многих регионах России (ИПЭЭ РАН).

Как и в прошлые годы (см. Отчет за 1998-1999 г.г.), уровень и качество экоаналитических исследований в большинстве университетов России значительно ниже, чем в институтах РАН и, особенно, в отраслевых институтах, проводящих исследования в области экологического анализа.

За редким исключением (СПб ГУ, Нижегородский ГУ), в университетах (точно так же, как и в институтах РАН) слабо развиты методы анализа загрязнений окружающей среды, основанные на хроматографических методах (ГХ, ВЭЖХ, ТСХ, ИХ и др.), без которых немыслимы серьезные исследования в области экологического анализа, особенно для органических соединений и органических и неорганических газов

Многие из присланных в Совет РАН по аналитической химии методик и материал по анализу объектов окружающей среды, содержащийся в тезисах докладов на Всероссийской конференции «Экоаналитика-2000», содержат, в основном, способы определения отдельных индивидуальных химических соединений, в то время как современная идеология анализа загрязняющих веществ в различных средах предполагает одновременную идентификацию и определение одновременно всех приоритетных загрязнителей пробы (обычно 30-50 соединений).

Чаще всего представляемые университетами методики повторяют (в принципе) аналогичные методики, разработанные ранее (см. отчеты за 1998-1999 г.г.). Особенно это относится к методикам по определению тяжелых металлов в водах методом вольтамперометрии и атомно-абсорбционной спектроскопии. Такого рода методики (и многие другие) уже давно и хорошо известны и утверждены Госстандартом специально для экологического анализа (и опубликованы в 1995-1998 г.г.).

Но можно с удовлетворением отметить и ряд положительных тенденций в этой области. Разрабатывается множество тест-методик для определения индивидуальных веществ и для сканирования загрязнителей в достаточно сложных экологических пробах. С другой стороны, продолжа-

ет развиваться уже проявившаяся 2-3 года назад тенденция к использованию наиболее совершенных и информативных методов - ГХ/МС и ГХ/ИК-Фурье, особенно в арбитражных случаях, при экспертной оценке уровня загрязнения различных объектов, в экстремальных ситуациях и для анализа смесей неизвестного состава.

К работам мирового уровня можно отнести разработки в лаборатории аналитической экотоксикологии ИПЭЭ РАН, особенно последняя из них – создание установки для экстракции токсикантов суперкритической водой, что позволяет добиться степени извлечения многих из них из разного рода почв до 85%, что ранее для диоксинов, ПАУ и пестицидов было невозможным. На этой же установке одновременно (в присутствии катализатора - железных опилок) происходит дехлорирование токсикантов, приводящее к детоксикации, например, диоксинов, что очень важно для технологии анализа и безопасности персонала.

К работам мирового уровня можно отнести также и исследования по созданию сверхчувствительных фотоакустического и люминесцентного детекторов с использованием коммерческих лазеров, которые применяются как в ВЭЖХ (чувствительность этих детекторов на 3-4 порядка выше чувствительности традиционных детекторов для ВЭЖХ), так и для дистанционного анализа в экстремальных случаях (ВУРБХЗ).

Организации, представившие материал в отчет совета

1. АзНИИРХ – Азовский НИИ рыбного хозяйства
2. Архангельский ГТУ – Архангельский государственный технологический университет
3. Воронежская ГТА – Воронежская государственная технологическая академия
4. ВНИИМ им. Д.И. Менделеева – Всероссийский НИИ метрологии, г. Санкт-Петербург
5. Воронежский ГУ
6. ВУРХБЗ – Военный университет радиационной, химической и биологической защиты
7. ГЕОХИ РАН – Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского
8. ГИРЕДМЕТ – Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности
9. ГНИИХТЭОС – Государственный НИИ химии и технологии элементо-органических соединений
10. ГНЦ РФ НИФХИ им. Л.Я. Карпова – Государственный научный центр РФ научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова
11. ГНЦ РФ ОАО «УИМ» - Государственный научный центр РФ ОАО «Уральский институт металлов»
12. ГОХРАН России
13. ГУП «Центр исследования и контроля воды», г. Санкт-Петербург
14. Дагестанский ГУ – Дагестанский государственный университет
15. Дальневосточный ГУ, КАХ – Дальневосточный государственный университет, кафедра аналитической химии
16. ИанП РАН – Институт аналитического приборостроения, г. Санкт-Петербург
17. ИНБИ РАН, лаборатория иммунобиохимии – Институт биохимии им.А.Н. Баха
18. ИВТЭ РАН – Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, г. Екатеринбург
19. ИГЕМ РАН- Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН
20. ИГХ СО РАН – Институт геохимии им. А.П. Виноградова, г. Иркутск
21. ИЗК СО РАН – Институт земной коры СО РАН, г. Иркутск
22. ИК СО РАН – Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
23. ИМК НАН Украины-Институт монокристаллов НАН Украины, г. Харьков
24. ИНХ СО РАН- Институт неорганической химии СО РАН, г. Новосибирск

25. ИНХС РАН, лаборатории хроматографии и синтеза селективно-проницаемых полимеров – Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН
26. ИНЭОС РАН – Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова
27. ИОНХ РАН – Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН:
28. ИПМ УрО РАН – Институт прикладной механики УрО РАН
29. ИППФиБ НАН Украины
30. ИПТМ РАН – Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, п.Черноголовка
31. Иркутский ГУ – Иркутский государственный университет
32. ИФМ РАН – Институт физики микроструктур, г. Нижний новгород
33. ИФТТ РАН – Институт физики твердого тела РАН, п. Черноголовка
34. ИХВВ РАН – Институт химии высокочистых веществ им. РАН
35. ИХТ УрО РАН – Институт химии твердого тела, г. Екатеринбург
36. ИХТРЭМС КНЦ РАН – Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья. Г. Апатиты
37. ИХТТ УрО РАН, лаборатория ФХМА – Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург
38. ИЯИ РАН – Институт ядерных исследований РАН, г. Москва
39. Казанский ГУ – Казанский государственный университет кафедра аналитической химии (АХ)
40. Кирово-Чепецкий ХК – Кирово-Чепецкий химический комбинат
41. Красноярский ГУ – Красноярский государственный университет
42. Кубанский ГТУ – Кубанский государственный технологический университет, г. Краснодар
43. МГА ТХТ – Московская государственная академия тонкой химической технологии
44. МГУ – Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова (кафедра аналитической химии (АХ), химической энзимологии (ХЭ), радиохимии)
45. МГТУ
46. МИРЭА
47. Московский ПУ- Московский педагогический университет
48. Нижегородский ГУ - Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
49. Нижегородский областной центр госсанэпиднадзора
50. НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека, пос. Кузьмовский
51. НИИ гигиены, токсикологии и профпатологии Минздрава РФ, г. Волгоград
52. НИИ кардиологии ТНЦ СО РАМН – Нии кардиологии Томского НЦ
53. НИИ ПФ ИГУ – НИИ прикладной физики Иркутского ГУ
54. НИИ химии Нижегородского ГУ

55. НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды РАМН
56. НИОХ СО РАН – Новосибирский институт органической химии СО РАН
57. НИЦ ЭБ РАН – Научно-исследовательский институт экологической безопасности РАН, г. Санкт-Петербург
58. ОАО “Норильская горная компания”
59. ОАО "УРАЛПРЕДМЕТ"
60. ОИГГМ СО РАН – Объединенный институт геологии, геофизики и минералогии, г. Новосибирск
61. Орловский ГУ - Орловский государственный университет
62. Пермский ГУ – Пермский государственный университет
63. Пермский научно-исследовательский клинический институт детской экотоксикологии
64. ПО "Маяк"
65. ПЭП «Сибэкоприбор»
66. РНЦ «Прикладная химия», г. Санкт-Петербург
67. Российский университет дружбы народов им. Патриса Лумумбы
68. Ростовский ГУ, кафедра АХ
69. РХТУ, кафедра АХ – Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева
70. Саратовский ГАУ- Саратовский государственный аграрный университет
71. Саратовский ГУ – Саратовский государственный университет (кафедра аналитической химии и химической экологии (АХ и ХЭ); кафедра общей и неорганической химии (ОиНХ), кафедра общей физики (ОФ), кафедра прикладной физики (ПФ))
72. СВК НИИ ДВО РАН, Магадан – Северо-Восточный комплексный научно-исследовательский институт Дальневосточного отделения РАН
73. Северо-Осетинский ГУ – Северо-Осетинский государственный университет им. К.Л. Хетагурова, г. Владикавказ
74. Северо-Осетинский центр стандартизации, метрологии и сертификации, г. Владикавказ
75. СНИЦ РАН - Сочинский научно-исследовательский центр РАН
76. СПб ГУ – Санкт-Петербургский государственный университет (кафедра аналитической химии (АХ), лаборатория газовой хроматографии (ГХ), кафедра радиохимии)
77. Томский ГУ, кафедра ФАХ – Томский государственный университет, кафедра физической и аналитической химии
78. ТОО НПВП “ИВА”, г. Екатеринбург
79. УГТУ-УПИ, кафедра ФХМА – Уральский государственный технологический университет
72. УНИИМ – Уральский НИИ метрологии, г. Екатеринбург.
80. УЦ ДСКТиУ, г. Екатеринбург - Уральский центр добровольной сертификации качества товаров и услуг, г. Екатеринбург

81. Уральский ГЭУ – Уральский государственный экономический университет, г. Екатеринбург
82. ЦИНАО – Центральный институт агрохимического обслуживания с/х
83. ЦНИИ ГНПИ г.Казань
84. Чувашский ГУ, кафедра АХ – Чувашский государственный университет

2001

13-18 January Boston, MA, USA: 14th International Symposium on Micro-scale Separations and Analysis (HPCE 2001) (*Joan Oefner, Rhema Assoc. Management, 156 South Spruce Ave., Suite 207 A, South San Francisco, CA 94080-4556, USA. E-mail: hpce@casss.org, Website: www.casss.org/hpce2001*)

24-25 January Tel Aviv, Israel: The 4th Conference on Analytical Chemistry (*Stier Group Ltd., Stier Group House, 12 Tverski St., Tel Aviv 67210 Israel. Tel: ++972-3-562-60-90, Fax: ++972-3-561-54-63, E-mail: saritm@stier.co.il*)

4-8 February Lillehammer, Norway: European Winter Conference on Plasma Spectroscopy (Plasma 2001) (*Y. Thomassen, P.O. Box 8149 DEP, N-0033 Oslo, Norway. Tel/Fax: +47-(23)-195-320 or 195-206, E-mail: ynqvar.thomassen@stami.no, Website: <http://www.stami.no/plasma2001>*)

20-23 February Washington, DC, USA: 5th Symposium on the Interface of Regulatory and Analytical Sciences for Biotechnology Health Products (*Karen Bertani, Rhema Association Management, 156 South Spruce Avenue, Suite 207A, South San Francisco, CA 94080-4556, USA. Tel: +1-(650)-876-07-92, Fax: +1-(650)-876-07-93, E-mail: kbertani@casss.org, Website: www.casss.org/wcbp*)

27 February - 2 March Moscow, Russia: Aqua-Therm (*MSI Vertriebs GmbH, Vienna, Austria. Tel: (43)-1-402-89-54-14, Fax: (43)-1-402-89-54-54*)

28 February - 1 March Köln, Germany: 3rd International Meeting Biotechnology (*Christiane Frohlich, Kreuzgasse 2-4, 50667 Köln, Germany. Tel: +49-(0)-221/92 57 93-0, Fax: +49 (0) 221/92 57 93-93, E-mail: frohlich@ccmkoeln.de*)

6-8 March Bangkok: Aquatech Asia (*RAI Exhibitions Singapore Pte Ltd, Singapore. Tel: (65)-272-22-50, Fax: (65)-272-67-44, E-mail: raisport@signet.com.sg*)

7-12 March New Orleans, LA, USA: The 52th Pittsburgh Conference on Analytical and Applied Spectroscopy (*300 Penn Center Blvd., Suite 332, Pittsburgh, PA 15235-5503, USA. Tel: (412)-825-32-24, Fax: (412)-825-32-20, E-mail: pittconinfo@pittcon.org, Website: <http://www.pittcon.org>*)

11-15 March Freiberg, Germany: **Colloquium Analytische Atomspektroskopie (CANAS '01)** (*Sandra Krenzel, Freiberg University of Mining and Technology, Institute of Analytical Chemistry, D-09596, Freiberg, Germany. Tel: +49-03731-39-34-49, Fax: +49-03731-39-36-66, E-mail: krenzel@server.compch.tu-freiberg.de, Website: <http://www.canas.de>*)

27-29 March Düsseldorf, Germany: **International Symposium on Instrumentalized Analytical Chemistry and Computer Technology (InCom 2001)** (*Werner Guenther, Sentaweg 16, 40468, Düsseldorf, Germany. Tel: +49-0-211-45-08-59, Fax: +49-0-211-43-13-49, E-mail: InCom@t-online.de, InCom@uni-duesseldorf.de, Website: <http://www.InCom-Symposium.de>*)

1-3 April Tübingen, Germany: **2. BioSensor Symposium** (*Inst. Physikalische Chemie, Univ. Tübingen. Auf der Morgenstelle 8, D-72076 Tübingen, Germany. E-mail: biosensor@ipc.uni-tuebingen.de*)

1-4 April Mainz/Wiesbaden, Germany: **The 10th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography** (*Thomas P. Knepper, ESWE-Institute for Water Research and Water Technology, Soehnleinstr. 158, D-65201 Wiesbaden, Germany. Tel: +49-611-780-43-58, Fax: +49-611-780-43-75, E-mail: jutta.mueller@stadtwerke-wiesbaden.de, Website: <http://www.uni-mainz.de/~eswe>*)

9-12 April Bled, Slovenia: **12th International Symposium "Spectroscopy in Theory and Practice" with Thinkshop "In Search of the Metrological Basis of Spectroscopic Measurements"** (*Prof. Dr. Marjan Veber, Slovenian Chemical Society, Hajdrihova 19, SI-1000 Ljubljana, Slovenia. Fax: +(386)-1-425-92-44 or Faculty of Chemistry and Chemical Technology, University of Ljubljana, Aškerčeva 5, SI-1000 Ljubljana, Slovenia. Tel: +(386)-1-476-05-33, Fax: +(386)-1-425-82-20, E-mail: marjan.veber@uni-lj.si, chem.soc@ki.si*)

16-20 April Habana, Cuba: **4th International Congress on Chemistry and 13th Caribbean Conference on Chemistry and Chemical Engineering** (*Alicia García, Palacio de Convenciones. Fax: (537)-28-7996/28-3470/22-8382, E-mail: aliciag@palco.get.cma.net*)

17-19 апреля Москва, Россия: **XVII Международное Черняевское совещание по химии, анализу и технологии платиновых металлов** (*к.х.н. Сидоров Алексей Анатольевич, 117907 ГСП-1, Москва В-71, Ленинский просп. 31, ИОНХ РАН. Тел: (095)-955-48-35, Факс: (095)-954-12-79*)

20-27 April Zvenigorod, Russia: 11th International Conference on Magnetic Resonance in Chemistry and Biology (*Professor Anatoly Buchachenko, Semenov Institute of Chemical Physics, Russian Academy of Sciences, Kosygin Street 4, Moscow 117977, Russia. Tel: (095)-939-74-90, Fax: (095)-938-24-84, E-mail: spinchem@chph.ras.ru*)

22-25 April Manchester, UK: New Directions in Electroanalysis: An International Symposium on Electroanalytical Chemistry and its Applications (*Dr. Damien Arrigan, Department of Chemistry, Cockcroft Building, University of Salford, Salford M5 4WT, UK. Tel: (+44-161)-295-30-94, Fax: (+44-161)-295-51-11, E-mail: d.w.m.arrigan@salford.ac.uk, Website: <http://www.salford.ac.uk/chemist/NDEA.htm>*)

23-24 April Arlesheim, Switzerland: 2nd Workshop on Analytical Artefacts in Environmental Analysis and Related Areas (ARTEFACTA) (*Prof. Dr. M. Oehme, Organ. Anal. Chem., University of Basel, Neuhausstr. 31, CH-4057 Basel, Switzerland. Fax: +41-61-639-23-00, E-mail: Michael.Oehme@unibas.ch*)

6-10 May Tampere, Finland: 7th European Workshop on Modern Developments and Applications in Microbeam Analysis (EMAS 2001) (*EMAS Secretariat, University of Antwerp (UIA), Department of Chemistry, Universiteitsplein 1, B-2610 Antwerp-Wilrijk, Belgium. Telefax: +32-3-820.23.76, E-mail: vantdack@uia.ua.ac.be, Website: <http://www.emas.ac.uk/emas2001>*)

7-10 May Neuherberg near Munich, Germany: Second International Conference on Trace Element Speciation in Biomedical, Nutritional and Environmental Sciences (*GSF-National Research Center for Environment and Health Institute for Ecological Chemistry, Dr. Bernhard Michalke, P.O. Box 1129, D-85758 Neuherberg, Germany. Tel: ++49-89-3187-4206, Fax: ++49-89-3187-3348, E-mail: bernhard.michalke@gsf.de, Website: <http://www.gsf.de/wwwspec/index/html>*)

8-10 May Boston, MA, USA: EnviroExpo (Industrial Shows North East, Boston, MA, USA. *Tel: (1)-617-489-23-02, Fax: (1)-617-489-55-34*)

12-14 May Interlaken, Switzerland: 11th International Symposium on Planar Chromatography and Joint Techniques (*Alfred Studer, Nestlé Research Center. P.O. Box 44. 1000 Lausanne 26. Switzerland. Tel: +41-(21)-785-80-36, Fax: +41-(21)-785-85-54, E-mail: alfred.studer@rdls.nestle.com*)

14-16 May Warsaw, Poland: Chemistry Forum 2001 (*Dr. Iwona Gluch. Warsaw University of Technology, Faculty of Chemistry, Noakowskiego 3, 00-*

664 Warsaw, Poland. Tel: (48-22)-660-74-98, Fax: (48-22)-660-74-08, E-mail: forum@ch.pw.edu.pl, Website: <http://www.pw.edu.pl/forum/index.html>)

20-24 May Las Vegas, NV, USA: 24th International Symposium on Capillary Chromatography and Electrophoresis (Liza Hansen, 9015 Westminister Place, St. Louis, MO 63108, USA. Tel/Fax: (+1-314)-367-02-10, E-mail: liza_h_cce@yahoo.com)

22-25 мая Алматы, Казахстан: Международная конференция по аналитической химии, посвященная 100-летию со дня рождения члена-корреспондента НАН РК О.К. Сонгиной (Ответственный секретарь – З.Ж. Мусина, Центр физико-химических методов анализа КазГУ им. Аль-Фараби, Республика Казахстан, 480012, Алматы, ул. Карасай батыра 95а. Тел: (3272)-920-008/921-832, Факс: (3272)-923-731, E-mail: chemics@chem.iatp.kz)

5-7 June Birmingham, UK: Environmental Technology 2001 (Eurochem) (Reed Exhibition Company. Tel: (44)-20-8910-7878, Fax: (44)-20-8910-7813, E-mail: helen.beckett@reedexpo.co.uk, Website: <http://www.reedexpo.com>)

5-8 June Singapore: ICAM Asia (IA2001) (Messe Dusseldorf International, Dusseldorf, Germany. Tel: (49)-211-4560-995, Fax: (49)-211-4560-995, E-mail: lentzi@messe-duesseldorf.de, Website: <http://www.messe-duesseldorf.de>)

9-13 June Boulder, Colorado, USA: Chemrawn Conference – Toward Environmentally Benign Processes and Products (CHEMRAWN XIV) (Dr. Dennis L. Hjeresen, Environmental Management Program, Los Alamos National Laboratory – Mail Stop J591, Los Alamos, NM 87545. Tel: +1-505-665-72-51, Fax: +1-505-665-81-18, E-mail: dennish@lanl.gov)

14-16 June Bordeaux, France: In Vino Analytica Scientia 2001 (Professor R. N. Rutledge. Laboratoire de Chimie Analytique, Institut National Agronomique, 16 rue Claude Bernard, 75005 Paris, France. Tel: (+33-1)-4408-1648, Fax: (+33-1)-4408-1653, E-mail: rutledge@inapg.inra.fr)

17-21 June Verona, Italy: An Electrophoretic Odyssey (ICES-2001) (Emmezeta Congressi, Via C. Farini 70, 20159 Milano, Italy. Tel: (+39-02)-6680-2323, Fax: (+39-02)-6680-6699, E-mail: ices2001@mzcongressi.com)

17-22 June Maastricht, The Netherlands: 25th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2001) (HPLC 2001, P.O. Box 1558, 6501 BN Nijmegen, The Netherlands. Tel: +31-24-323-44-71, Fax: +31-24-360-11-59, E-mail: hplc.2001@congres.net)

18-20 June Copenhagen, Denmark: World Conference on Drug Adsorption and Drug Delivery (EUFEPS Secretariat, P.O. Box 1136, 111 81 Stockholm, Sweden. Tel: +46-(8)-723-50-00, Fax: +46-(8)-411-32-17, E-mail: secretariat@eufeps.org, Website: www.pharmweb.net/conference/eufeps7.html)

24-29 June Zakopane, Poland: 2001 an Isotope Odyssey (Secretary – Agnieszka Dybala, Tel: +48-42-631-31-98, Fax: +48-42-636-50-08, E-mail: olaf@cksg.p.lodz.pl, Technical University of Lodz, Institute of Applied Radiation Chemistry, ul. Zeromskiego 116, 90-924 Lodz, Poland. Tel: +48-42-631-31-99, Fax: +48-42-636-50-08, E-mail: odyssey@cksg.p.lodz.pl, Website: <http://cksg.p.lodz.pl/~odyssey>)

25-29 июня Ростов-на-Дону, Россия: XX Международная Чугаевская конференция по координационной химии (Информация в Москве: Тел: (095)-954-71-36, Факс: (095)-954-71-36, E-mail: tsiv@ionchran.rinet.ru, в Ростове-на-Дону: Тел: (8632)-28-56-67, E-mail: garn@ipoc.rsu.ru)

26-28 June Nuremberg, Germany: 3rd European Congress of Chemical Engineering (ECCE) including Annual Meeting of GVC and DECHEMA Annual Meetings (Information and Submission of Contributions: VDI-GVC, Rüdiger Briel, P.O. Box 10 11 39, D-40002, Düsseldorf, Germany. Tel: +49-211-62-14-552, Fax: +49-211-62-14-162, E-mail: ECCE@vdi.de, Website: <http://www.vdi.de/gvc/ecce>; Information and Visitor Registration: DECHEMA e.V., Congress Office, Christina Hess, P.O. Box 15 01 04, D-60061, Frankfurt am Main, Germany. Tel: +49-69-75-64-384, Fax: +49-69-75-64-441, E-mail: ECCE@dechema.de, Website: <http://dechema.de/ecce>)

29 June - 7 July Brisbane, Australia: IUPAC General Assembly/Congress (IUPAC Secretariat. Tel: +1-919-485-87-00, Fax: +1-919-485-87-06, E-mail: secretariat@iupac.org)

July Pretoria, South Africa: XXXII CSI (The Secretariat, Conference Planners, P.O. Box 36782, Menlo Park, 0102 South Africa. Tel: (+27-12)-348-44-93; Fax: (+27-12)-348-15-63, E-mail: wissing@iafrica.com, Website: <http://www.up.ac.za/science/chem/conf.htm>)

1-6 July Brisbane, Australia: 38th IUPAC Congress-Frontier in Chemistry, World Chemistry Congress, incorporating 9th Asian Chemistry Congress,

(AIMECSO 1) (Congress Secretariat, P.O. Box 177, Red Hill Q 4054, Australia. Tel: +61-7-3368-2644, Fax: +61-7-3369-3731, E-mail: wcc2001@ccm.com.au)

2-6 July Vienna, Austria: 16th International Conference on X-ray Optics and Microanalysis (ICXOM XVI) (Vienna University of Technology, Wiedner Hauptstrasse 8-10/1374, A-1040 Vienna, Austria. Tel: +43-1-58801-15110/13761/14176, Fax: +43-1-58801-13799, E-mail: icxom@icxom.at, Website: <http://www.icxom.at>)

3-6 July Guildford, UK: 14th International Bioanalytical Forum. Sensitive Bioanalysis in Anti-cancer and Other Drug Areas (Dr. E. Reid, Chromatographic Society Forum Syndicate, 72 The Chase, Guildford GU2 7UL, UK. Fax: +44-(1483)-565-324,

E-mail: D.Stevenson@surrey.ac.uk, Website: <http://www.chromsoc.demon.co.uk> or <http://www/chemsoc.org/events/conhomc.htm>)

24-26 июля Иркутск, Россия: Второй международный сибирский геоаналитический семинар (INTERSIBGEOCHEM '2001) (Чумакова Нина Львовна, 664033, Иркутск, ул. Фаворского, 1а, Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН. Тел: (3952)-46-18-37, Факс: (3952)-46-40-50, E-mail: ninach@igc.irk.ru, petrov@igc.irk.ru)

30 July - 5 August Baikal'sk, Russia: 7th Russian-German-Ukrainian Analytical Symposium (ARGUS'2001) (Secretariat of ICAS2001, Dr. Elena Grosheva, AB Institute of Ecological Toxicology, P.O. Box 78, Baikal'sk, Irkutsk region, 665932, Russia. Tel: +(395420)29-38, Fax: +(395420)22-04, E-mail: iet@irmail.ru)

6-10 August Tokyo, Japan: International Congress on Analytical Sciences 2001 (ICAS2001) (Secretariat of ICAS2001, Dr. M. Fujinami, Department of Applied Chemistry, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo, Bunkyo-ku, Toyko 113-8656, Japan. Tel: +81-3-5841-7237 (or 7236), Fax: +81-3-5841-6037, E-mail: icas2001@laser.t.u-tokyo.ac.jp, Website: <http://www.soc.nacsis.ac.jp/jsac/icas2001>)

7-10 August Tokyo, Japan: The Sixth Conference on Analytical Sciences. Joint Conference with ICAS2001 (ASIANALYSIS VI) (Yuko Hasegawa, Department of Chemistry, Science University of Tokyo, Tokyo 162-8601, Japan. Tel: +81-3-3260-42-72, ex. 23-95, Fax: +81-3-3235-22-14, E-mail: asianalysis@ch.kagu.sut.ac.jp, Website: <http://bun248.indchem.metro-u.ac.jp/kuchiya/>)

19-22 August Myrtle Beach, South Carolina, USA: **10th International Symposium on Pressurized-Fluid Chromatography, Extraction, and Processing** (*Mrs. Janet Cunningham, Barr Enterprises, P.O. Box 279, Walkersville, MD 21793, USA. Tel: +1-(301)-898-37-72, Fax: +1-(301)-898-55-96, E-mail: Janetbarr@aol.com*)

27-31 August Bratislava, Slovak Republic: **11th International Symposium on Advances and Applications of Chromatography in Industry** (*Prof. Jozef Lehotay, Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical Technology, Slovak University of Technology, Radlinského 9, 81237 Bratislava, Slovak Republic. Tel: (+421-7)-5292-6043, Fax: (+421-7)-5292-6043, E-mail: AACI@chtf.stuba.sk, Website: <http://www.chtf.stuba.sk/AACI>*)

1-5 September Dresden, Germany: **14th European Symposium on Polymer Spectroscopy (ESOPS 14)** (*ESOPS 14, Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Postfach 120411, 01005 Dresden, Germany. E-mail: esops@ipfdd.de*)

9-13 September Bratislava, Slovak Republic: **International Workshop/Conference on Coupled, Hyphenated, and Multidimensional Liquid Chromatographic Procedures for Separation of Macromolecules** (*c/o Professor Dusan Berek, Polymer Institute of Slovak Academy of Sciences, Dubravska cesta 9, SK-842 36 Bratislava, Slovakia. Tel: (+421-7)-5477-1641, Fax: (+421-7)-5477-5923 or (+421-7)-5477-7409, Website: <http://www.nic.savba.sk/~upoldber>*)

11-14 September Kyoto, Japan: **International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques** (*Professor Ken Hosoya, Department of Polymer Science Engineering, Kyoto Institute of Technology, Sakyo-ku, Kyoto 606-8585 Japan. Tel/Fax: 91-(0)-75-724-78-28/724-77-10, E-mail: hplckit@icp.kit.ac.jp, Website: <http://www.polykit.ac.jp/bunshi/hplckkyoto.html>*)

23-27 September Melbourne, Australia: **6th World Congress of Chemical Engineering** (*Conference Secretariat, The meeting planners, 108 Church St., Hawthorn, Melbourne, Victoria 3122, Australia. Tel: 61-3-9819-37-00, Fax: 61-3-9819-59-78, E-mail: chemeng@meetingplanners.com.au, Website: <http://www.meetingplanners.com.au/chemeng>*)

24-28 September Moscow, Russia: **Nauka. Nauchniye Pribory. 5th International Exhibition for Analytical Research Instruments** (*Zao Expocentr, Moscow, Russia. Tel: (095)-255-37-35, Fax: (095)-205-60-55, E-mail: voronin@expocentr.ru, Website: <http://www.expocentr.ru>*)

26-29 September Bucharest, Romania: **7th International Symposium on Kinetics in Analytical Chemistry (KAS'2001)** (*Assoc. Prof. L. Mutihac, Dr. C. Bala, Department on Analytical Chemistry, University of Bucharest, 4-12, Regina Elisabeta, Blvd, 703461, Bucharest, Romania. Tel/Fax: +40-1-410-22-79, Fax/Tel: +40-1-315-92-49, E-mail: mutir@pcnet.pcnet.ro, cbala@chem.unibuc.ro*)

8-11 октября Иваново, Россия: **VIII Международная конференция Проблемы сольватации и комплексообразования в растворах** (*Л.Т. Сафонова, 153045, Иваново, ул. Академическая, 1, ИХР РАН. Тел: (0932)-35-16-79, Факс: (0932)-37-85-09, E-mail: solvatation@ihnr.polytech.ivanovo.su, Website: www.ihnr.polytech.ivanovo.su/solvatation*)

21-25 October Monterey, CA, USA: **5th International Conference on Miniaturized Chemical and Biochemical Analysis Systems, Monterey Marriott** (*Karen Bertani, Rhema Association Management, 156 South Spruce Avenue, Suite 207A, South San Francisco, CA 94080-4556, USA. Tel: +1-(650)-876-07-92, Fax: +1-(650)-876-07-93, E-mail: kbcrtani@casss.org, Website: www.casss.org/wcbp*)

2003

6-12 January Scottsdale, Arizona, USA: **2002 Winter Conference on Plasma Spectrochemistry** (*Ramon Barnes, ICP Information Newsletter, Inc., P.O. Box 666, Hadley, MA 01003-0666. Tel: 413-545-2294, Fax: 413-545-3757, E-mail: winterconf@chem.umass.edu*,

Website: <http://www.chem.umass.edu/WinterConf2002>)

6-8 February Bruges, Belgium: **Seventh International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Hyphenated Chromatographic Analyzers (HTC-7)** (*Congress Secretariat, Ordibo bvba, Lucas Henninckstraat 18, B-2610 Wilrijk (Antwerp), Belgium. Tel: (+32-58)-523-116, Fax: (+32-58)-514-575, E-mail: htc@ordibo.be, Website: <http://www.ordibo.be/htc>*)

6-10 February Stellenbosch, South Africa: **5th Annual UNESCO School and South Africa IUPAC Conference on Macromolecules and Materials Science** (*Professor R.D. Sanderson, UNECO Associated Centre for Macromolecules and Materials, Institute for Polymer Science, University of Stellenbosch, Privat Bag XI, Matieland 7602, South Africa. Tel: +27-21-808-3172, Fax: +27-21-808-4967, E-mail: rds@maties.sun.ac.za*)

18-22 March Cape Town, South Africa: **International Solvent Extraction Conference (ISEC'2002)** (*Conference Secretariat, Private Bag X3015, Randburg 2125, South Africa. Tel: 27-11-709-42-55 or 27-11-709-43-21, Fax: 27-11-709-43-26, E-mail: isec2002@mintek.co.za, Website: <http://www.isec2002.org.za>*)

7-11 April Manchester, United Kingdom: **6th European Conference on Optical Chemical Sensors and Biosensors (EUROPT(R)ODE VI)** (*Dr. R. Narayanaswamy, DIAS, UMIST, P.O. Box 88, Manchester M60 1QD, U.K. Tel: 0044-161-200-48-91, Fax: 0044-161-200-49-11, E-mail: ramaier.narayanaswamy@umist.ac.uk, Website: <http://www.dias.umist.ac.uk/EuroptrodeVI>*)

21-25 April Bruges, Belgium: **VII International Symposium on Drug Analysts** (*Mr. Peter Erard, Project Manager, Essenestraat 77, 1740 Ternat, Belgium. Tel: +32-(2)-582-08-52, Fax: +32-(2)-582-55-15, E-mail: orgamed@village.uu.net.be; or Professor W.R.G. Baeyens, University of Ghent, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Department of Pharmaceutical Analysis, Laboratory of Drug Quality Control, Harelbekestraat 72, B-9000 Ghent, Belgium. Tel: (+32-9)-264-80-97; Fax: (+32-9)-264-81-96; E-mail: willy.baeyens@rug.ac.be, Website: <http://allserv.rug.ac.be/~elsmet/conferences.html>*)

5-8 May Beijing, China: **XIth International Symposium on Luminescence Spectrometry – Detection Techniques and Applications in Biomedical and Environmental Analysis** (*Professor Xinrong Zhang, Analysis Center, Department of Chemistry, Tsinghua University, Beijing 100084, P.R. China. Tel: (+86-10)-6278-1688, Fax: (+86-10)-6277-0327, E-mail: xrzhang@chem.tsinghua.edu.cn or zrzhang@ihw.com.cn*)

June Montreal, Canada: **26th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2002)** (*Janet Cunningham, Barr Enterprises, P.O. Box 279, Walkersville, MD 21793, USA. Tel: (+1-301)-898-37-72, Fax: (+1-301)-898-55-96, E-mail: Janetbarr@aol.com*)

4-7 June Granada, Spain: **10th International Symposium on Luminescence Spectrometry – Detection Techniques in Flowing Streams – Quality Assurance and Applied Analysis** (*Dr. Ana Ma Garca-Campaa, Department of Analytical Chemistry; Faculty of Sciences, University of Granada, Av. Fuentenueva s/n, E-18071 Granada, Spain. Tel: +34-(958)-248-594, Fax: +34-(958)-243-328, E-mail: amgarcia@goliat.ugr.es*)

1-6 July Brisbane, Australia: **38th IUPAC Congress-Frontier in Chemistry, World Chemistry Congress, incorporating 9th Asian Chemistry Congress, AIMECSO 1)** (*E-mail: anigracia@goliat.urg.es, Website: <http://www.ccm.com.au/wcc>*)

7-12 July Beijing, China: **39th International Symposium on Macromolecules – IUPAC World Polymer Congress 2002 (MACRO 2002)** (*Professor Fosong Wang, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100864, P.R. China. Tel: (+86-10)-6256-3060, Fax: (+86-10)-6257-3911, E-mail: fswang@mimi.cnc.ac.cn*)

25-30 August Budapest, Hungary: **XVIIIth International Conference on Raman Spectroscopy (ICORS 2002)** (*SCOPE Meetings Co. Ltd., Kende u. 13-17, H-1111 Budapest, Hungary. Fax: +36-1-386-93-78, E-mail: kindl@sztaki.hu, Website: <http://www.sztaki.hu/conferences/ICORS2002>*)

8-13 September Dortmund, Germany: **European Conference on Analytical Chemistry (EUROANALYSIS'12)** (*Conference Secretariat, Gesellschaft Deutscher Chemiker – Euroanalysis – P.O. Box 900440, D-60444 Frankfurt am Main, Germany. Tel: +49-69-7917-358, 360, 366, Fax: +49-69-7917-475, E-mail: tq@gdch.de, Website: <http://www.euroanalysis.de>*)

15-20 September Leipzig, Germany: **24th International Symposium on Chromatography (ISC '02)** (*Organizing Secretariat, Gesellschaft Deutscher*

Chemiker, Abteilung Tagungen, P.O. Box 900440, D-60444 Frankfurt am Main, Germany. Tel: +49-69-7917-358, 360, 366, Fax: +49-69-7917-475, E-mail: tg@gdch.de; Symposium Scientific Secretariat W. Engewald, University of Leipzig, Institute of Analytical Chemistry, Linnèstr. 3, D-04103 Leipzig, Germany. Tel: +49-341-97-36-061, Fax: +49-341-97-36-115, E-mail: engewald@rz.uni-leipzig.de)

15-20 September Düsseldorf, Germany: **Annual Meeting of the International Society of Electrochemistry** (*J.W. Schultze, Institute of Physiche Chemie, Elektrochemie, Heinrich-Heine-Universität, Düsseldorf, Universitätsstr. 1, 40225 Dusseldorf. Tel/Fax: 0211-81-14750/81-12803, E-mail: JoachimW.Schultze@uni-duesseldorf.de, Website: <http://agef.uni-duesseldorf.de>*)

2004

5-8 May Beijing, China: **XI International Symposium on Luminescence Spectrometry in Biomedical and Environmental Analysis – Spectroscopic and Imaging Detection Techniques** (*Professor Dr. Xinrong Zhang, Analysis Center, Department of Chemistry, Tsinghua University, Beijing 100084, P. R. China. Tel: +86-(10)-6278-1688 (Lab); Fax: +86-(10)-6277-0327 (Lab). E-mail: xrzhang@chem.tsinghua.edu.cn*)