

Российская академия наук
Отделение химии и наук о материалах

**Материалы XXVIII годичной сессии
Научного совета РАН
по аналитической химии**

Научные достижения в 2002 г.

*Научно-организационная
деятельность НСАХ*

*Международные конференции 2003 –
2004 гг.*

Москва, 2003

Бюро совета благодарит членов комиссий и отделений совета и организации, представившие материалы в отчет за 2002 г., а также председателей комиссий, участвовавших в составлении отчета.

Научный совет поздравляет
*профессора **В.Ф. Сопина** (Казанский ГТУ)*
с получением Государственной премии РФ в области науки и техники,
*профессора **Д.И. Курбатова** (ИХТТ УрО РАН)*
*и профессора **Г.К. Будникова** (Казанский ГУ)*
с присвоением почетного звания
"Заслуженный деятель науки РФ".

СОДЕРЖАНИЕ

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	5
ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ.....	5
НОВЫЕ РЕАГЕНТЫ И ИССЛЕДОВАНИЕ РАВНОВЕСИЙ	5
ОРГАНИЗОВАННЫЕ СРЕДЫ В АНАЛИЗЕ	7
МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА; РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА.....	9
МАТЕМАТИЗАЦИЯ И АВТОМАТИЗАЦИЯ	13
ПРОБООТБОР И ПРОБОПОДГОТОВКА.....	15
МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	17
МЕТОДЫ ОБНАРУЖЕНИЯ И ИДЕНТИФИКАЦИИ. ВЕЩЕСТВЕННЫЙ И ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ	17
МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ	18
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ	23
КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ.....	23
БИОХИМИЧЕСКИЕ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ	24
ТЕСТ-МЕТОДЫ.....	28
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ.....	30
ХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ	39
ПРОТОЧНЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	43
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ.....	44
<i>Газовая хроматография.....</i>	<i>44</i>
<i>Жидкостная хроматография.....</i>	<i>45</i>
<i>Другие варианты хроматографии и родственные методы.....</i>	<i>48</i>
СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ.....	49
<i>Атомный оптический спектральный анализ</i>	<i>49</i>
<i>Молекулярный спектральный анализ</i>	<i>52</i>
<i>Рентгеновские методы.....</i>	<i>55</i>
МЕТОДЫ МИКРОАНАЛИЗА И АНАЛИЗА ПОВЕРХНОСТИ	59
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ	62
РАДИОАНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ	63
АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ	66

АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ	68
НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ	68
БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ	71
ОРГАНИЧЕСКИЕ ВЕЩЕСТВА, ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ, ПОЛИМЕРЫ	74
БИОЛОГИЧЕСКИЕ И МЕДИЦИНСКИЕ ОБЪЕКТЫ, ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ	75
ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И КОРМА	78
ОБЪЕКТЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	79
НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ.....	88
ВСЕРОССИЙСКИЕ КОНФЕРЕНЦИИ И СИМПОЗИУМЫ	89
СЕМИНАРЫ.....	90
РАБОТА КОМИССИЙ И ОТДЕЛЕНИЙ СОВЕТА.....	93
ПРЕДЛОЖЕНИЯ В ПЛАН РАБОТЫ СОВЕТА НА 2003 г.	99
ПРЕДЛОЖЕНИЯ В ПЛАН РАБОТЫ СОВЕТА НА 2004 г.	102
КНИГИ	103
МЕЖДУНАРОДНЫЕ КОНФЕРЕНЦИИ 2003 – 2004 гг.	107
СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДПРИЯТИЙ И ФИРМ.....	113

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Теоретические основы

Ранее разработанный в *МГУ, на кафедре АХ*, совместно с *НИФХИ им. Л.А. Карпова*) гибридный молекулярно-механический – квантово-химический метод успешно применен к расчету строения и свойств ряда комплексов железа и никеля с азотсодержащими реагентами.

РХТУ им. Д.И. Менделеева, кафедра АХ. В рамках концепции жестких и мягких кислот и оснований Пирсона показано, что константы устойчивости и константы распределения при экстракции нейтральных комплексов металлов взаимозависимы, что объясняет ряд особенностей поведения комплексов при экстракции органическими растворителями. Общие закономерности поведения комплексов металлов в экстракционных жидкость-жидкостных системах справедливы для других двухфазных систем, одной из фаз в которых являются водные растворы: для твердофазной экстракции, основанной на использовании алкилированных силикагелей в качестве гидрофобной фазы; для систем мембрана ионоселективных электродов – водные растворы и для распределения комплексов металлов между мицеллами октадецилсульфата натрия и водным раствором.

Новые реагенты и исследование равновесий

Московский ГОУ, совместно с ГЕОХИ. Проведен квантово-химический поиск реагентов на селен и нитрит-ион среди орто-арилендиаминов. Рассчитаны электронные спектры поглощения продуктов реакции селенит- и нитрит-ионов с самими орто-диаминоариленами и другими соединениями (всего более 50 соединений). Определены перспективные структуры реагентов (учитывая доступность синтеза реагента и выявленные тенденции в изменении спектрофотометрических характеристик цветных реакций).

Изучено взаимодействие реагентов группы ПАР-ПАН (ПАР, 3,5-дибром-ПААФ, 3,5-дибром-ПАДАФ и некоторых других) с цветными и платиновыми металлами, ниобием и танталом. В частности, исследованы протолитические реакции реагентов, таутомерные равновесия для реагентов и комплексных соединений. Найдены количественные характеристики реакций.

Московский ГОУ, совместно с Курским ГПУ. Методами ЯМР и спектрофотометрии изучено строение (в частности – таутомерные отношения) реагентов группы бериллона III и их комплексов с бором. Показан способ координирования центрального иона реагентом.

На *кафедре НХ Казанского ГУ* методами РСА, ИК и УФ-спектроскопии изучены состав и структура хелатов Ni(II), Co(II), Pd(II), Cd(II) с новыми реагентами N-третбутил-N'-диизопропокситиофосфорилтиомочевинной (ТФТМ) и N-фенит-N'-диизопропоксифосфорилтиомочевинной (ФТМ). Установлен способ координирования центрального иона. С целью создания модифицированных электродов разработаны способы иммобилизации ФТМ и ТФТМ в полимерной матрице на основе нитро- и ацетилпроизводных целлюлозы. Разработанные модифицированные электроды использованы для селективного определения платины и никеля в материалах цветной металлургии с пределом обнаружения на уровне 10^{-9} моль/л.

МГУ, кафедра АХ. Спектрофотометрическим и цветометрическим методами определены константы диссоциации пирогаллолового красного и

бромпирогаллолового красного в отсутствие поверхностно-активных веществ и в присутствии неионных, катионных и анионных ПАВ. Показано, что катионные ПАВ усиливают кислотные свойства функционально-аналитических групп, а неионные ПАВ практически на них не влияют. Определены молярные коэффициенты поглощения и молярные коэффициенты цветометрических функций для индивидуальных форм реагентов.

Пенополиуретан предложен в качестве твердого реагента для получения полимерных азосоединений, которые можно использовать в аналитических целях. Показано, что толуидиновые группы этого полимера участвуют в гетерогенных реакциях азосочетания в качестве и диазо-, и азосоставляющей. Установлено, что пенополиуретан вступает в реакцию азосочетания с диазотированными 4-нитроанилином, 1-нафтиламином, риванолом и тетрафторборатом 4-нитрофенилдиазония, а диазотированный пенополиуретан - в реакцию азосочетания с ароматическими аминами, фенолами, гидроксibenзойными кислотами с образованием интенсивно окрашенных продуктов. Исследованы спектральные характеристики образующихся полимерных азосоединений. Изучена возможность определения нитрит-ионов по реакции азосочетания диазотированного пенополиуретана с 2,3-диаминонафталином, 8-оксихинолином, риванолом, 1- и 2-нафтолами. Чувствительность сорбционно-фотометрического определения нитрит-ионов с применением реакции диазотирования и последующего азосочетания ($C_{\min} = n \cdot 10^{-3}$ мкг/мл) на порядок выше, чем при использовании диазотирования.

Казанский ГТУ. Изучена кинетика и созданы математические модели равновесий в системах Cu(II), Zn(II), Ni(II) - H₂O - OH⁻. Рассчитаны значения констант равновесий полиядерных соединений в указанных системах. Изучен обмен ионов металлов в водных растворах с сульфидами металлов в виде тонких пленок и нанокристаллов. На основе экспериментальных данных по кинетике обмена ионов цинка на ионы серебра при контакте водных растворов ионов серебра с агар-агар-иммобилизованной матрицей сульфида цинка создана математическая модель этого процесса и рассчитаны параметры процесса.

Ростовский ГУ, кафедра АХ. Синтезированы иодогалогениды N-цетилпиридиния N-C₁₆H₃₃PuXI₂ (X = Cl, Br), получен интергалогенид состава трииодид: дииодбромид N-цетилпиридиния 2:1. На основании данных квантово-химических расчетов и спектрофотометрического исследования установлена взаимосвязь между природой аниона и способностью удерживать молекулярный иод. Проведено рентгеноструктурное исследование полигалогенидов N-цетилпиридиния.

Уральский ГУ, кафедра АХ, совместно с ИИХ СО РАН продолжили исследования производных N-арил-3-аминопропионовых кислот. Проведен препаративный синтез и рентгеноструктурный анализ комплекса меди(II) с анинодипропионовой кислотой с целью выявления причин избирательности реагента к ионам меди(II). Установлены факторы, влияющие на избирательность взаимодействия и состав комплекса.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГАУ, ГЕОХИ РАН. Дано теоретическое обоснование и осуществлен прогноз изменения аналитических характеристик замещенных первичных ароматических аминов при их фотометрическом определении с ароматическими альдегидами.

Методами УФ-, ИК-, ПМР- спектроскопии, квантовой химии выявлены зависимости, обладающие предсказательной способностью: pK_a первичных ароматических аминов от дипольного момента связи $C_{\text{кольца}}-N_{\text{фар}}$, положения максимума полосы поглощения аналитической формы от $pK_{\text{амин}}$, дипольного момента связи $C_{\text{кольца}}-N_{\text{фар}}$ от угла отклонения от плоскости бензольного кольца атома азота в первичных ароматических аминах; $pH_{\text{онт}}$ от $pK_{\text{амин}}$. Установлено образование ионных пар между аналитическими формами хиноидной структуры и анионными ПАВ. Показана многофакторная роль α -ПАВ линейного строения в изучаемых реакциях нуклеофильного присоединения: образование ионных пар с протонированными хиноидными формами и последующей их солюбилизацией в мицеллы α -ПАВ.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; СВРХБЗ. Изучены реакции ассоциации катионного полиметинового реагента 2,6-дифенил-4-(4-диметиламиностирил)пириллия хлорида с галогенид-ионами. Определены состав, константы скорости, константы устойчивости аналитических форм, термодинамические характеристики.

Методами твердофазной спектроскопии и спектроскопии диффузного отражения изучено комплексообразование иммобилизованных реагентов трифенилметанового ряда (хромазурол S, сульфохром, эриохромцианин R) с Be(II), Al(III). Установлено образование координационно насыщенных аналитических форм типа MeL_2 , MeL_3 .

В **Архангельском ГТУ** методами потенциометрии и УФ-спектроскопии определены термодинамические константы кислотной ионизации фенольных гидроксильных и карбоксильных групп ряда пара-производных 2-метоксифенола в смешанных водно-органических растворителях. Спектрофотометрическим методом исследовано влияние ионной силы, природы катиона (K^+ , Li^+ , $(CH_3)_4N^+$), добавок 18-краун-6 и концентрации спирта на скорость окисления ванилинового спирта и эвгенола феррицианидом в водно-этанольной среде. Подтвержден факт увеличения реакционной способности фенолов при переходе от водных к этанольным растворам.

Организованные среды в анализе

Казанский ГТУ. Методом малоуглового рассеяния нейтронов изучены структурные превращения мицелл в статических и динамических условиях в присутствии различных неорганических и органических добавок. Исследованные системы представляли собой водные (D_2O) растворы цетилтриметиламмоний бромид (ЦТАБ) с солями, имеющими в своем составе нуклеофильные частицы (гидроксил-ион, фторид-ион), а также полимер с нуклеофильными аминогруппами – полиэтиленимин (ПЭИ). Показано, что в системах ЦТАБ-ПЭИ-вода форма и заряд ассоциата зависят от концентрации ЦТАБ и ПЭИ. Обнаружено формирование полимер-коллоидных комплексов в системе. Сделано сопоставление их пространственных и каталитических характеристик (в отношении реакций нуклеофильного замещения у тетраэдрического атома фосфора). Изучена динамика структурных изменений мицелл в ходе химической реакции. Интенсивность рассеяния нейтронов при изменении вектора рассеяния со временем протекания реакции меняется по-разному в зависимости от типа и концентрации субстратов.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Рассмотрено явление инверсии температурного коэффициента внутреннего давления в жидкофазных системах. Показано, что возможна как температурная, так и концентрационная инверсия указанного коэффициента. Инверсия свойственна только ассоциированным жидкостям и вызвана ростом концентрации мономерных молекул. Измерены плотность, изотермическая сжимаемость и термический коэффициент объемного расширения микроэмульсий состава вода/ДДС/н-октан/н-пентанол при 15° и 25° С и варьировании весового отношения вода/масло. Показано, что внутреннее давление микроэмульсий может быть вычислено по результатам дилактометрических измерений. Обнаружено явление концентрационной инверсии температурного коэффициента внутреннего давления микроэмульсий и показана возможность его использования в качестве индикатора структурных изменений прямых и обратных МЭ и для интерпретации характера изменения аналитического сигнала в спектроскопических и электрохимических методах анализа при варьировании состава микроэмульсий.

Изучены кислотно-основные и оптические характеристики хромофорных соединений ряда моноазосоединений в ионных и мицеллярных растворах катионных ПАВ пиридиниевого ряда, а также организованных средах на основе β-циклодекстрина и гидроксипропил-β-циклодекстрина. Определены составы ионных ассоциатов и комплексов включения, константы их устойчивости, кажущиеся константы диссоциации реагентов, оптические характеристики реагентов в системе реагент – ПАВ и реагент – циклодекстрин.

Найдены оптимальные условия реакции окислительной конденсации анилина с N,N-диметил-п-фенилендиамином. Установлен мицеллярно-каталитический эффект α-ПАВ.

Казанский ГУ, кафедра НХ. Исследованы реакции комплексообразования кобальта(II) и никеля(II) с тиоцианат-ионами и анионами ряда диалкилдитиофосфорных кислот в растворах неионогенных (НПАВ) и ионогенных ПАВ. Определены уравнения реакций образования тиоцианатных комплексов кобальта в воде и водных растворах НПАВ различного строения, проведено их количественное описание с использованием различных математических моделей. Установлено, что вхождение анионов $[\text{Co}(\text{NCS})_4]^{2-}$ в мицеллы обусловлено ассоциацией с катионами щелочных и щелочноземельных металлов, молекулярных катионов с протонированной первичной аминогруппой благодаря краун-эфироподобной координацией последних с оксиэтильными цепями НПАВ. Неионогенные ПАВ стимулируют образование в водных растворах бис-комплексов Ni(II) с рядом диалкилдитиофосфат-ионов $\{\text{DTP}; (\text{RO})_2\text{PSS}^-, \text{R} = \text{изо-}\text{C}_3\text{H}_7, \text{C}_4\text{H}_9, \text{C}_3\text{H}_{11}, \text{цикло-}\text{C}_6\text{H}_{11}\}$. Образованию дитиофосфатных комплексов Ni(II) благоприятствует удлинение алкильных радикалов лигандов и НПАВ, тогда как удлинение оксиэтильной цепи НПАВ затрудняет этот процесс. Для выбранных ионов DTP, исключая *изо-С₃Н₇* и *С₄Н₉*, обнаружен отрицательный эффект добавок солей щелочных металлов и аммония на образование никелевых комплексов. Солевой эффект предложено рассматривать с точки зрения взаимодействия ионов DTP с катионами соли и экстракции образующихся ассоциатов в мицеллы НПАВ. На основании полученных результатов сделаны выводы о местонахождении комплексов в мицеллах.

Метрология и стандартизация анализа; разработка стандартных образцов состава

Метрология и стандартизация анализа. Под эгидой Технического комитета по стандартизации ТК 288 "Приборы для определения состава и свойств газов и жидкостей" коллективом организаций, ответственных за контроль содержания вредных веществ в объектах воздушной производственной и окружающей среды, в том числе ГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, НПО "Химвтоматика", ЗАО "Химко", АНО "НИИ проблем охраны труда" ВНИИМС, ФЦ Госсанэпиднадзора, МПР и др., подготовлен и утвержден ГОСТ Р "Аспираторы. Общие технические условия". Создан стандарт, отражающий научно-обоснованные требования к приборам для отбора газовых проб, попадающим под государственный надзор за средствами измерений в санитарных, экологических целях, а также для обеспечения пожаро-взрывобезопасности. ГОСТ отвечает требованиям законодательной и нормативно-методической документации, принятой в Российской Федерации, в области промышленной санитарии, гигиены, экологии, охраны труда и техники безопасности (*НИИ проблем охраны труда*).

Уральским НИИ метрологии в целях совершенствования основных элементов метрологического обеспечения аналитического контроля разработаны рекомендации к межлабораторным сравнительным испытаниям при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий (совместно с *ВНИИМС*); общие требования к разработке смесей аттестованных; методы оценки показателей точности (правильности и прецизионности) методик количественного химического анализа.

С целью совершенствования элементов системы обеспечения единства измерений в области количественного химического анализа разработаны на основе методик Российской Федерации и направлены на рассмотрение национальным органам по стандартизации проекты рекомендаций по межгосударственной стандартизации для образцов для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции, оценки качества работы испытательной лаборатории пищевых продуктов и продовольственного сырья, проверки пригодности реактивов с истекшим сроком хранения, общих требований к смесям аттестованным и методам оценки показателей качества методик количественного химического анализа.

В рамках участия в работе технических комитетов ТК 335 "Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность" и ТК 343 "Качество воды" проведена метрологическая экспертиза 20 проектов государственных стандартов, устанавливающих методики анализа состава и свойств пищевых продуктов, природных и питьевых вод.

С целью проверки аккредитованных испытательных лабораторий на качество проведения испытаний проведен анализ и обобщение результатов всероссийских МСИ пищевой продукции, проведенных в 2001 г. Объекты испытаний: сухое молоко, сухари, кофе (в подготовленных по результатам анализа материалах обобщены результаты оценки качества испытаний, проведенных лабораториями-участниками МСИ, отмечены выявленные недостатки, в том числе в части метрологического обеспечения ряда методик испытаний, широко применяемых в аккредитованных лабораториях пищевой продукции). В соответствии с приказом Госстандарта России организованы

всероссийские МСИ в лабораториях пищевой продукции с использованием разработанных образцов для контроля состава сухарей, минеральной воды и кетчупа. По заданию Госстандарта России организованы МСИ нефтепродуктов в аккредитованных лабораториях нефтепромышленного комплекса. В рамках целевых проверок соблюдения метрологических норм и правил при государственном метрологическом надзоре осуществлена экспериментальная проверка качества испытаний в лабораториях ЦСМ.

С целью оценки качества выполняемых работ в лабораториях организаций и учреждений ФУ "Медбиоэкстрем" организованы и проведены МСИ в 15 клинико-диагностических лабораториях (КДЛ) и в 20 лабораториях службы ГСЭН. В качестве образцов для контроля в КДЛ были использованы контрольные лиофилизированные сыворотки фирмы HUMAN серии N/19 (Германия) с известным содержанием компонентов крови. В лабораториях службы ГСЭН в качестве образцов для контроля был использован ГСО 7886-2001 минерального состава природной воды, разработанный ФГУП "УНИИМ".

Институт провел значительную работу по совершенствованию метрологического уровня методик анализа. Проведена аттестация более 200 методик контроля состава объектов окружающей среды, экологически опасных отходов, горных пород, руд, готовой продукции, сырья, материалов по номенклатуре предприятий цветной и черной металлургии. Аттестованы четыре методики определения диметилгидразина в пробах почв, питьевых, природных и очищенных сточных водах, в воздухе рабочей зоны, в смывах с поверхностей; методика определения олова (II) в хлориде олова (для контроля качества радиофармпрепаратов) для использования в работе лабораторий ФУ "Медбиоэкстрем". Для той же организации проведена метрологическая экспертиза методики приготовления аттестованной смеси кальций-тринатриевой соли диэтилентриаминпентауксусной кислоты.

Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского (ВИМС) в качестве Федерального научно-методического центра лабораторных исследований и сертификации минерального сырья является головной организацией отрасли по вопросам метрологического обеспечения и стандартизации лабораторных научно-исследовательских и производственных работ. ВИМС аккредитован в качестве Органа по аккредитации в Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров), выполняющих количественные химические анализы полезных ископаемых (руд, горных пород), почв, грунтов, вод и других природных объектов, продуктов и отходов их переработки при поисковых геологоразведочных, геоэкологических и горнодобывающих работах в процессе испытаний, контроля или исследований этих объектов. В 2002 г. аккредитовано более 40 комплексных аналитико-минералогических лабораторий МПР РФ и лабораторий, осуществляющих производственный экологический контроль объектов окружающей среды, других ведомств. Продолжена работа по совершенствованию нормативных документов по системе управления качеством аналитических работ. Разработаны, согласованы с УНИИМ и утверждены следующие отраслевые нормативные документы:

- Стандарт отрасли. Управление качеством минералогических работ. Методики количественного фазового анализа горных пород, руд и техногенных образований. Разработка, аттестация, утверждение.

- Стандарт отрасли. Управление качеством аналитических работ. Статистический контроль воспроизводимости, правильности и точности результатов количественного химического анализа.
- Стандарт отрасли. Управление качеством минералогических работ. Аттестованные смеси для фазового анализа минерального сырья. Разработка, изготовление, применение".

Усовершенствованы ранее разработанные методики (инструкции) НСАМ с учетом требований ГОСТ Р 8.563-97, что позволяет использовать их как межотраслевые, в том числе и в сферах государственного метрологического контроля и надзора. В 2002 г. переработано 8 отраслевых методик

В *ГИРЕДМЕТе* проведена аттестация более 10 методик пробоотбора и анализа готовой продукции и отходов предприятий цветной металлургии.

Иркутский ГУ, химический факультет. Предложен алгоритм оценивания детерминированной постоянной и детерминированной случайной составляющей систематической погрешности с использованием математического аппарата планирования эксперимента. Алгоритм апробирован при метрологических исследованиях методики рентгенофлуоресцентного анализа волос на спектрометре с геометрией полного внешнего отражения первичного излучения и методики определения бенз(а)пирена с помощью метода низкотемпературной люминесценции.

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" и ООО "Мониторинг" разработали проект технического переоснащения ЦЗЛ ОАО «СЛАВНЕФТЬ-ЯРОСЛАВНЕФТЕОРГСИНТЕЗ» с учетом требований российских и международных стандартов, а также тенденций развития современных методов контроля качества нефти и нефтепродуктов. В проекте обоснована необходимость переоснащения ЦЗЛ НПЗ, отражено исходное состояние оснащения ЦЗЛ приборами и используемая нормативно-технологическая документация, проведено сопоставление этой документации с зарубежными стандартами. Поскольку лидирующая роль в мире по глубине переработки нефти принадлежит США, за основу взяты американские стандарты **ASTM**, с учетом требований ISO и EN (международные стандарты), а также DIN (Германия). Составлен перечень измерительных и испытательных приборов, предлагаемых для переоснащения ЦЗЛ ОАО «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез». Все они зарегистрированы в Государственном реестре средств измерений РФ. Это, например, ЯМР-спектрометр высокого разрешения типа АС, АМС, позволяющий определять содержание водорода и углерода в ароматических соединениях, ICP-MS спектрометр "Elan", обеспечивающий определение примесей металлов в нефти и нефтепродуктах с высокой точностью и чувствительностью, или хроматографический анализатор «IATROSCAN МК-5», позволяющий определять компонентный состав битумов. Даны рекомендации по приобретению приборов. Это такие приборы, как, например, хроматографы "931D", позволяющие выполнять определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов, фотометры РМ 750 или UV-2401РС, рН-метры типа РН402G, иономеры типа Delta-350 и др. Всего для первоочередного переоснащения ЦЗЛ ОАО «СЛАВНЕФТЬ-ЯРОСЛАВНЕФТЕОРГСИНТЕЗ» **рекомендовано 27 новых приборов и установок.**

Разработка стандартных образцов. Для градуировки и поверки, а также для сертификации лабораторных и промышленных хроматографов, применяемых при анализе природных (попутных) газов, **ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева и ООО "Мониторинг"** разработаны многокомпонентные газовые смеси, имитирующие состав природного газа (18 типов), и серосодержащие газовые смеси. Определение компонентов в газовых смесях проводится на базе хроматографа "Кристалл-2000М". Разработанные ГСО хранятся в специализированных баллонах из нержавеющей стали с электрополированной внутренней поверхностью.

ВИМС. Оценена стабильность химического состава отраслевого стандартного образца ОСО 275-95. Срок его действия продлен на 10 лет без внесения поправок в метрологические характеристики.

В **Новосибирском ИОХ СО РАН**, совместно с **ООО "ПЭП Сибэкоприбор"** разработан и утвержден тип ГСО состава тристеарина.

ОАО "Уралредмет" разработал стандартные образцы (в ранге СОП) состава лигатур, предназначенных для производства титановых сплавов для авиастроения и др.: СО лигатуры алюминий-молибден-ванадий-хром (К-4-1-), СО лигатуры алюминий-молибден-титан (АМТ), СО лигатуры алюминий-ванадий-титан-углерод (АВТУ), СО лигатуры алюминий-ниобий-кремний (АНК), СО лигатуры алюминий-цирконий-молибден-кремний (АЦМК), СО лигатуры алюминий-молибден-ванадий-хром-цирконий (К-4-2).

В **ГОУ УГТУ-УПИ** и **ФГУП Уральский электрохимический комбинат** изготовлен, аттестован и внесен в Государственный реестр комплект из шести стандартных образцов состава раствора урана (VI), имеющих в качестве аттестованных характеристик общую концентрацию ионов урана и концентрацию урана-235. Образцы предназначены для поверки и градуировки комплекса средств экспресс-анализа урансодержащих проб.

В области метрологического обеспечения стандартных образцов большую работу провел **Уральского НИИ метрологии**. Продолжены работы по созданию СО для метрологического обеспечения испытаний пищевой продукции, анализа объектов окружающей среды и питьевой воды по показателям безопасности.

Совместно с **ГНУ "ВНИИПБТ"** (Москва) разработаны 9 типов ГСО состава уксусного альдегида, метилового и этилового эфиров уксусной кислоты, метилового, пропилового, изопропилового, бутилового, изобутилового и изоамилового спиртов. СО предназначены для метрологического обеспечения испытаний этилового спирта, водок и водок особым путем градуировки газовых хроматографов, градуировки фотоэлектро-колориметров, контроля погрешности измерений и аттестации методик анализа.

Совместно с **НПАЦ "Эколан"** (Москва) разработан ГСО состава раствора гистамина дигидрохлорида. Образец аттестован на концентрацию гистамина дигидрохлорида и предназначен для градуировки фотоэлектроколориметров, спектрофотометров, флуориметров и спектрофлуориметров при определении гистамина в рыбе и продуктах ее переработки колориметрическим и флуориметрическим методами.

Совместно с **ЗАО "Экрос"** разработан ГСО состава сухарей пшеничных, аттестованный на массовые доли меди, свинца, цинка и кадмия и предназначенный для контроля погрешности определения токсичных элементов в хлебе, хлебобулочных и сухарных изделиях и аттестации МВИ. Разработан ГСО минерального состава природной воды. Образец аттестован

на содержание меди, свинца, цинка и кадмия и предназначен для контроля погрешности определения неорганических анионов в природной поверхностной и питьевой воде. Совместно с *ЗАО "Ормет"* разработан гоГСО состава медного концентрата. Стандартный образец предназначен для контроля погрешности методик определения содержания меди и основных примесей в медном концентрате и для аттестации методик анализа. Оказана методическая помощь различным предприятиям и организациям в разработке 11 типов СО категории "стандартный образец предприятия".

Проведены испытания двух типов анализаторов состава и свойств веществ и материалов для целей утверждения типа средств измерений, предназначенных для серийного производства и поставок по импорту. Проведена поверка 43 приборов и анализаторов.

Математизация и автоматизация

В *ГЕОХИ РАН* созданы теоретические основы научного направления – молекулярной информатики. Выявлены физические процессы, обеспечивающие приём, передачу и преобразование информации в супрамолекулярных системах. Раскрыт механизм, позволяющий за счет локальных изомер–изомерных превращений осуществить операции распознавания сложного первичного молекулярного образа и формировать канал передачи сигнала в считывающий центр. В крупных молекулярных системах (супрамолекулах) могут происходить процессы (например, фотосинтетические), связанные со сложными преобразованиями первичной информации, передачей сигналов в молекулярном пространстве и накоплением их. Физическая природа таких процессов не была окончательно ясной. Показано, что основным фактором является последовательная локальная изомеризация. Показано, при каких условиях возникают направленные сигналы и предложены методы расчета времени распространения сигнала. Рассмотрен вопрос о формировании узких каналов передачи информации, концентрации и переработки её при решении задач идентификации молекул при фермент–субстратных взаимодействиях. Результаты указывают на перспективы создания молекулярных компьютеров, имитирующих природные процессы, связанные, в частности, с работой с нечёткими множествами. Результат существенно опережает мировые достижения и может оказаться полезным для развития большого числа нанотехнических направлений, имеющих целью создание молекулярных фотосинтетических устройств, принципиально новых типов аналитических приёмников и преобразователей, специализированных компьютерных блоков и др. Предложены методы расчётов процессов в таких системах и их инженерного проектирования.

Обобщены результаты исследований и подведены итоги работ по созданию основ теории безэталонного качественного и количественного анализа методами спектроскопии. Опубликована монография: Л.А. Грибов, В.И. Баранов, М.Е. Эляшберг «Безэталонный молекулярный спектральный анализ. Теоретические основы.» М., Эдиториал УРСС, 2002, 350 с.

В *Томском ПУ на кафедре ФАХ ХТФ* разрабатывалось научное направление: феноменологическая теория аналитического сигнала. Исследовалась каркасная модель аналитических сигналов в форме симметричных пиков (Гаусса, производной логисты и Коши), используемых

как базовые при математическом описании реальных пиков в разных методах аналитической химии. На основе этой модели установлена количественная взаимосвязь математических моделей трех элементарных (базовых) пиков. Предложенная математическая модель позволяет описывать с помощью единого феноменологического уравнения форму пиков во всех методах аналитической химии, где сигнал имеет форму пика. Применялся способ исследования и компенсации систематических погрешностей различных этапов обработки аналитических сигналов на основе феноменологического моделирования поведения аналитических сигналов. Предложен способ нестатической оценки и компенсации систематической погрешности различных этапов обработки аналитических сигналов. Способ позволяет повысить правильность и воспроизводимость результатов вольтамперометрического анализа. Этот способ может быть также использован при корректировке результатов конкретных методик вольтамперометрического анализа.

В *МГУ, на кафедре АХ* начаты работы в области применения нового метода анализа данных - метода опорных точек, Support Vector Machine, SVM. На ряде примеров показано, что в задачах классификации SVM дает более точные результаты, чем обычные методы, включая искусственные нейронные сети.

Использование ЭВМ для решения отдельных задач в различных областях аналитической химии. Квантово-химическими методами по комплексу программ «LEV» оценена возможность реализации различных вариантов протонирования ароматических альдегидов — аналитических реагентов на первичные ароматические амины. Показана возможность депротонирования, а также сосуществование и структурное сближение моно- и дипротонированных форм ароматических альдегидов. Обнаружено, что присутствие диметиламино- и винильной групп в молекулах ароматических альдегидов приводит к увеличению положительных значений молекулярных электростатических потенциалов и величины потенциалов на атоме углерода функционально-аналитических групп альдегидов. Построены ряды реакционной способности альдегидов по отношению к первичным ароматическим аминам (*Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГАУ, кафедра химии; ГЕОХИ РАН*).

Установлена линейная связь между потенциалами восстановления, димеризации, потенциалами точки полуэквивалентности при титровании катионов арилдиазония $\text{XC}_6\text{H}_4\text{N}^+\equiv\text{N}$ и квантовохимически рассчитанными значениями сродства к электрону (A) и энергиями стабилизации радикалов, образующихся при восстановлении диазоний-катионов. Найдены 66 линейных корреляций между частотами (ν), характеризующими совокупность валентных колебаний связей фрагмента $\text{C}-\text{N}^+\equiv\text{N}$ катионов $\text{XC}_6\text{H}_4\text{N}^+\equiv\text{N}$, и порядками связей $\text{N}\equiv\text{N}$ и $\text{C}-\text{N}$, зарядами на атомах углерода в пара-положениях ароматических колец молекул $\text{C}_6\text{H}_5\text{X}$, мезомерными дипольными моментами (μ) заместителей X. Установлены 12 количественных соотношений, связывающих величины μ со значениями A и ν . Зависимости характеризуются сравнительно высокими коэффициентами корреляции. По ним могут быть рассчитаны величины потенциалов, значения сродства к электрону, частоты колебательных спектров катионов арилдиазония, а также мезомерные дипольные моменты атомных групп в органических молекулах,

аналитические характеристики фотометрических реакций азосочетания (*Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ*).

Пробоотбор и пробоподготовка

Отбор и подготовка проб являются начальной стадией анализа и в значительной степени определяют результат анализа в целом.

В работах, проведенных в *Иркутском ГУ*, оценены погрешности ($S_{\text{про}}$) отбора проб при экологическом мониторинге: определении загрязняющих веществ в газопылевых потоках (ГПП) организованных источников загрязнения атмосферы; атмосферных аэрозолей; в нерастворимых остатках снежного покрова; почвах и растениях. Установлено, что наибольшие значения $S_{\text{про}}$ имеют место при отборе проб ГПП: они изменяются от 20 до 120% в зависимости от типа технологического процесса. Наилучшей представительностью характеризуются пробы почв: для большинства элементов $S_{\text{про}}$ незначима.

В *Томском ГУ* предложен новый метод неразрушающего "сухого" (без использования жидкости) отбора пробы металлсодержащих объектов с использованием ионопроводящих полиакрилатов. Исследована эффективность гетерофазной сорбции металлов (на примере меди, свинца) в зависимости от типа пробоотбирающего (со)полимера (состав и структура полимерной матрицы, природа и содержание модификаторов: ионы щелочных металлов, растворитель, комплексообразователь).

Одна из работ посвящена инструментальному оснащению стадии пробоподготовки. В *Уральском ГЭУ* разработан опытный образец ультрафиолетового облучателя-минерализатора УФОМ-400 для минерализации органических веществ в водных растворах. Минерализатор состоит из электронного блока и блока пробоподготовки, соединенных кабелем сопряжения. Электронный блок выполняет функции питания и управления параметрами фотолиза (питание от сети 220-230 В, 50 Гц, время облучения 60-90 минут, температура – 60-90 °С). Блок пробоподготовки включает люминесцентную лампу высокого давления, стенд-держатель с установленными на нем пробирками объемом 10-15 см³ для 7-9 образцов; вентилятор для принудительного воздушного охлаждения рабочей емкости. После завершения процесса облучения устройство автоматически отключается. Проведены лабораторные испытания опытного образца УФ-облучателя. Степень разрушения органических компонентов и правильность выбора параметров процесса оценивали при анализе обработанных на установке проб и модельных растворов с применением методов инверсионной вольтамперометрии и атомно-абсорбционной спектрометрии. Испытания показали эффективность разрушения органических компонентов при их содержании в пробах до 500 мг/дм³.

Разложение органической матрицы с целью подготовки проб пищевых продуктов к инструментальному определению йода исследовано в *Кубанском ГУ*. Проведен сравнительный анализ различных способов пробоподготовки для инверсионно-вольтамперометрического определения массового содержания йода в некоторых продуктах. Отмечено, что при пробоподготовке хлеба, хлебобулочных и молочных продуктов предпочтительно щелочное спекание, а при анализе минеральных вод – электрохимическая пробоподготовка.

В *ИПЭЭ РАН* оптимизирован процесс подготовки проб к изомер-специфическому определению высокотоксичных органических соединений – полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в почве, воде, воздухе, биологических объектах и пищевых продуктах. Силанизирование лабораторной посуды, усовершенствование процесса экстракции и очистки экстракта позволило уменьшить вероятность переноса загрязнений и улучшить воспроизводимость результатов.

В ряде работ в качестве стадии подготовки проб рассматривается концентрирование. Так, в *Институте монокристаллов НАН Украины* продолжено исследование низкотемпературной направленной кристаллизации водных растворов различной степени минерализации с целью концентрирования определяемых микропримесей. Получены уравнения, описывающие зависимость характеристического коэффициента распределения микропримеси от уровня содержания минеральных солей в воде – от "ультрапресной" до "соленой" (2500 мг/л). Там же показана возможность группового сорбционного концентрирования примесей Al, Cd, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn, содержащихся в нелинейно-оптических монокристаллах дигидрофосфата калия. Определяемые примеси в виде комплексов с 8-оксихинолином сорбируют на активном угле с последующим атомно-эмиссионным или рентгенофлуоресцентным анализом концентрата.

Несмотря на значимость отбора и подготовки проб, разработке теоретических и прикладных аспектов этих методов уделяется недостаточно внимания, а уровень и способы решения практических задач не всегда отвечают требованиям методов определения. Несомненно, больше внимания должно быть уделено современным способам подготовки проб, в том числе использованию закрытых систем с различными способами нагрева, а также проточных систем. Проблемы пробоподготовки рассматриваются и в других разделах отчета, например, связанных с концентрированием, определением отдельных элементов, анализом различных объектов и др.

МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методы обнаружения и идентификации. Вещественный и фазовый анализ

В *ИК СО РАН* успешно развивается метод дифференцирующего растворения (ДР). На основе результатов математического моделирования процессов ДР обобщены основные закономерности, определяющие возможность селективного разделения сложных твердых веществ, содержащих фазы переменного состава. Сформулированы правила унификации условий ДР при анализе объектов различного состава и структуры, правила расчета и представления результатов анализа многоэлементных многофазовых объектов, включая данные о стехиометрии и количественном содержании фаз переменного состава. Методом ДР проведено определение стехиометрии и количественного содержания фаз постоянного и переменного состава в поликристаллических и аморфных веществах: дисперсных гетерогенных катализаторах, носителях и сорбентах, продуктах механохимического синтеза, в т.ч. интерметаллидов Ni-Al и Co-Al, модифицированных добавками Cr, Mn, Mo, Ni, Ti, W, в пробах атмосферных аэрозолей.

В *лаборатории ФХМА ИХТТ УрО РАН* продолжено исследование проблемы химической идентификации форм нахождения микроколичеств радиоактивных и стабильных элементов в водных растворах методами распределения. Выполнен обзор мировой литературы за период 1985-2002 гг. по инструментальным и комбинированным методам химической идентификации микрокомпонентов в растворах и моделированию процессов их межфазного распределения. Проведено теоретическое и экспериментальное моделирование сорбционных процессов, происходящих в речной воде технических водоемов П/О "Маяк" Челябинской области. Показано, что в такой воде образуются микроколичества метастабильного сульфата кальция, обладающего повышенным сорбционным сродством к микроколичествам Cs, Sr, U, и тем самым экспериментально обоснована возможность образования в ряде технических водоемов П/О "Маяк" сорбционных коллоидов с участием радионуклидов Cs, Sr, U, Am, Pu..

В *ИОНХ РАН* развит подход к определению форм нахождения атома в твердом теле, основанный на регистрации отношения интегральных интенсивностей последней эмиссионной линии (ПЭЛ) любой рентгеновской серии к интегральной интенсивности линии той же серии, обусловленной электронным переходом между внутренними электронными уровнями (относительной интегральной интенсивности – ОИИ ПЭЛ). Такого рода аналитический сигнал в основном модулирован химическим состоянием излучающего атома. Этот подход может быть реализован как в электронно-зондовом, так и в рентгенофлуоресцентном вариантах. Принципиальным преимуществом рассматриваемого аналитического сигнала является то, что величина его практически не зависит от аппаратурной функции спектрометра, и он может успешно регистрироваться на стандартном аналитическом оборудовании в сочетании с регистрацией интенсивности ярких линий для определения содержания данного элемента. С помощью ОИИ ПЭЛ во многих случаях удастся установить ряд характеристик электронного состояния атома в пробе и определить форму его нахождения.

Высокая воспроизводимость ОИИ позволяет также следить за изменением ближайшего окружения атома со временем в лабильных соединениях.

В *Самарском ГУ* разработана система идентификации материалов природного и синтетического происхождения, основанная на альтернативных измерениях (совокупности нескольких операций, произведенных над объектом независимыми методами) и обработке полученных аналитических сигналов с помощью метода распознавания образов. В качестве объектов исследования использованы образцы моторных масел, маникюрных лаков ряда зарубежных производителей, бензины товарных марок А - 76, АИ - 92, АИ - 95, фармацевтические и наркотические препараты, пасты шариковых ручек. На основе методологии распознавания образов предложены, рассчитаны и сведены в библиотеки параметры, лежащие в основе идентификации этих объектов. Методики идентификации моторных масел, бензинов, лекарственных препаратов внедрены в практику работы Самарской лаборатории судебной экспертизы МЮ РФ.

Методы разделения и концентрирования

Сорбция. На *кафедре АХ МГУ* исследован механизм извлечения ряда элементов в виде пирролидиндитиокарбаминатных комплексов из водных растворов на тонкослойных целлюлозных фильтрах в динамических условиях. Показано, что V, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pb и As, Bi, Se количественно извлекаются в виде пирролидиндитиокарбаминатных комплексов на обычных целлюлозных и парафинизированных фильтрах из речной, морской и болотной воды, а также из почвенной вытяжки.

В статическом и динамическом режимах изучена сорбция молибденовых гетерополисоединений (ГПС) кремния и фосфора на различных сорбентах. Значения коэффициентов распределения в области линейности изотерм сорбции увеличиваются в ряду сорбентов: SiO_2 -ЧАО < ХАД 8 < ХАД 7 < ППУ 5-30. Оптимизированы условия динамического сорбционного концентрирования ГПС на сорбенте Amberlite ХАД 8. Коэффициент концентрирования с учетом десорбции ацетонитрилом составил 500 для фосфора и 200 для кремния.

С использованием линейной модели динамики сорбции определены условия концентрирования фенола на микроколонке, заполненной сверхсшитым полистиролом MN-200. Оптимизированы условия "on-line" определения фенола и его хлорзамещенных методом ОФ ВЭЖХ с амперометрическим детектированием. Предел обнаружения фенола при концентрировании из 30 мл пробы составил 3 нг/л, хлорфенолов - 15 нг/л. Разработанная методика применена для определения фенолов в водопроводной и речной воде.

Исследовано влияние поверхностно-активных веществ (ПАВ) - катионных (бромид триметилцетиламмония, бромид цетилпиридиния, перхлорат тетрабутиламмония) и неионногенного ОП-7- на иммобилизацию 4-(2-пиридилазо)резорцина (ПАР) на силикагелях трех видов - Силохром С-120 (200-350 мкм), Силохром С-120 (315-500 мкм) и Силохром С-80 (200-350 мкм)]. Установлено, что неионногенный ПАВ на сорбцию ПАР не влияет. Влияние катионных ПАВ усиливается в ряду: перхлорат тетрабутиламмония < бромид триметилцетиламмония < бромид цетилпиридиния. Изучена сорбция комплексов лантана, тербия и эрбия с арсеназо II, арсеназо III,

карбоксииарсеназо и хлорфосфоназо III на силикагеле Силохром С-120 в присутствии бромида тетрабутиламмония (ТБА). Определены коэффициенты диффузионного отражения и молярные коэффициенты цветометрических функций сорбатов. Показано, что концентрирование комплексов на твердой матрице в присутствии ТБА позволяет повысить чувствительность определения РЗЭ в 5-50 раз по сравнению с растворами; использование цветометрических характеристик дает выигрыш еще на 1,5-2 порядка.

Предложен экспрессный способ закрепления органических реагентов на поверхности целлюлозы. Получены тонкослойные целлюлозные фильтры, содержащие три-*n*-октиламин, для извлечения анионных форм благородных металлов из хлоридных растворов сложного состава. Определены термодинамические и кинетические параметры сорбции палладия. С использованием математической модели динамики сорбции проведено сравнение потенциальных возможностей полученного сорбента с возможностями сорбентов, предложенных ранее. Показано, что золото и палладий количественно извлекаются на тонкослойных сорбционных фильтрах из растворов, содержащих 10^5 -кратные количества порообразующих и сопутствующих элементов, а также из растворов, полученных после кислотного разложения сульфидной руды и некоторых пород.

ГЕОХИ РАН. Разработана экспериментальная система и предложен способ осуществления твердофазного разделения и анализа смесей ионов, Способ основан на применении гомогенных ионообменных мембран для разделения фронтов ионов анализируемой смеси и явления макроскопического электрического поля в нестационарном процессе многокомпонентного ионного обмена для локального детектирования фронтов ионов внутри ионообменника. Принцип твердофазного детектирования ионных компонентов базируется на электрических эффектах кинетики многокомпонентного ионного обмена (МИО). Нарушение электрического баланса в многокомпонентной ионообменной системе возникает из-за различной подвижности ионов и порождает в ней электрические поля, которые приводят к нелинейным кинетическим эффектам ионного обмена. Гипотеза о возникновении макроскопического электрического поля в процессе нестационарного МИО, выдвинутая исполнителями работы при построении математической модели этого процесса, была подтверждена прямыми экспериментами на специальных установках. На них впервые наблюдалось указанное явление в виде электрических эффектов трех типов: срыв основного режима; обратимое нарушение основного состояния и автоколебания; реакция системы на ввод микрокомпонента в виде узкого одиночного пика. Предложен способ твердофазного разделения и определения смесей ионов с использованием разделяющей способности ионообменника и явления макроскопического электрического поля в нестационарном МИО и найден ряд режимов его осуществления на примерах смесей щелочных катионов. Найдены основные характеристики разрабатываемого метода анализа ионных смесей. В частности, его чувствительность позволяет определять содержание ионов в количестве $10^{-14} - 10^{-15}$ моль/л

ГЕОХИ РАН, совместно с **ИЭТП,** на основе природных цеолитсодержащих туфов разработали органоцеолиты, характеризующиеся катионообменными, анионообменными, адсорбционными и бактерицидными

свойствами, а также высокой селективностью к кислородсодержащим анионам. Изучена сорбция урана на орнаноцеолите из карбонатсодержащих маломинерализованных поверхностных вод. Показана высокая селективность орнаноцеолита к урану. Получены равновесные и кинетические характеристики процесса, позволившие выбрать математическую модель, описывающую сорбцию урана на орнаноцеолите в динамических условиях. Осуществлен расчет времени защитного действия слоя орнаноцеолита по отношению к урановому карбонатному комплексу. Показано, что при скорости фильтрования 1 м/час через слой сорбента 1 м очистка воды на 2 порядка обеспечивается в течение 3/4 года.

ИНЭОС РАН. С целью создания эффективных сорбентов для выделения трансурановых элементов с использованием запасов сырья для производства отравляющих веществ (дихлорангидрид метилфосфоновой кислоты) созданы новые дешевые экстрагенты и сорбенты урана, плутония и америция: бидентатные комплексообразователи – О-алкил-(N,N-дибутилкарбамоил-метил)-метил-фосфинаты с различными О-алкильными группами).

Иркутский ГУ. Продолжены исследования азот- и серосодержащих полимеров в качестве сорбентов. Исследованы сополимеры с дитиокарбаматными группами, дивинилсульфидом и винилпиридином. Установлены емкостные и кинетические характеристики в зависимости от концентрации и природы кислот для благородных металлов и ртути. На их основе разработана сорбционно-атомно-абсорбционная методика определения золота и серебра в рудах.

В **ИГЕМ РАН** синтезирован новый класс полимерных комплексообразующих сорбентов на основе азосоединений макропористого аминосополимера стирола с дивинилбензолом и различных пара-замещенных анилина для концентрирования золота из растворов минеральных объектов. С применением полистирол-азо-2-аминобензола разработан надежный, экспрессный и эффективный сорбционно-атомно-абсорбционный метод определения золота.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Исследована возможность иммобилизации 7 комплексообразующих органических реагентов различных классов на ксерогелях на основе опоки и силикатного клея. Предложен принцип закрепления водорастворимых органических реагентов на ксерогели с помощью катионных и неионных ПАВ.

Казанский ГТУ. Проведены исследования физикохимии металлокомплексных желатин-иммобилизованных матричных имплантантов. Выявлена возможность формирования желатин-иммобилизованных гетероядерных гексациано-ферратов(II) в реакциях электрофильного замещения в системах $M \rightarrow Fe(III)$ ($M = Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Cd$). Установлен состав образующихся в ходе этих процессов гетероядерных гексацианоферратов(II), содержащих ионы поименованных выше металлов в кристаллической решетке. Охарактеризована кинетика их формирования в условиях желатин-иммобилизованных матричных систем. Исследованы характер и природа продуктов синтеза. Показана возможность использования полученных систем в качестве эффективных сорбентов ионов d -элементов, в частности токсичных и благородных. Охарактеризована кинетика процессов сорбции ионов $Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II)$ с использованием $Mn_2[Fe(CN)_6]^-$, $Co_2[Fe(CN)_6]^-$, $Ni_2[Fe(CN)_6]^-$, $Cu_2[Fe(CN)_6]^-$, $Zn_2[Fe(CN)_6]^-$, $Cd_2[Fe(CN)_6]^-$ и $Fe_4[Fe(CN)_6]_3^-$ -желатин-иммобилизованных имплантантов.

Экстракция. МГУ, кафедра АХ. Исследованы экстракционные и электрохимические свойства нового растворителя - ионной жидкости (ИЖ), гексафторфосфата метилбутилимидазолия. Получены корреляционные уравнения, связывающие коэффициенты распределения в ИЖ с коэффициентами распределения в обычные растворители. Показано, что фенолы хорошо извлекаются в ИЖ, преимущественно – в молекулярной форме. Благодаря электропроводности растворителя фенолы можно вольтамперометрически определять непосредственно в ИЖ без использования фонового электролита.

Изучены закономерности сверхкритической флюидной экстракции ряда органических кислот и их метиловых эфиров из водных растворов без использования органического растворителя.

Казанский ГУ, кафедра АХ. Синтезированы 5 новых азаподандов с концевыми фосфиноксидными группами. Исследованы их ионофорные и транспортные свойства. Установлены основные закономерности мембранной экстракции неорганических кислот и оксикислот при использовании аминоксидных соединений в качестве переносчиков.

ИПТМ РАН, лаборатория ЯФ и МСМА, совместно с ИФВ РАН и ИФТТ РАН. Исследованы экстракционные свойства полифункциональных кислот $R_2P(O)CH_2P(O)Ph(OH)$ (R - октил, фенил, толил, анизил, октил) по отношению к U, Th, Am, и РЗЭ в азотнокислых средах. Установлено, что эти элементы эффективно экстрагируются в интервале $C_{HNO_3} = 0,1-7$ моль/л. Экстракционная способность реагентов с арильными заместителями при R=O группе выше, чем для октилзамещенной кислоты и существенно превышает экстракционную способность нейтрального аналога – диоксида $Ph_2P(O)CH_2P(O)Ph_2$. Макропористый сорбент, импрегнированный данными реагентами, использован для концентрирования элементов из азотнокислых растворов.

ИХТТ УрО РАН. Показана возможность использования ассоциата ванадия(V) с изододециловым спиртом (ИДС) для экстракционно-фотометрического определения ванадия(V). Методами ИК- и КР-спектроскопии установлено, что экстракция проходит по гидратно-сольватному механизму с образованием ассоциатов, в которых катионом является гидратированный и сольватированный ион оксония, а анионом – тетрахлоридный комплекс катиона оксованадия (V). Определены важнейшие химико-аналитические характеристики экстрагируемого комплекса.

ИНХ СО РАН. Разработана методика мицеллярного концентрирования анионных комплексов металлов и гидрофильных поверхностно-активных веществ. Подход основан на надмолекулярных структурных переходах, происходящих в мицеллярных растворах оксиэтилированных ПАВ при изменении состава исчерпываемой и органической фаз. Показана возможность концентрирования Pt(IV), Pd(II), Au(III), Ir(IV) и Fe(III) с коэффициентами концентрирования до 10^3 . Различными методами (в том числе и численным моделированием) исследованы структура полярной нанополости мицелл, числа агрегации, размер и форма мицелл, а также ионный состав в различных экстракционных системах. Показано, что для реализации экстракции по механизму анионного обмена с частичной дегидратацией обменивающихся ионов следует создавать сфероцилиндрические мицеллы с высокой плотностью поверхностного заряда, числами агрегации ~ 140 и низким содержанием "связанной" воды.

ИХТТ УрО РАН, лаборатория ФХМА. Исследовано коллоидно-экстракционное поведение микроколичеств сульфатов стронция и кальция по отношению к расплаву парафина в модельных растворах и природной речной воде. Показана возможность определения в диапазоне концентраций (1 мкг/л - 10 мг/л) доли стронция и кальция в форме труднорастворимых сульфатов в пресной воде комбинированным методом "коллоидно-химическая экстракция в расплав парафина – масс-спектрометрическое окончание".

Другие методы. На **кафедре АХ СПбГУ** выявлены аналитические возможности и оптимальная область применения двух новых методов разделения веществ – хроматомембранной газовой экстракции и хроматомембранной абсорбции. Теоретически и экспериментально доказано, что эти методы позволяют многократно сократить продолжительность стадии пробоподготовки при определении органических загрязнителей в природных водах и полярных неорганических и органических примесей в атмосферном воздухе по сравнению с традиционными вариантами газовой экстракции и жидкостной абсорбции. Применение хроматомембранных методов особенно эффективно для непрерывного выделения определяемых веществ из потока анализируемой среды в режиме on line и для автоматизации пробоподготовки в парофазном и проточно-инжекционном анализе. Разработаны теоретические основы и схема хроматомембранной газоэкстракционной технологии непрерывной очистки воды от растворенного кислорода. Эта технология может быть использована как для решения препаративных аналитических задач, связанных с удалением растворенного кислорода, так и для решения технологических задач деаэрации воды в атомной и тепловой энергетике и электронной промышленности. Установлено, что хроматомембранная газовая экстракция позволяет осуществлять непрерывную очистку воды высокой чистоты, насыщенной воздухом, от растворенного кислорода до концентрации менее 50 мкг/л с производительностью 1 л/мин при объеме массообменного слоя 100 см³.

Представленные материалы по методам разделения и концентрирования свидетельствуют о традиционно хорошем уровне работ по сорбционным и экстракционным методам разделения и концентрирования неорганических ионов и органических соединений. Продолжались исследования свойств новых и ранее известных сорбентов разных типов, среди которых можно отметить разработанные в ГЕОХИ РАН совместно с ИЭТП органоцеолиты. Все более широкое применение находит динамический способ сорбционного концентрирования. Интересные работы выполнены в МГУ по исследованию экстракционных свойств ионной жидкости – гексафторфосфата метилбутилимидазония. Получили развитие новые методы разделения веществ – хроматомембранная газовая экстракция и хроматомембранная абсорбция (СПбГУ, кафедра АХ). В целом, можно отметить, что выполненные в 2002 г. научные исследования отражают мировые тенденции в развитии методов разделения и концентрирования. В то же время вызывает беспокойство сокращение числа организаций, приславших свои отчеты в НСАХ по итогам 2002 г., по сравнению с предыдущими годами.

Титриметрические методы

На *кафедрах АХ Омского ГУ и МГУ* разработан способ корректного моделирования кривых титрования, учитывающий возможность неколичественного протекания реакций. Способ включает расчет степени протекания реакции по известной константе равновесия с учетом стехиометрии реакции, начальной концентрации титруемого раствора, побочных процессов и разбавления раствора в ходе титрования. Исследовано изменение степени протекания реакций разного типа в процессе титрования. Способ позволяет прогнозировать применимость разных титрантов, оптимизировать условия их применения и априорно оценивать систематические погрешности анализа. Способ реализован в виде комплекса расчетных программ для ЭВМ и может быть использован при создании новых методик титриметрического анализа.

Предложен ряд теоретических критериев, позволяющих адекватно прогнозировать число, высоту и положение скачков на кривой титрования металла низкодентатным лигандом, исходя из условных констант устойчивости комплексов разной насыщенности и концентрации титруемого раствора. Выведены приближенные формулы для априорной оценки высоты скачков. Правильность выведенных формул подтверждена при компьютерном моделировании и потенциометрическим методом. Предложен алгоритм теоретического отбора перспективных титрантов (низкодентатных лигандов), дающих единственный скачок на кривой титрования, несмотря на ступенчатый характер реакции, отобраны перспективные титранты (фенантролин, глицин, сульфосалицилат и др.). Возможность применения таких титрантов подтверждена при потенциометрическом титровании модельных растворов (0,1 – 0,001 моль/л) с ионселективными электродами. Те же реакции можно использовать для определения органических веществ. Метрологические характеристики методик не уступают характеристикам методик комплексометрического титрования тех же металлов. Преимуществом новых титрантов является большая селективность, а недостатком – более высокая нижняя граница определяемых концентраций.

Для метода комплексометрического титрования выявлен ранее неизвестный источник систематических погрешностей, связанный с неколичественным протеканием реакций. Погрешность выражается в смещении точки перегиба относительно точки эквивалентности и, соответственно, к получению систематически завышенных результатов. Теоретическим путем и в компьютерном эксперименте установлены зависимость величины этой погрешности от условий титрования, состава и прочности образующихся комплексов, а также условия, когда этой погрешностью можно пренебречь.

Кинетические методы

Институт монокристаллов НАН Украины. С применением предложенной ранее индикаторной реакции восстановления бицинхонината меди(II) в среде 15%-ого пропанола-2 разработан дистилляционно-кинетический метод определения до $1 \cdot 10^{-5}$ % мас. сульфатов в оксиде алюминия и монокристаллах сапфира. Образующийся в процессе термического разложения сульфатов диоксид серы улавливается раствором пропанола-2 с последующим кинетическим анализом концентрата.

Показано, что нижнюю границу определяемых содержаний селена (IV) по реакции окисления комплекса железа (II) с ЭДТА нитрат-ионами можно уменьшить до $4 \cdot 10^{-10}$ г/мл, если заканчивать определение получением азокрасителя из образующейся в этом процессе азотистой кислоты. Метод применен для определения 0,3–2 мг/л селена в пищевых концентратах полифенолов, получаемых из винограда.

Показано, что катионное ПАВ, бромид цетилпиридиния, в концентрациях ниже критической концентрации мицеллообразования существенно повышает скорость индикаторной реакции образования комплекса Al(III) с ксиленоловым оранжевым, катализируемой карбонат-ионами, что в сочетании с предложенными методами маскирования сопутствующих ионов позволяет снизить предел обнаружения карбонат-ионов до 0,01 мкг/мл (в отсутствие ПАВ предел обнаружения равен 0,2 мкг/мл).

МГУ, кафедра АХ. Разработаны каталитические методы определения водорастворимых азотсодержащих полимеров (полиэтиленимина, хитозанов) на уровне 10^{-10} – 10^{-7} М с использованием их активирующего или ингибирующего действия в катализируемой медью(II) реакции окисления гидрохинона пероксидом водорода. Обнаружено ингибирующее действие никеля в реакции окисления 3,3',5,5'-тетраметилбензидина периодатом, изучена кинетика этой реакции на кремнеземе ("Сорбтон-8"), сделано предположение о причинах ингибирующего действия металла и разработана методика определения никеля.

Биохимические и биологические методы

Ферментативные методы. На *кафедре АХ Казанского ГУ* разработан новый метод обнаружения и количественной оценки аффинных взаимодействий, протекающих на поверхности графитовых и золотых электродов, модифицированных ДНК. Метод основан на использовании электрохимически активного индикатора – производного фенотиазина, вступающего в реакцию с ДНК и в то же время окисляющегося в реакции, катализируемой пероксидазой, соиммобилизованной с ДНК на поверхности электрода. Сигналом сенсора служит ток восстановления окисленной формы индикатора, образующейся в пероксидазной реакции. На основе данного гибридного биосенсора предложены высокочувствительные методы определения сульфонамидных препаратов, антител к ДНК и интеркаляторов – загрязнителей окружающей среды.

Предложены биферментные сенсоры на основе планарного печатного графитового электрода с пероксидазой и холинэстеразой, соиммобилизованными путем кросс-сшивки глутаровым альдегидом. Биосенсор испытан при тестировании сточных вод промышленных предприятий Казани.

Разработаны холинэстеразные сенсоры на основе графитовых электродов, модифицированных каликсаренами. Присутствие модификатора расширяет круг определяемых соединений и увеличивает чувствительность определения ионов металлов за счет процессов образования комплексов гость-хозяин, протекающих на поверхности сенсора с участием субстратов и эфффекторов холинэстеразы. Показана возможность определения ряда органических кислот в милли- и микромолярном диапазоне их концентраций.

На *кафедре НХ Казанского ГУ* изучается влияние металлов на каталитическую активность ферментов. Спектрофотометрически установлено образование комплекса состава 1:1 цинк(II)-протеиназа гриба *Candida albicans* ($\lg\beta = 4.73 \pm 0.2$) с координацией через фрагмент серина. Разработан способ иммобилизации протеиназы в полимерный носитель на основе цитрата целлюлозы комбинированием механического включения и ковалентной сшивки глутаровым альдегидом. Константа связывания комплекса рассчитана по графику Скэтчарда ($K_a = (3.1 \pm 0.2) \cdot 10^9$ моль⁻¹).

С использованием данных УФ-спектроскопии, вольтамперометрии и метода математического моделирования предложен механизм комплексообразования Fe(III) с различными формами ДНК. С учетом влияния среды, pH и различных форм существования Fe(III) в данных условиях установлен состав комплексов Fe(III)-ДНК: Fe(III)L (L – нуклеотид) для нативной ДНК, Fe₂L для термически денатурированной ДНК, Fe₉L₄ для иммобилизованной на нитроцеллюлозе денатурированной ДНК. В последнем случае реализуется максимальное соотношение нуклеотид-Fe(III). Денатурированная иммобилизованная ДНК как наиболее эффективный лиганд используется в качестве биочувствительной части амперометрического сенсора, разработанного для контроля за содержанием Fe(III) в сыворотке крови больных и здоровых людей, оценки токсичности Fe(III), а также для определения в сыворотке противоопухолевых препаратов на основе Fe(III).

На *кафедре АХ МГУ* показана перспективность применения нативного и иммобилизованного фермента из кишки тюленя для высокочувствительного и селективного определения ионов цинка (металла-кофактора) по их ингибирующему действию на фермент со спектрофотометрическим ($C_n = 1$ мкг/мл) и визуальным ($C_n = 0,1$ нг/мл) контролем скорости реакции гидролиза *p*-нитрофенилфосфата. На основе реактивирующего действия цинка на апофермент щелочной фосфатазы из тонкой кишки тюленя, полученного с использованием ЭДТА в качестве хелатирующего агента, разработана методика определения ионов цинка в диапазоне концентраций 0,01-0,1 мкг/мл. Методика применена для определения цинка в сыворотке крови.

Разработаны методики определения ртути(II) и метилртути ($C_n = 10$ нМ и 1 мкМ соответственно) по их ингибирующему действию на алкогольдегидрогеназу (АДГ) из печени лошади. Предложен способ получения апофермента АДГ из печени лошади с использованием различных хелатирующих агентов и диализа.

Получены высокоактивные и стабильные препараты АДГ из пекарских дрожжей, иммобилизованные физически на силикагеле и ковалентно – в альбумине с использованием глутарового альдегида в качестве сшивающего агента. Методом физической сорбции на силикагеле впервые получен иммобилизованный препарат апоАДГ из пекарских дрожжей.

В целях создания тест-устройств многократного использования для определения биологически активных веществ на основе высокостабильной иммобилизованной пероксидазы из корней хрена разработаны способы ковалентной иммобилизации этого фермента на силикагелях, активированных амино- и эпокси-группами, с применением глутарового альдегида в качестве сшивающего агента. Изучены кинетические параметры индикаторной реакции окисления *o*-дианизидина пероксидом водорода в присутствии полученных препаратов фермента.

Иммуноферментные методы. На *кафедре ХЭ МГУ* получены иммунореагенты (специфические антитела, конъюгаты с белками) для определения антибиотиков ампициллина и тетрациклина. Разработана иммуноферментная тест-система для определения ампициллина в воде с ПО 1,5 нг/мл. Начаты исследования по адаптации разработанной тест-системы для определения ампициллина в молоке.

Разработан метод мембранного дот-анализа для определения белка-переносчика жирных кислот (БПЖК) в сыворотке крови с ПО 29 нг/мл, пригодный для целей экспресс-диагностики инфаркта миокарда.

Выбраны материалы и оптимизированы условия проведения иммунохроматографического определения гаптенных с использованием пероксидазы хрена в качестве метки. Показаны преимущества использования реакции окисления 3-амино-9-этилкарбазола перборатом натрия для определения пероксидазы на поверхности нейлона. Разработан экспресс-метод полуколичественного определения гормона прогестерона в сыворотке крови с ПО 100 нМ.

Получены иммунореагенты (антитела, конъюгаты с белками, ферментами и флуоресцентными соединениями) для определения пестицидов: хлорсульфурина, атразина, метсульфурон-метила, пентахлорфенола, ДДТ и др., а также детергентов линейных алкилсульфонатов и нонилфенола. Разработаны экспрессные методики определения 0,1 нМ ДДТ методом поляризационного флуороиммуноанализа и иммуноферментного анализа как с фотометрической, так и с хемилюминесцентной детекцией. Метод был адаптирован для проведения анализа в проточной системе, что позволило проводить постоянное определение ДДТ с производительностью до 10-20 образцов в час. Предложен метод определения атразина методом одно-реагентного поляризационного флуороиммуноанализа.

В *лаборатории иммунобиохимии ИНБИ им. А.Н. Баха РАН* разработаны методики иммунохроматографического определения наркотических соединений (опиатов, каннабиноидов, кокаина и др.) и клеток патогенных микроорганизмов (возбудителей туберкулеза и легионеллеза). Проведен скрининг мембранных носителей и установлены оптимальные комплекты мультимембранного композита для проведения экспресс-анализа. Отработана технология нанесения иммунореагентов на мембрану, обеспечивающая контролируемый уровень связывания и однородность аналитических зон. Для ряда предложенных тест-систем определения наркотических соединений проведены медицинские испытания, утверждены технические условия и инструкции по применению, экспериментально-производственные регламенты, получены регистрационные удостоверения МЗ РФ. Подготовлена методическая, технологическая и разрешительная документация, обеспечивающая возможность выпуска разработанных экспресс-тестов.

Для определения 0,1 мкг/мл нонилфенола, основного продукта деструкции неионных поверхностно активных веществ, разработан конкурентный метод иммуноферментного анализа (ИФА). Получена серия антител, специфичных к нонилфенолу, проведен их скрининг и отобраны препараты для использования в ИФА.

Разработаны и охарактеризованы электрохимическая система иммуноопределения хлорсульфурина и атразина с помощью скрин-принт

электродов, микропланшетная и мембранная системы определения триазиновых пестицидов с использованием экспрессного полиэлектролитного разделения реагентов, хемилюминесцентная система определения атразина с использованием ССD-камеры, гомогенная методика определения атразина, основанная на процессе комплемент-зависимого лизиса. Показана возможность достоверного специфического выявления пестицидов в диапазоне концентраций 0,01 – 5 нг/мл в пробах воды и пищевых продуктах при времени определения от 5 до 25 мин, что делает разработанные тест-системы перспективными для применения в экологическом мониторинге и контроле качества сельскохозяйственной продукции.

На *кафедре АХ Казанского ГУ* разработаны амперометрические иммуноферментные сенсоры (ИФС) для определения ряда бактериальных антигенов в диапазонах концентраций $1 \cdot 10^{-4}$ пг/мл – 1 нг/мл. Действие ИФС апробировано на образцах сывороток крови человека. Показана возможность проведения дифференцированной диагностики инфекционных заболеваний, в том числе и на ранних стадиях.

С использованием разных вариантов иммобилизации антител разработан иммуноферментный сенсор для определения лекарственных препаратов на основе фенотиазина в интервале концентраций 0,1-100 мкМ. Предложен иммуноферментный сенсор для определения 0,1-100 мкг/мл аминогликозидного антибиотика гентамицина (ингибитора иммобилизованной холинэстеразы) на основе планарных платиновых электродов. Предложен вариант двухферментных холинэстеразных биосенсоров на основе системы из 4-х печатных электродов для определения 0,01-100 нМ симазина, атразина, пропанила.

Разработаны иммунохимические методики определения 0,5-100 нМ пестицида пропанила в рисе с использованием жидкостной экстракции водой и ацетоном, а также 0,3-10 нМ параоксона в апельсинах и винограде.

НПП «Буревестник» разработал программную базу данных – библиотеку тест-систем, встраиваемую в программное обеспечение иммуноферментного автоматического анализатора АИФ-340/800-Мультифот. Библиотека включает в себя данные по 50 наиболее используемым иммуноферментным тест-системам как для качественного (тест-системы на инфекционные заболевания), так и для количественного (например, определение гормонов) анализа. Библиотека выполнена в виде файла, включающего параметры, автоматически задаваемые анализатору при анализе с помощью выбранной тест-системы. Наличие в анализаторе встроенной библиотеки тест-систем экономит время при задании параметров анализа. Аналогов такой библиотеки в программном обеспечении ИФА-анализаторов нет.

Тест-методы

В прошедшем году новые тест-методы были созданы для анализа веществ и материалов, содержащих платиновые металлы, золото, другие редкие и сопутствующие элементы, а также анализа воды, почвы, пищевых, лекарственных и технологических образцов, промстоков.

В *ИОНХ РАН* получена новая серия целлюлоз с ариламиногруппами; азот-, кислород- и серу-содержащими формазанилгруппами, установлен их состав, фотометрические и рефлектометрические характеристики в реакциях с металлами и окислителями. Целлюлозы использованы для создания реagentных индикаторных тестов, дающих цветные реакции с неорганическими ионами и органическими веществами. Изучен ряд новых способов иммобилизации аналитического реагента на целлюлозной матрице с получением реagentных индикаторных бумаг (РИБ), которые обеспечивают формирование и прочную локализацию продукта тестовой реакции в индикаторной зоне.

В серии тест-средств, полученных ковалентной иммобилизацией, на основе три- и тетраденатных целлюлоз с пиримидинил-(1), бензоксазол-ил-(2) и бензтиазол-илформазанилгруппировками (3) исходным слабым хромофором является группа (1), обладающая поглощением только в коротковолновой области видимого электронного спектра, а группа (3) обладает наиболее глубокой и интенсивной окраской (коричневая, черная), что делает ее мало интересной для тест-средств. Из группы (1) наиболее интенсивные bathochromные сдвиги (около 100 нм) при комплексообразовании с тяжелыми металлами проявляет 1-(2-окси-4-нитрофенил)-5-пиримидильные аналоги, а также новые 1-(2-окси-5-нитро-4(6)-хлорфенил)-5-[(метил, метокси- и оксо)-пиримидильные] аналоги, образующие комплексы с тяжелыми металлами в более кислой области. Методом ИК-спектроскопии показано образование азометиновой группировки и сохранение характерных полос гетероциклов в реагентах. Установлено, что показатель рН комплексообразования новых реагентов с тяжелыми металлами сдвинулся в кислую область на порядок, а bathochromные сдвиги спектров поглощения комплексов тяжелых металлов увеличились и их оптические отклики по рефлектометрическим данным для каждого металла приобрели большую сходимость. Полученные РИБ-Тесты позволяют проводить с предварительным экспрессным концентрированием определение микрокомпонентов на уровне 0,01-0,001 мг/л.

Институт монокристаллов НАН Украины разработал ряд новых экспресс-тестов для контроля технологических растворов и препаратов: тест для полуколичественного определения до 0.2 мг/л примеси железа (II, III) в технологических растворах для выращивания нелинейно-оптических монокристаллов дигидрофосфата калия, основанный на использовании пенополиуретановой пены, модифицированной батофенантролином, в присутствии введенной в раствор аскорбиновой кислоты; быстрое капельное обнаружение психотропных препаратов – 1,4-бенздиазепинов – в субстанциях и готовых лекарственных формах по замедлению бенздиазепинами реакции окисления индигокармина периодат-ионами.

На *кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ* совместно с *Саратовским ГАУ* разработаны индикаторные порошки для определения бериллия (II) (ксерогели с иммобилизованными хромазуолом S (ХАЗ), сульфохромом (СХ), эриохромцианином R (ЭХЦ)), алюминия (III) (на ксерогелях с иммобилизованными ХАЗ, СХ, ЭХЦ и арсеназо (АР I)), а также железа (III) (на

ксерогелях с иммобилизованными ХАЗ, СХ, ЭЦХ, алюмином (АЛ), ксиленоловым оранжевым (КО), АР I). Разработаны тест-системы в варианте индикаторных трубок для определения пестицидов Анилата и МБ-9057 на основе п-диметиламинокоричного альдегида и додецилсульфата натрия.

В Кубанском ГУ предложена методика тест-определения ионов кобальта(II) в растворах с использованием реакции пероксидного окисления ализаринового красного С, катализируемой ионами кобальта(II). В качестве аналитического сигнала используется время обесцвечивания тест-бумаги, импрегнированной красителями и тетраборатом натрия.

На **кафедре АХ Томского ГУ** разработаны тест-методы на ионы железа (II, III) и ртути (II); нижняя граница определяемых содержаний, соответственно, 0,01 и 0,02 мг/л, s_r 0,6-0,7. В качестве индикатора используется прозрачная полиметакрилатная сетчатая матрица, модифицированная о-фенантролином или дипиридилем с ацетатным буфером и восстановителем и дитизонатом меди или диэтилдитиокарбаминатом меди, или дифенилкарбазоном.

В **МГУ, на кафедре АХ** на основе ксерогелей, одновременно модифицированных хромазулолом и катионным поверхностно-активным веществом, разработаны тест-системы для определения 0,01-4,0 (индикаторный порошок) и 0,3-20 (индикаторная трубка) мг/л железа в водах различных типов. Разработана и успешно прошла испытания во внелабораторных условиях тест-система на основе индикаторного порошка (модифицированного молибдофосфорными гетерополисоединениями ксерогеля) для определения 0,02-2 мг/л гептила в технологических растворах; Разработана тест-система для определения 1,0-500,0 мг/л аммония для анализа как пресных, так и морских вод.

Проведены испытания опытного образца портативного фотоколориметра – люминометра-нефелометра "УНИФОТ-ЛЮМ 9С-430". Используются реактивные порошки (специально подобранные смеси реагентов), входящие в состав тест-систем для определения нитрит- и нитрат-ионов, железа, хлорированных фенолов и катионных поверхностно-активных веществ. Установлена хорошая сходимость результатов, полученных с помощью портативного фотометра и спектрофотометра КФК-3. Предложена и реализована модификация портативного фотометра для высокочувствительного определения нитрит- и нитрат-ионов, хлорированных фенолов и железа.

Проведены испытания опытного образца портативного фотометра – рефлектометра "УНИФОТ" на примере тест-средств на основе пенополиуретанов. Установлена хорошая сходимость результатов, полученных с помощью портативного рефлектометра и стационарного лабораторного колориметра "Спектротон". Оценены метрологические характеристики определения различных веществ с помощью тест-средств на основе пенополиуретанов и портативного фотометра – рефлектометра.

Разработаны высокочувствительные и селективные тест-методики с визуальной регистрацией аналитического сигнала (времени появления определенной окраски продукта индикаторной реакции на поверхности твердых носителей):

- ° ионов цинка ($C_n = 0,1$ нг/мл, $s_r = 0,04$) по реактивации апо-алкогольдегидрогеназы из дрожжей, физически иммобилизованной на силикагеле;

- ° метилртути ($C_n = 1$ и 10 нМ, $s_r = 0,04$) по ее ингибирующему действию на алкогольдегидрогеназу из дрожжей, иммобилизованную физическим и химическим методами на силикагеле и в альбумине в ячейках полистирольного планшета соответственно.

Разработаны тест-методики определения полиэтиленimina ($3 \cdot 10^{-15} - 3 \cdot 10^{-9}$ М) и хитозана с молярной массой 25 кДа ($2 \cdot 10^{-13} - 2 \cdot 10^{-9}$ М) по их ингибирующему действию в реакции окисления гидрохинона пероксидом водорода с визуальной регистрацией аналитического сигнала

Российские аналитики занимают лидирующее положение в области аналитических реагентов, иммобилизованных на твердых матрицах. Создаваемые на их основе тест-методы химического анализа отличаются эффективными методами концентрирования, позволяющими достигать заданной чувствительности определения. Однако есть проблемы по ассортименту и селективности тест-методов, требующие своего решения.

Электрохимические методы

Вольтамперометрия и полярография. В *лаборатории ФХМА ИХТТ УрО РАН* методами инверсионной вольтамперометрии исследованы процессы восстановления-окисления поверхностных соединений титана в порошках карбидов и нитридов, введенных в угольно-пастовый электрод. Показана принципиальная возможность определения степени окисления титана в поверхностных слоях тугоплавких соединений, определено влияние концентрации и типа минеральной кислоты на концентрацию титана (III,IV) на поверхности зерен карбидов и нитридов.

Изучена хемосорбция кислорода на никелитах и кобальтитах лития на фоне аммиачного буфера. Величина тока восстановления хемосорбированного кислорода позволяет судить о дефектности структуры и определять нестехиометрию этих соединений по литию. Этим же методом изучены адсорбционные процессы на гидроксидных гелях кремния, титана и циркония. Установлено, что скорость реакции окисления гидроксиаренов (на примере триметилгидрохинона) находится в прямопропорциональной зависимости от сдвига потенциала восстановления $Cu(II)-Cu(I)$, сорбированной на гелях гидроксидов элементов IV группы Периодической системы.

В *Кубанский ГТУ* исследовано каталитическое влияние добавок эриохрома черного Т на электрохимическое восстановление ионов никеля(II) в растворах боратной буферной системы. Установлено, что с ростом рН предельный каталитический ток полярографической предволны возрастает, особенно при рН выше семи. Эти результаты свидетельствуют о том, что химическая природа лиганда-катализатора на поверхности электрода существенно отличается от химических форм эриохрома черного Т в объеме раствора.

В *Институте монокристаллов НАН Украины* разработаны вольтамперометрические методики определения от $0,001$ до 20 мг/л таллия в концентрированных растворах сульфата и гидроксида цезия, получаемых при переработке отходов монокристаллов $CsI(Tl)$, а также до $5 \cdot 10^{-5}$ мас.% таллия в технической фосфорной кислоте, получаемой из отработанного оксида фосфора, который используется в качестве осушителя при обработке монокристаллов $NaI(Tl)$ в "сухих ящиках". В последнем случае показана

возможность маскирования сопутствующей примеси свинца(II) комплексом III при pH 6-6,5. Разработана инверсионно-вольтамперометрическая методика определения до $7 \cdot 10^{-7}$ мас.% свинца в гидроксиде натрия, используемом при производстве иодида натрия для сцинтилляционных монокристаллов. Показана возможность определения несвязанного оксида кадмия в сцинтилляционных монокристаллах вольфрамата кадмия методом полярографии переменного тока в однокпельном режиме с вымыванием определяемой примесной фазы из матрицы в условиях частичного растворения последней.

В *Северо-Осетинском ГУ им. К.Л. Хетагурова* показана возможность избирательного вольтамперометрического определения в растворах сульфата цинка перманганат-ионов на фоне $2 \text{ M NH}_4\text{Cl} + 2 \text{ M NH}_4\text{OH} + 2 \cdot 10^{-3} \text{ M ДМГ} + 2 \cdot 10^{-3} \text{ M ЭДТА}$ и суммарного содержания марганца(II) и (VII) в фоновом электролите состава $1,2 \text{ M NaOH} + 1,35 \cdot 10^{-2} \text{ M ТЭА} + 2 \cdot 10^{-3} \text{ M ЭДТА}$. Концентрация марганца(II) в контролируемом растворе рассчитывается по разности результатов второго и первого измерений. Время определения, включая пробоподготовку, не превышает 7-8 минут. Определению марганца не мешают избыточные концентрации ионов Cu(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Zn(II), Fe(II). Нижний предел обнаружения при проведении анализа методом дифференциально-импульсной полярографии на стационарном РКЭ составляет 0,25 мг/л. Относительная приведенная среднеквадратичная погрешность контроля в диапазоне концентраций 0-25 мг/л составляет не более 2,5 %. Методика испытана на промышленных растворах завода "Электроцинк" (г.Владикавказ) для экспресс-анализа марганца в растворах цинкового производства. Применение данной методики позволит повысить качество катодного цинка при одновременном сокращении расхода реагентов и энергозатрат.

В *Башкирском ГУ* изучено электрохимическое поведение органического реагента ряда трифенилметанового ряда – кристаллического фиолетового (КФ)- на стеклоуглеродном электроде (СУ) и установлена природа протекающих поляризационных процессов. Предложена схема концентрирования малорастворимого соединения на поверхности СУ электрода и доказан механизм протекающего процесса.

Изучены процессы экстракции и сорбции электроактивных соединений в объем модифицированного угольно-пастового электрода и предложена их обобщенная модель. Оценен вклад процессов экстракции и сорбции в накопление ароматических нитросоединений и хлорфенолов на электроде. Разработаны инверсионно-вольтамперометрические методики определения замещенных фенолов и ароматических нитросоединений в природных и сточных водах.

В *Кубанском ГУ* изучено вольтамперометрическое поведение цистеина на ртутном пленочном электроде с подложкой из СУ и предложен механизм протекающего поляризационного процесса. Разработана методика определения содержания сульфгидрильных соединений с использованием в качестве вещества стандарта цистеина.

На *кафедре АХ Казанского ГУ* установлено, что на модифицированном пленкой из гексацианоферрата (II) рутения (III) электроде происходит электрокаталитическое окисление аминокислот цистеина, цистина и метионина, которое проявляется в уменьшении потенциала и увеличении тока пиков окисления органических соединений по сравнению с

немодифицированным электродом. При электроокислении цистеина и метионина в роли катализатора выступают оксо- и гидроксо- частицы рутения (IV), а при окислении цистина – рутения (VI). Электрокаталитическое окисление аминокислот на ХМЭ следует проводить в кислой среде, поскольку в щелочной среде пленка разрушается. Электрод, модифицированный электроосажденной пленкой из гексацианоферрата (II) рутения (III), пригоден для амперометрического детектирования серосодержащих аминокислот в проточно-инжекционном анализе, найдены рабочие условия детектирования. Зависимость величины ПИА-сигнала от концентрации субстратов линейна в интервале (0,005 – 5,0) мкМоль. Предел обнаружения составляет 4,0; 9,0 и 15 нМоль для цистеина, цистина и метионина соответственно.

Определены условия получения композитной поливинилпиридиновой пленки (ПВП) с электроосажденными палладием на поверхности стеклоуглерода (СУ). ПВП-пленку получали электролизом при $E_3 = -1,5$ В из ацетонитрильного раствора, содержащего 1 мг/мл ПВП и 0,1 М $LiClO_4$. Затем на ПВП-пленку осаждали палладий из раствора, содержащего $5 \cdot 10^{-3}$ моль/л $PdCl_2$ и 0,01 М H_2SO_4 , сканируя потенциал в области от -0,3 до 0,0 В в течение пяти циклов. Установлено, что частицы палладия, осажденные на поливинилпиридиновой пленке, проявляют электрокаталитическую активность при окислении щавелевой кислоты. По сравнению с немодифицированным электродом каталитический эффект проявляется в уменьшении потенциала окисления и увеличении тока окисления кислоты. Электродный процесс включает электроокисление модификатора с образованием оксидов металла, которые окисляют субстрат. Зависимость величины каталитического тока от концентрации щавелевой кислоты линейна в интервале от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ моль/л.

На кафедре АХ Томского ГУ предложен новый вариант вольтамперометрии для экспрессного неразрушающего исследования и определения основного состава металлических сплавов и металлсодержащих фаз в различных объектах, включая их поверхность, с использованием вместо жидкого фонового электролита твердого электролита на основе полиакрилатной матрицы. В предыдущем варианте после "сухого" отбора пробы сплава ионопроводящим (со)полимером последний мог быть использован в качестве индикаторного электрода с дальнейшим определением металлов, как в методе инверсионной вольтамперометрии, с жидким фоновым электролитом.

На кафедре АХ МГУ ионная жидкость – гексафторфосфат 1-бутил-3-метилимидазолия – использована в качестве фона для вольтамперометрического определения фенолов на платиновом и золотом электродах в интервале концентраций $2 \cdot 10^{-6}$ – $5 \cdot 10^{-4}$ М. Показана возможность экстракционно-вольтамперометрического определения фенола и 4-нитрофенола при совместном присутствии (потенциалы полуволн 0,90 и 1,15 В соответственно).

Разработано программное обеспечение многокомпонентного вольтамперометрического анализа, использующее многопоточность и графический интерфейс. При определении индивидуальных компонентов и смеси нескольких ионов в поверхностных, питьевых и очищенных сточных водах задаются параметры стадий вольтамперометрического цикла: тип модулирующего напряжения, число циклов, направление развертки и т.д.

В *ИПМ УрО РАН* разработаны новые эффективные методы вольтамперометрического определения Ga, In, Ge, Se, Te, Ti, V, Nb, Mo, W, Ce, Pr, Nd, Eu и U в сложных по составу матрицах (сплавы, пленки, кластеры, порошковые материалы) с применением в качестве фоновых сред смешанных минерально-органических электролитов, содержащих органические растворители с высокой сольватирующей способностью (диметилформамид, диметилсульфоксид, пиридин). Эти способы отличаются улучшенными показателями точности и чувствительности, не требуют предварительного отделения компонентов основы и просты в методическом исполнении. В общем случае выполнение определения сводится к кислотной обработке анализируемого образца, введении в полученный раствор необходимых количеств органического растворителя и неорганической составляющей для создания концентрационных интервалов образования смешаннолигандных комплексов и съемке вольтамперограммы.

В *ГЕОХИ РАН* методом вольтамперометрии изучены механизм и кинетика электродных реакций ионов европия (III) и никеля (II) на твердых электродах из различных материалов в растворах различного состава для нахождения условий кулонометрического прецизионного определения европия в купратных ВТСП типа Eu-Ce-Cu-O и никеля – в ВТСП типа Me-Sr-Ni-O, где Me = Nd, La или Y-Ba(Ca)-Ni-O.

Разработаны и аттестованы вольтамперометрические методики определения

- йода в пищевых продуктах (*Кубанский ГУ*);
- йода в биологических объектах;
- цинка, кадмия, свинца, меди и никеля в атмосферном воздухе рабочей зоны;
- цинка, кадмия, свинца, меди, мышьяка, ртути, селена в биологически активных добавках;
- витаминов группы С, В, Е и кварцетона в биологически активных добавках (*Томский ПУ, кафедра ФАХ*).

В *Уральском ГЭУ* создана компьютерная программа для статистической обработки результатов вольтамперометрического определения тяжелых металлов и микроэлементов в водах, пищевых продуктах и биологических материалах. Программа реализована в операционной системе Windows.

Инверсионная вольтамперометрия. Кубанский ГТУ. Предложена новая теоретическая интерпретация электродных процессов в адсорбционно-каталитической инверсионной вольтамперометрии, предполагающая, что за ограниченное время адсорбционного накопления с каталитически активным лигандом достигается некоторое квазиравновесное электрохимически неактивное состояние. При развертке потенциала в стадии генерирования аналитического сигнала, особенно в направлении десорбции лиганда-катализатора, реализуется переход вышеуказанного адсорбированного на электроде комплекса в электрохимически активную форму, соответствующую стехиометрии лиганд-индуцированной адсорбции.

На *кафедре АХ МГУ* предложен новый подход к многоэлементному [Mn (II), Zn (II), Cd (II), Pb (II), Cu (II) и Bi (III)] инверсионному вольтамперометрическому анализу, использующий мало меняющийся состав фонового электролита и электроды с серебряным контактом: ртутно-пленочный и с ртутным покрытием в виде шарового сегмента. Предложен

способ формирования ртутного покрытия на углеситалловой подложке, электрохимически модифицированной ад-атомами серебра, позволивший проводить более 200 циклов измерений без дополнительной обработки электрода.

Изучено влияние некоторых факторов (потенциала и времени электролиза, природы и концентрации фона) на процессы формирования электрохимических концентратов мышьяка на графитовых электродах, модифицированных ад-атомами меди и золота. Полученные данные использованы для инверсионно-вольтамперометрического определения мышьяка в диапазоне концентраций 10^{-7} – 10^{-6} М. Величина C_n составляет $6,3 \cdot 10^{-7}$ и $2,3 \cdot 10^{-7}$ М при модифицировании медью и золотом соответственно.

Сопоставлена эффективность методов подавления шумов при определении мышьяка методом инверсионной вольтамперометрии. Использование метода подвижного среднего приводит к снижению высоты пиков обработки. В случае метода Фурье необходимо дополнительное сглаживание. В отличие от указанных методов вейвлет-преобразование позволяет получить гладкую кривую после однократной фильтрации. Метод перспективен для уменьшения погрешности проведения анализа методом инверсионной вольтамперометрии.

Томский ПУ. Методами ИВ и рентгеновской дифракции изучены бинарные электролитические осадки платины с Cu, Pb и Cd и Hg. Электролитические осадки платины с металлами Cu, Pb и Cd представляют собой твердые растворы; ртуть на поверхности стеклографитового электрода образует ИМС состава $PtHg_4$. Установлено, что во всех случаях анодное окисление сплава ограничено селективным растворением электроотрицательного компонента. Показано, что смещение потенциала пика электроотрицательного компонента при электроокислении из сплава коррелирует с величиной энергии смещения. Даны рекомендации об использовании данного явления в анализе при ИВ-определении платины.

Впервые в вольтамперометрии органических соединений для стационарных электродов ограниченного объема рассмотрены закономерности электродных процессов, когда две электрохимические стадии разделены двумя химическими стадиями (E-C-C-E), предложены критерии согласия теории с опытом. Рассмотрена теория кинетики электродного процесса, когда исходное органическое соединение предварительно адсорбируется на поверхности электрода при $E = \text{const}$, после чего при линейном изменении потенциала электрода снимается катодная вольтамперограмма исследуемого соединения. Рассмотрен общий случай необратимого электродного процесса в условиях катодной вольтамперометрии, протекающего по схеме C-E-C, с предшествующей реакцией протонизации, предложены новые способы оценки кинетических параметров реакции протонизации и электрохимической реакции, дана оценка степени изменения величины аналитического сигнала под влиянием протекающих при этом каталитических процессов.

Квантово-химический подход в оценке электрохимической активности таких кардиопрепаратов, как корданум, кардил, эналаприл позволили установить высокую термодинамическую вероятность образования анион-радикала корданума. При этом в анион-радикале орбиталь неспаренного электрона локализуется на центральном фенильном ядре и карбамидном фрагменте; оценка относительной стабильности кардила, эналаприла и их

ион-радикальных частиц показывает, что анион-радикалы обоих субстратов существенно более устойчивы, чем соответствующие катион-радикалы, следовательно, эти соединения должны легче подвергаться электрохимическому восстановлению, нежели окислению. Найдены количественные взаимосвязи между потенциалами полуволн и квантово-химическими параметрами 73 производных карбазола. Показано, что существенно лучшие корреляции наблюдаются между $E_{1/2}$ и разницей теплот образования карбазолов и соответствующих им катион-радикалов, нежели между $E_{1/2}$ и ΔH ВЗМО. Аналогичная работа была выполнена для антипирина и его галогенпроизводных, в частности, иодантипирина, эффективного противоклещевого препарата. Методом двойного интегрирования емкостных токов была изучена адсорбция гумата натрия, корданума, веропомила и др. биологически активных препаратов на ртутном пленочном электроде, получены значения их предельной адсорбции, константы адсорбционного равновесия, свободной энергии процесса адсорбции.

Предложен универсальный способ повышения разрешающей способности инверсионной вольтамперометрии, используя закономерности влияния объемной последующей химической реакции на параметры обратимого процесса электроокисления амальгамы на ртутных пленочном (РПЭ) и капельном электродах (величину предельного тока, ширину полупика, потенциал предельного тока), рассмотрены закономерности электроокисления амальгамы металла на РПЭ, а также металла с поверхности твердого индифферентного электрода в режиме тонкопленочных систем. Как и следовало ожидать, эти закономерности для предельных токов электроокисления практически полностью совпадают как в случае электродных процессов, не осложненных последующими химическими реакциями, так и в электродных процессах, сопровождающихся такими реакциями.

Потенциометрия. В *Уральском ГЭУ* предложено применить потенциометрию для оценки окислительно-восстановительного состояния жидкостей. На окислительно-восстановительный статус организма человека в большой степени оказывают влияние реакции свободно-радикального окисления. Несмотря на малое время жизни свободных радикалов, они вызывают в организме цепные реакции свободно-радикального окисления и обладают цитотоксическим действием. Антиоксиданты способны прерывать реакции свободно-радикального окисления. Необходимость создания средств и методов оценки содержания антиоксидантов в организме и пищевых продуктах очевидна. Исследована возможность принципиально нового подхода с применением метода потенциометрии для интегральной оценки антиоксидантной активности растворов с использованием медиаторных систем (ox-red пар химических элементов или соединений). На модельных системах показана принципиальная возможность регистрации стабильного потенциометрического сигнала, зависящего от суммарной концентрации антиоксидантов в растворе.

С помощью автоматического потенциометрического мониторинга микроэмульсионной системы «эфирные масла (кориандр, шалфей) — этиловый спирт — вода — иодистый калий» в *Кубанском ГТУ* изучены кинетика и равновесия экстракционно-химических взаимодействий органических пероксидов с иодид-ионами. С ростом содержания спирта начальная «потенциометрическая» скорость реакции резко уменьшается. В

смеси реагентов — иодида и иодата калия — реакция перекисей подавлена и доминирует взаимодействие с ионами водорода. Разработан вариант косвенного иодометрического потенциометрического метода определения перекисного числа в эфирных маслах без проведения титрования. Установлен характер влияния содержания дикарбоновых органических кислот и алифатических спиртов на электродную потенциометрическую характеристику в системах «медь (II), железо (III) — иодистый калий — спирт», позволяющий оптимизировать условия косвенного редокс-потенциометрического определения ионов меди и железа в пищевых средах.

Методами потенциометрии установлены физико-химические закономерности массопереноса высших жирных кислот из неполярной фазы (растительные масла) в полярную фазу (водно-спиртовые растворы). С учетом химической природы реагентов (слабые основания в избытке, иодат-иодидная система, инертные электролиты) предложены возможные теоретические модели и определены значения кажущейся теплоты суммарного процесса и эффективной энергии активации в указанных эмульсионных системах. На основе равновесных редокс- и pH-потенциометрических параметров установлена реальная стехиометрия иодат-иодидной реакции в водно-этанольных растворах уксусной кислоты.

На *кафедре АХ Томского ГУ* на модельных растворах показана возможность редокс-потенциометрического определения иодид-иона в присутствии элементарного иода методом стандартных добавок с использованием Pt-электрода. Нижняя граница определяемых содержаний иодида $5 \cdot 10^{-7}$ М; величина s_i составляет 5-10 %.

На *кафедре АХ МГУ* биядерные фталоцианаты металлов и металлокомплексы гидроксамовых кислот применены в качестве активных компонентов ИСЭ на органические анионы. В частности, при помощи биядерного фталоцианата меди можно определять анионы малеиновой и терефталевой кислот; при помощи гидроксаматов различных металлов — анионы триптофана, фенилаланина и аспарагиновой кислоты.

Новый биядерный фталоцианат никеля типа «полураскрытая раковина» использован для разработки ИСЭ на малеинат — дианионы; крутизна электродной функции — 28 мВ/дек; $C_{\min} = 1,6 \cdot 10^{-5}$ М. Для ионометрического определения аминокислот и их эфиров предложены тетра-(15-краун-5) фталоцианат меди и смесь монофталоцианата меди и краун-эфира. Для последней достигнуто теоретическое значение крутизны электродной функции, $C_{\min} = 1,4 \cdot 10^{-5}$ М. Время отклика — 10 с.

Предложен ИСЭ с мембраной на основе комплекса олова с стирилакрилоилфенилгидроксиламином для определения аспартама в газированных напитках; $C_{\min} = 10^{-5}$ М. Разработаны ИСЭ на основе производных фенилборной кислоты для определения фенолокислот; $C_{\min} = 10^{-4} - 10^{-5}$ М; $S_i < 0,04$. ПВХ-мембраны на основе каликс[4]аренов, модифицированных по адамантильному заместителю сложноэфирными группами, использованы для определения органических катионов — эфиров аминокислот и ПАВ; $C_{\min} = 5 \cdot 10^{-5}$ и $2 \cdot 10^{-5}$ М соответственно.

РХТУ им Д.И. Менделеева, кафедра АХ. Основные характеристики электрохимических сенсоров, основанных на реакциях комплексообразования — селективность и чувствительность — определяются рядом факторов: относительной устойчивостью и гидрофобностью комплекса

определяемого катиона металла с ионофором, строением ионофора, а также природой и концентрацией липофильного соединения в составе ионочувствительной мембраны. Изучены электродные свойства тридентатных фосфорилсодержащих нейтральных ионофоров — этиловый эфир 1,3-бис-[(2-дифенилфосфорил)феноксиметил]фосфиновой кислоты (I) и этиловый эфир 1,3-бис-[(2-дифенилфосфорилметил) феноксиметил] фосфиновой кислоты (II), их селективность к катионам щелочных и щелочноземельных элементов и влияние липофильных анионных реагентов в составе мембранной композиции на характеристики ионоселективного электрода (ИСЭ).

Чувствительность и селективность ИСЭ могут быть улучшены при введении в мембранную фазу сравнительно больших по отношению к ионофору количеств липофильных анионных реагентов — тетрафенилбората натрия (ТФБ), тетра(п-хлорфенил) бората калия или тетра(п-фторфенил)бората натрия (ТФФБ). Изменяя гидрофобность и/или концентрацию липофильных соединений в составе мембранной фазы можно синтезировать мембраны, селективные к Li, Ca или Cs. Влияние на селективность добавления ионообменников коррелирует с их влиянием на нижний предел обнаружения (ПрО) электродов: чем выше липофильность анионной добавки, тем при меньшей концентрации достигается максимальное влияние её на селективность и чувствительность. Введением ионообменника можно изменить селективность мембраны на обратную, например, от Li/Ca к Ca/Li.

Изучены электродные свойства пластифицированных поливинилхлоридных ионочувствительных мембран на основе синтетических макроциклических соединений — дибензо-18-краун-6 и дитретбутил-дибензо-18-краун-6. Исследованные ионофоры могут применяться в качестве активных компонентов мембраны ионоселективных электродов (ИСЭ) на свинец, медь или же стронций в зависимости от состава мембранной композиции. Варьируя концентрацию липофильной анионной добавки — тетрафенилбората натрия (ТФБ), возможно кардинальное изменение селективности ИСЭ. Однако характеристики ионочувствительных мембран при увеличении концентрации ТФБ изменяются существенно по-разному в зависимости от строения ионофора.

Таким образом, оптимизируя состав ионочувствительной мембраны, можно изменять аналитические характеристики ИСЭ, применяя один и тот же ионофор, учитывая требования конкретных аналитических задач. Например, ИСЭ на основе (II) позволяет определять ионы кальция в диапазоне концентраций $2 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-1}$ М, ПрО $3 \cdot 10^{-7}$ М, рабочий интервал рН 2,5–10,5. Состав мембраны: ионофор — 10 мМ (≈ 1 масс.%), ДБФ — 33 масс.%, ПВХ — 66 масс.%, ТФФБ — 5 мол.% по отношению к ионофору.

Лабораторией ионометрии НИИ Химии СПб ГУ в текущем году завершён цикл работ, относящихся к теоретическим основам ионометрии с ионоселективными электродами на основе полимерных пластифицированных мембран.

Комплексные экспериментальные исследования большого набора мембран, содержащих нейтральные и заряженные ионофоры, проводившиеся методами потенциометрии и электрохимического импеданса, показали, что граница раздела мембрана/водный раствор электролита находится в электрохимическом равновесии по отношению как к определяемым, так и к

дискриминируемым ионам. Таким образом, для описания мембранного потенциала правомерен термодинамический подход. Ранее правомерность равновесного описания принималась без достаточных экспериментальных оснований и справедливо подвергалась сомнению рядом исследователей.

На базе представлений о равновесиях в области границы раздела фаз мембраны и раствора и равновесиях комплексообразования и ассоциации в объеме мембраны предложен новый подход к теоретическому описанию мембранного электрического потенциала и селективности: многочастичное приближение. Этот подход устраняет фрагментарность существующей теории ионо-селективных мембран и позволяет проводить описание их свойств методом компьютерного моделирования. Многочастичное приближение позволило выявить истинные причины повышения селективности в результате модификации мембран добавками кообменников или фонового электролита, а также ограничения этого метода повышения селективности.

На основе многочастичного приближения разработан рациональный алгоритм экспериментальной оценки перспективности ранее неизвестных ионофоров по ограниченному числу измерений, что имеет большое практическое значение, сильно сокращая затраты времени и труда при исследовании новых нейтральных и заряженных ионофоров.

В *Томском ГУ, на кафедре АХ* предложен компьютерный метод обработки данных дифференцированного потенциометрического титрования смеси гетеровалентных ионов по реакциям осаждения, основанный на преобразовании кривой титрования в кусочно-линейные характеристики, параметры которых с точностью метода наименьших квадратов определяют последовательные точки эквивалентности и произведения растворимости образующихся осадков. Для реализации алгоритма метода составлена программа DIFTITR на языке Turbo-Pascal. Метод апробирован при титровании модельных растворов двух- и трехкомпонентных смесей Ag(I) Cd(II), Hg(II) Te(IV), Cd(II) Te(IV), Hg(II) - Te(IV) - Cd(II) раствором диэтилдитиокарбамата натрия с использованием мембранного сульфидного, халькогенидного Cd-селективного и стеклоуглеродного индикаторных электродов.

Кулонометрия. На *кафедре АХ Казанского ГУ* разработан способ определения интегральной антиоксидантной емкости биологических жидкостей методом кулонометрического титрования электрогенерированным бромом.

Методами кулонометрии и вольтамперометрии изучены антиоксидантные свойства производных 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола, которые занимают важное место в химии пространственно-затрудненных фенолов и применяются для стабилизации моторного топлива и масел, торможения термоокислительной деструкции каучука и полимерных материалов, для предохранения пищевых жиров и жиросодержащих продуктов от окисления.

В *ГЕОХИ РАН* разработаны прецизионные кулонометрические методики определения европия, европия и меди при совместном присутствии и никеля в ВТСП новых составов на основе неодима (например, Me-Sr-Ni-O, где Me=Nd, La), ВТСП типа 123 (например, Y-Ba(Ca)-Ni-O), содержащих редкоземельные элементы (РЗЭ), а также содержащих РЗЭ купратных ВТСП (Eu-Ce-Cu-O). Оценено мешающее влияние сопутствующих компонентов для

определения европия и никеля в соединениях ВТСП. Погрешность и воспроизводимость разработанных методик составляет (0,1-0,5)%. Методики применены для анализа исходных продуктов, используемых для синтеза ВТСП.

Амперометрия. В *Кубанском ГТУ* показана возможность определения йода в его различных степенях окисления методом биамперометрии с двумя одинаковыми микроплатиновыми электродами. На основании исследования поляризационных кривых, а также зависимостей силы тока от состава фонового электролита и выбора реагента подобраны оптимальные условия проведения определения.

По сравнению с предыдущим годом сократилось число организаций, которые традиционно представляли результаты исследований по электроаналитической тематике. Также несколько уменьшилось число работ по инверсионной вольтамперометрии, химически модифицированным электродам, электрохимическим датчикам в потоке, отсутствуют работы по интегральной оценке состояния поверхностных вод с применением средств ЭМА. Эти вопросы остаются в числе приоритетных в исследованиях, проводимых за рубежом.

В материалах отчета можно выделить новые направления, в которых используются методические подходы, основанные на отечественных разработках разных периодов развития ЭМА (использование угольно-пастового электроактивного электрода для определения состояния окисления, новые модификаторы электродной поверхности для достижения каталитического отклика в вольтамперометрии). Новым методическим подходом является использование принципа "сухого" отбора пробы сплава с использованием ионопроводящего полимера, а также новых фоновых электролитов, включая ионные жидкости.

К числу достижений отечественных электроаналитиков следует отнести итоги исследований в области ионометрии с ионоселективными электродами на основе различных полимерных пластифицированных мембран, новый подход к задаче теоретического описания мембранного потенциала и селективности (многочастичное приближение). Отмечается усиление внимания к исследованию объектов биомедицинского характера со сложной матрицей, что является характерной общемировой тенденцией развития аналитической химии с применением вольтамперометрии на различных электродах.

Химические сенсоры

Год 2002-ой характеризуется дальнейшим развитием различных направлений в исследовании, создании и применении химических сенсоров. Приведенные ниже результаты отдельных исследований дают лишь ограниченное представление о различных конкретных разработках, по которым трудно представить анализ общей ситуации в этом разделе аналитической химии. Вместе с тем, представляется целесообразным проанализировать общую ситуацию и тенденции в мировой науке.

Как и в предыдущие годы, химические сенсоры привлекают большое внимание исследователей в различных странах, о чем свидетельствуют прошедшие международные конференции. К наиболее интересным из них относятся следующие: 9-ая конференция по химическим сенсорам (IMCS-

2002) (Бостон, США, июль 7-10, 2002) – 540 докладов; 16-ая конференция Евросенсор (Eurosensors XVI) (Прага, Чехия, сентябрь 15-18, 2002) – 376 докладов; Международный симпозиум по электрохимическим сенсорам – (Matrafured 2002) (Матрафюред, Венгрия, октябрь 13-18, 2002) – около 80 докладов; Международный симпозиум по «электронным носам» (ISOEN-8), (Рим, Италия, 29 сентября – 1 октября, 2002) – более 200 докладов.

Основными тенденциям в создании и применении сенсоров можно назвать следующие:

- Снижение на несколько порядков нижнего предела обнаружения у традиционных ионоселективных электродов за счет изменения концентрационных свойств и процессов переноса в мембране;
- Создание и применение сенсорных систем типа «электронный нос» и «электронный язык», основанных на использовании массивов слабоселективных сенсоров и математических методов обработки сигналов методом распознавания образов с применением искусственных нейронных сетей, анализа по главному компоненту и др.
- Миниатюризация за счет применения современных микросистемных и нанотехнологий, при этом создаются мультисенсорные микроэлектронные системы (например, для анализа ДНК) и лаборатории-на-чипе (lab-on-the-chip, micro-TAS).

Некоторые из указанных тенденций можно наблюдать в российских исследованиях (например, интенсивные работы по «электронному языку»). К сожалению, еще заметное отставание наблюдается по применению микросистемных и нанотехнологий. Отставание от мирового уровня связано с ограниченными возможностями в связи с финансовыми проблемами, в том числе и по участию в международных конференциях. Так, в 2002 году в Праге на Евросенсорах было только 12 российских участников, а в Бостоне – только 2. Предстоят следующие конференции по химическим сенсорам:

17-ая конференция Евросенсор (Eurosensors XVII), Гимараеш, Португалия, сентябрь 21-24, 2003;

Микротоугал аналитические системы (micro-TAS, 2003), Скво-Вэли, Калифорния, США, октябрь 5-9, 2003.

Ниже представлены некоторые конкретные разработки сенсоров.

Уральский ГЭУ. Разработаны новые screen-printed электроды, модифицированные ионами золота, для определения электроположительных элементов (ртути, мышьяка, селена, меди). Перед измерениями поверхность модифицированного электрода электрохимически восстанавливают. Преимущество нового сенсора заключается в отсутствии стадии механической подготовки поверхности, которая обычно используется при измерениях на известных объемных золотосодержащих электродах. Сенсоры обеспечивают снижение предела обнаружения по сравнению с объемными электродами.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГТУ, кафедра химии. Созданы мультисенсорные системы типа «электронный язык» для многокомпонентного анализа ионных поверхностно-активных веществ гомологов алкилсульфонатов и алкилпиридиния. Обработка аналитических сигналов проведена методами наименьших дробных квадратов и искусственных нейронных сетей. Оценены параметры перекрестной чувствительности модифицированных и немодифицированных ПАВ-сенсоров.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ и Воронежская ГТА. Получены рА изотермы монослоев на поверхности воздух-вода и наноразмерные мультислойные пленки Ленгмюра-Блоджетт (ПЛБ) на основе арахиновой кислоты и новых дифильных алкилированных молекул-рецепторов – производных вциклодекстринов и каликс-4-резорциаренов и изучена возможность их использования в качестве матриц резонаторов пьезокварцевых сенсоров. Показано, что пьезокварцевые сенсоры с указанными ПЛБ – матрицами позволяют определять в воздухе нитроалканы с пределами обнаружения в 2-10 раз ниже ПДК ($<1-2 \text{ мг/м}^3$).

СПбГУ, кафедра радиохимии. Разработаны новые типы химических сенсоров на основе сканируемых лазером полупроводниковых трансдьюсеров (СЛПТ) с тонкослойными чувствительными мембранами на основе поликристаллов, халькогенидных стекол и органических ионообменников. Важным преимуществом данных сенсоров является возможность их использования в качестве мультисенсорных систем (МС), обладающих поверхностным градиентом ионной чувствительности к различным компонентам растворов. Показана принципиальная возможность определения с помощью СЛПТ-МС концентраций ряда ионов (литий, калий, кальций магний) существенно более низких, чем позволяют пределы обнаружения отдельных сенсоров.

Мультисенсорные системы типа «электронный язык» разработаны и применены для контроля биотехнологических процессов (ферментация, брожение). Показана возможность раннего детектирования отклонений процесса от нормального хода, что позволяет сберечь время и дорогостоящие компоненты. Кроме того, системы типа «электронный язык» способны одновременно производить многокомпонентный химический анализ биотехнологических сред на содержание наиболее важных компонентов, таких как аммоний, органические кислоты (уксусная, щавелевая, лимонная и др.), некоторые белки и пр. Мультисенсорная система типа «электронный язык» является перспективным инструментом контроля биотехнологических процессов на производствах.

НИИ Химии Нижегородского ГУ. Разработана высокоэффективная конструкция плосковолнового оптического химического сенсора с полимерным волноводом толщиной 1 мкм, использование которой позволило получить градуировочный график сенсора аммиака в воздухе в диапазоне (0-2,15) мг/м^3 с ПРО = 0.02 мг/м^3 , равным 0,5 ПДК в воздухе населённых мест.

На сенсорах поверхностно-акустической волны с чувствительными покрытиями-плёнками функциональных полимеров получена трёхмерная диаграмма сенсорной чувствительности в зависимости от природы чувствительного покрытия и химического строения газа-адсорбата, анализ которой указывает на возможность создания мультисенсорной системы мониторинга атмосферного воздуха на пять основных приоритетных загрязнителей (CO , SO_2 , NH_3 , H_2S , NO_2).

Уральский ГУ, кафедра АХ. Получены и аттестованы сложнооксидные электродноактивные материалы на основе ниобатов, гексаферритов. Выявлены перспективные структурные типы (перовскит, слоистый перовскит, тетрагональная вольфрамовая бронза) для ниобатов и гексаферриты свинца-стронция со структурой магнетоплюмбита. Созданы пленочные (инертная матрица – полистирол) ИСЭ, чувствительные к ионам свинца. Методами непрерывных растворов и постоянной концентрации мешающего иона

определены коэффициенты потенциометрической селективности свинецселективных электродов по отношению к ионам Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} . Показано, что определению свинца не мешают 3-7 кратные избытки данных ионов. Среди гексаферритов выделены наиболее перспективные составы $\text{Pb}_{0,02}\text{Sr}_{0,98}\text{Fe}_{11}\text{O}_{17,5}$ и $\text{Pb}_{0,05}\text{Sr}_{0,95}\text{Fe}_{11}\text{O}_{17,5}$ для получения мембран ИСЭ. Рекомендованы для дальнейшего изучения свинецсодержащие ниобаты $\text{Pb}_3\text{NiNb}_2\text{O}_9$, $\text{Sr}_{1-x}\text{Pb}_x\text{Nb}_2\text{O}_6$, $\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Nb}_{10}\text{O}_{27}$ для которых получены удовлетворительные, воспроизводимые электрохимические характеристики.

Томский ГУ, кафедра АХ. Предложена оптически прозрачная (со)полимерная среда на основе сетчатых полиметакрилатов в качестве чувствительного элемента сенсора на ряд ионов металлов (железо, ртуть, никель, медь, цинк и др.) и органических веществ (аскорбиновая кислота, дипиридил и др.). Содержание вещества находится визуально или методами оптической спектроскопии. Введенный в полимерную матрицу набор реагентов определяет селективность чувствительного элемента сенсора по отношению к определяемому веществу.

Сочинский ФАЭУ. Разработаны две модификации электрохимического сенсора для определения диметилгидразина (НДМГ) в газовой среде. Первая модификация сенсора представляет собой гальванический элемент, в котором измерительный электрод – платиновый, а вспомогательный – хлорсеребряный. Вторая – представляет собой систему, состоящую из трех платиновых электродов, два катода и один анод. Потенциал, необходимый для электропревращения НДМГ, создается с помощью внешнего источника тока. Показаны преимущества, недостатки и область применения двух- и трехэлектродного сенсора при определении НДМГ в воздухе производственных помещений. Изучено влияние неизмеряемых компонентов H_2 , He , O_2 , присутствующих в анализируемой газовой среде.

ИОНХ РАН. Закончен цикл исследований нанокристаллического ZrO_2 , первого представителя ультрадисперсных систем как нового класса сенсорных материалов. Для тонких фракций ZrO_2 обнаружен сходный с молекулярноситовым эффект избирательной сорбции органических аналитов в зависимости от размера молекул. Относительно более грубодисперсные фракции ZrO_2 (с порами надмолекулярного размера) перспективны в качестве носителей других активных рецепторных материалов, например, полимеров, жидкостей, кристаллических веществ. В качестве трансдуктов нового поколения опробованы высокочастотные пьезокварцевые резонаторы ($F_{\text{рез.}} = 80; 100; 150$ МГц) с высокой массчувствительностью, для чего разработан ряд оригинальных методик формирования на их поверхности субмикронных (по толщине) и миниатюрных (по площади) рецепторных элементов с использованием золь-гель технологии, физической депозиции из паровой фазы, послойного химического газофазного осаждения. На опытных образцах высокочастотных сенсоров с нанокристаллическим ZrO_2 и другими материалами получены стандартные наборы электронных и физико-химических характеристик. Для некоторых рН-индикаторов, используемых в качестве рецепторных материалов оптосенсоров, изучены закономерности сорбции анализируемых газов пленочными покрытиями. Рассчитаны кинетические характеристики сорбционного цикла для двух предельных механизмов: первый – скорость процесса определяется скоростью протекающей химической реакции, второй – скорость процесса определяется скоростью диффузии.

Проточный химический анализ

Проточный химический анализ (ПХА) был и остается важным и быстроразвивающимся направлением современной аналитической химии. Характер разнообразных идей и подходов, представленных в публикациях, убедительно доказывает, что ПХА может быть успешно использован для решения многих практических проблем.

Достаточно широкое применение в ПХА, в том числе в проточно-инжекционном (ПИ) анализе, нашли электрохимические и спектрофотометрические методы детектирования.

В *Уральском ГЭУ* разработан и изготовлен лабораторный образец автоматической проточно-дискретной on-line системы для анализа природных, питьевых и сточных вод на содержание тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) с использованием нетоксичного графитсодержащего гибкого долгоживущего электрода с обновляемой по принципу магнитофонной ленты поверхностью. Для ИВ измерений предложен четырехэлектродный датчик, в котором стандартная трехэлектродная схема вольтамперометрических измерений дополнена четвертым электродом – рабочим электродом пробоподготовки. В целом, система включает в себя подсистемы потенциометрических измерений, пробоподготовки и вольтамперометрических измерений, соединенные между собой посредством гидросистемы «FLOPRO-9P» (GlobalFIA, USA) с 26-ходовым клапаном («Valco 26 position selection valve»), насосом для подачи растворов («SS-P») и шприцевым насосом («Cavro XP-3000»). Периодический отбор проб и проведение измерений проводится с помощью IBM PC совместимого компьютера по заданной программе без вмешательства оператора. Разработанный комплекс может служить базовым прототипом для создания систем гидрохимического, экологического или технологического мониторинга, адаптированных к конкретным условиям, в соответствии с техническими требованиями пользователя.

В *ИОНХ РАН* предложен метод получения пленочных вольтамперометрических сенсоров на основе электроокислительной модификации поверхности стеклоглеродного электрода (СУЭ) в растворах электрохимически активных комплексообразующих реагентов (ряда оксизамещенных лигандов, производных оксазина и тиазина) в ПИ системе с фиксированными гидродинамическими параметрами. С использованием сенсоров, полученных путем модификации СУЭ в потоке морина и пирогаллола, разработаны ПИ системы для адсорбционного ИВ определения олова(II) и сурьмы(III) в присутствии свинца(II) и меди(II) на уровне ПДК в водах и жидких продуктах питания. Производительность анализа – 10 определений в час. Разработаны принципы ПИ фотометрического анализа смесей близких по свойствам биологически активных металлов, позволяющие существенно расширить возможности применения неселективных хромофорных реагентов. В основу этих разработок положены различия в кинетическом поведении компонентов смеси в реакциях лигандного обмена между их комплексами с хромофорными реагентами и аминокполикарбонными кислотами, а также использование специальных операционных приемов формирования двух реакционных зон в

одноканальной ПИ системе с последующей математической расшифровкой регистрируемых сигналов.

На *кафедре АХ СПбГУ* развиваются комбинированные схемы пробоподготовки в ПИА, включающие последовательные операции реакционной газовой экстракции и жидкостной адсорбции. Разработана методика фотометрического определения микроконцентраций мышьяка в водных средах, включающая его газовую хроматомембранную экстракцию в форме гидрида и последующее жидкостно-абсорбционное выделение из газовой фазы в раствор реагента, помещенный в качестве неподвижной фазы в газожидкостную хроматографическую колонку. Диапазон определяемых концентраций мышьяка составил 0,1 – 120,0 мкг/л.

В *Чувашском ГУ* разработан ускоренный способ определения кислорода и других окислителей методом ПИ псевдотитрования с фотохимической генерацией титранта.

На *кафедре АХ МГУ* продемонстрированы возможности электроинжекционного анализа для определения нитритов, нитратов и фенолов. В основу определения нитритов и нитратов положена хромогенная реакция комплексообразования между азосоединением, полученным в результате диазотирования – азосочетания ряда органических соединений с участием нитритов (в случае нитратов – после их восстановления), и ионом металла. Исследовано электрофоретическое поведение реактантов и разработаны методики определения 0,01-1,0 и 1-50 мг/л нитритов и нитратов в водах, фруктовых и овощных соках. В основу определения фенолов положена хромогенная реакция их окислительной конденсации с 4-аминоантипирином. Исследовано влияние состава и рН рабочего буферного раствора на электрофоретическую подвижность фенолов и продуктов их окислительной конденсации и выбраны условия для определения суммарного содержания хлорфенолов в водах.

Хроматографические методы

Газовая хроматография

В *МГУ на кафедре АХ* разработан способ хроматографического определения метиловых эфиров органических кислот в водах, основанный на сочетании сверхкритической флюидной экстракции без использования органического растворителя и газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором.

В *лаборатории хроматографии ИНХС РАН* предложен и изучен органический адсорбент нового типа – политриметилсилилпропин (ПТМСП), который представляет собой стеклообразный полимер (температура стеклования ~ 300 °С) высокой микропористости, характеризующийся большим свободным объемом. Его необычные свойства объясняются объемистой боковой группой –Si(CH₃)₃ в сочетании с жесткой основной цепью. ПТМСП растворяется в некоторых растворителях, что позволяет получать твердый адсорбент в форме пленки при нанесении полимера из раствора на внутренние стенки капиллярной колонки или на поверхность твердого носителя. Полимер обладает необычно высокой разделяющей способностью, однако его целесообразно использовать преимущественно для хроматографического разделения смесей, кипящих ниже 250-300 °С. Новизна разработки – в возможности использования ПТМСМ в качестве

хроматографического адсорбента в стеклообразном состоянии, а также – в его необычных разделительных характеристиках.

В *ИК СО РАН* изучены особенности определения водорода в присутствии агрессивных веществ, в т.ч. сероводорода. Показано, что для надежного определения сероводорода в среде аргона необходимо использовать детектор по теплопроводности, чувствительные элементы которого изготовлены из позолоченной вольфрамовой нити. Для одновременного определения низких концентраций водорода и сероводорода в качестве подвижной фазы необходимо использовать смесь аргона и гелия. Получены данные об условиях разделения и определения эпоксидов ненасыщенных циклических соединений (из состава продуктов каталитического окисления, в частности, циклогексена и циклооктена), на хроматографических сорбентах разных типов. Разработаны и внедрены на действующих каталитических установках методики анализа продуктов указанных выше процессов.

Разработана технология и аппаратура для приготовления U-образных поликапиллярных колонок длиной 22-25 см с неподвижными силоксановыми жидкими фазами различной полярности и эффективностью не хуже 3500 теоретических тарелок. Технология нанесения пленки неподвижной жидкой фазы основана на статическом методе высокого давления. По скоростным и разделительным характеристикам U-образные колонки не отличаются от прямых поликапиллярных колонок, но могут быть изготовлены большей длины.

В *Кубанском ГУ* разработана методика одновременного определения кислородсодержащих и ароматических углеводородов в промышленных выбросах, показана и методически обоснована возможность качественной и количественной интерпретации хроматограмм при неполном разделении пиков.

В *лаборатории ГХ НИИ Химии СПбГУ* разработан метод предсказания последовательностей газохроматографического элюирования оптически активных органических соединений: диастереомеров на неселективных неподвижных фазах и энантиомеров на хиральных фазах – производных циклодекстринов. Метод основан на компьютерном моделировании внутримолекулярных колебательных и вращательных процессов методами молекулярной динамики. Эффективность применения рассматриваемого подхода обусловлена тем, что определение порядка элюирования диастереомеров или энантиомеров при условии регистрации всех возможных изомеров эквивалентно их однозначной идентификации.

Совместно с Национальным институтом стандартов и технологий (США) проводятся работы по созданию базы данных газохроматографических индексов удерживания органических соединений на полярных и неполярных стандартных НЖФ.

Жидкостная хроматография

На *кафедре АХ МГУ* изучено хроматографическое удерживание молибденовых гетерополикислот (ГПК) кремния и фосфора в виде ионных ассоциатов с тетрабутиламмонием на обращенной фазе C_{18} в варианте ион-парной ВЭЖХ. В качестве источников протонов использовали ацетатный буферный раствор, серную и хлорную кислоты. Оптимизированы условия

разделения и предварительного концентрирования ГПК в виде ионных ассоциатов с ТБА.

Получены новые сорбенты на основе силикагеля путем адсорбции хитозана, фталилхитозана и сульфакамфорахитозана. Изучено влияние способа иммобилизации и структуры хитозана на удерживание и разделение полярных и неполярных соединений. Изучены хроматографические параметры хитозанокремнезема, полученного по золь-гель технологии. Установлено, что удерживание сорбатов определяется образованием водородных связей и π - π взаимодействиями сорбатов с поверхностью сорбента. Показана высокая селективность разделения нитроанилинов.

Изучены условия разделения аминокислот и их энантиомеров в виде производных с ортофталевым альдегидом и N-ацетилцистеином в варианте градиентной обращенно-фазовой ВЭЖХ. Показана возможность одновременного разделения и определения 20 важнейших аминокислот и их оптических изомеров. Предел обнаружения аминокислот в напитках и витаминных препаратах составляет 0,1-0,5 мкг/мл в зависимости от их природы.

Исследовано хроматографическое удерживание ряда геминпептидов на силикагеле Диасфер-110-С₁₈, модифицированном окта-4,5-карбокситфалоцианатом цинка. Показана связь удерживания со строением гемипептидов, найдены условия разделения их смесей, предложен механизм взаимодействия гемипептидов с иммобилизованными макроциклами.

Продолжены работы по синтезу низкоемкостных катионообменников на основе сополимера стирола и дивинилбензола различной сшивки. Путём сульфирования стирол-дивинилбензольных матриц с различной степенью сшивки получен ряд катионообменников с обменной ёмкостью в интервале 0,18 – 1,80 мэкв/г. Рассмотрено влияние состава сульфорирующей смеси, порядка добавления реагентов, продолжительности сульфирования и температуры реакционной смеси на ионообменную ёмкость сорбентов, полученных при использовании идентичной матрицы. Показано, что решающее влияние на ионообменную ёмкость оказывает температура реакционной смеси. Изучено хроматографическое поведение катионов щелочных металлов, аммония, ряда производных аминов и гидразинов на полученных ионообменниках в варианте ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием.

Разработан комбинированный метод определения алифатических, ароматических карбоновых кислот, сахаров, сложных спиртов и гликолей методом ионоэкслюзионной хроматографии в пищевых продуктах.

Изучено хроматографическое удерживание катионов щелочных и щелочноземельных металлов на карбоксильных катионообменниках различных типов: микросферических полимерных сорбентах на основе сополимеров стирол-дивинилбензола с привитым слоем полималеиновой и полиитаконовой кислот, сорбентах на основе полиметакрилатной матрицы НЕМА с привитыми группами различных аминокислот, сорбентах на основе силикагеля с нанесенным слоем сополимера полибутадиена и малеиновой кислоты, с ковалентно закрепленными гистидином или полиаспарагиновой кислотой. Все перечисленные сорбенты обладают высокой селективностью при одновременном ионохроматографическом разделении катионов первой и второй групп. Изучено влияние температуры на удерживание катионов и

сделаны предположения о сочетании комплексообразования и ионного обмена в механизме удерживания.

В области каталитического детектирования в хроматографии было продолжено исследование индикаторной реакции окисления бромпирогаллолового красного. Оптимизированы условия каталитического детектирования нитрита после его ионохроматографического определения. При этом удаётся достичь чувствительности на уровне долей ПДК при высочайшей селективности определения.

Предложен вариант фазового фототермического детектора на основе поляризационных и волоконно-оптических интерферометров для жидкостной хроматографии и капиллярного электрофореза. Конструкция интерферометра позволяет использовать устройство как в варианте фототермического детектора сдвига фаз для окрашенных веществ, так и в варианте рефрактометрического детектора.

Изучено влияние макроциклических агентов различной природы (краун-соединений, циклодекстринов, макроциклических антибиотиков) на параметры удерживания ароматических нитро-, amino- и гидроксисоединений в обращенно-фазовой ВЭЖХ. Исследованы углеродистые сорбенты для газовой хроматографии на основе фуллерена C_{60} , нанотрубок, а также сорбентов смешанного состава $C_{60} + 18$ -краун-6, $C_{60} + \beta$ -циклодекстрин + апиезон L. Проведена количественная оценка комплексообразования аналитов с макроциклами в режиме ВЭЖХ, ГХ и капиллярного электрофореза.

Проанализировано влияние факторов, определяющих селективность разделения смесей аминокислот, пестицидов ряда триазинов и феноксикарбоновых кислот, amino-, нитро-, гидрокси- и хлоропроизводных бензойной кислоты в режиме капиллярного зонного электрофореза и мицеллярной электрокинетической хроматографии: состава и концентрации ведущего электролита, рН, содержания органических растворителей (метанола, ацетонитрила), макроциклических добавок и ПАВ (в концентрациях меньших ККМ), приложенного напряжения.

Продолжены работы по хроматофокусированию и моделированию внутренних градиентов рН. Проведено кислотно-основное потенциометрическое титрование кремнеземов с привитыми по эпокси группам этилендиамином, диэтилентриамином, тетраэтиленпентамином. Разработано Excel-приложение "Альфа" для расчета констант протонирования. Определены коэффициенты анионного обмена хлорид-иона на анионы моно- и дикарбоксикислот на кремнеземах, модифицированных олигоэтиленаминами. Показана возможность формирования нисходящих градиентов рН с использованием техники хроматофокусирования в колонках, заполненных карбоксильными катионообменниками.

В *лаборатории ГХ НИИ Химии СПбГУ* проведены сравнительные оценки факторов, определяющих селективность разделения смесей органических соединений в режиме ВЭЖХ и КЭ на примерах пестицидов ряда феноксикарбоновых кислот и афлатоксинов.

Созданы, испытаны и охарактеризованы сорбирующие устройства нового типа, в которых слой нанесенных на твердый носитель газохроматографических высокотемпературных неподвижных фаз различной полярности или мелкодисперсного адсорбента располагается внутри иглы из

нержавеющей стали (микросорбер, тип А) или внутри примыкающей к игле стальной трубки с внутренним диаметром 1,0 – 1,2 мм (тип Б). Концентрирование осуществляется путем пропускания анализируемого раствора или паро-газовой смеси через микросорберы. Десорбция сконцентрированных компонентов проводится в токе газа-носителя при температуре около 300 °С при погружении иглы микросорбера в испаритель газового хроматографа (при использовании микросорбера типа Б трубку с сорбентом обогревают миниатюрным трубчатым нагревателем). Для дальнейшего увеличения количества сорбента в концентраторе (и, соответственно, увеличения чувствительности определения примесей) предложена иная конструкция микросорбера (тип С), представляющая собой плоскую тонкостенную удлиненную прямоугольную колонку.

Микросорберы типа А обеспечивают устойчивое определение бензола и его гомологов в искусственных водных растворах и паро-газовых смесях на уровне концентраций 1–5 мкг/л и около 0,5 мг/м³ соответственно с относительными стандартными отклонениями s_r не хуже 0,1. Микросорберы типа Б, обладающие большей сорбционной емкостью, испытаны на примере определения простейших ароматических углеводородов в струе табачного дыма. Предложенный новый подход к концентрированию примесей и устройства для его реализации могут быть использованы не только в газовой хроматографии, но и в других аналитических методах, например в жидкостной хроматографии.

Количественные параметры твердофазной микроэкстракции бензола, толуола, этилбензола и о-ксилола из водных растворов, полученные с применением устройств разной конструкции, были подвергнуты двухфакторному дисперсионному анализу (ANOVA-two way). Установлено, что, в отличие от абсолютных сигналов, относительные сигналы (отношения высот хроматографических пиков бензол/о-ксилол, толуол/о-ксилол и этилбензол/о-ксилол) для всех устройств не обнаруживают существенных отклонений. Для выявления стационарного режима ТФМЭ адаптирован метод логистической регрессии.

Архангельский ГТУ, кафедра ТиПХ, совместно с кафедрой АХ МГУ применили методы ГЖХ и ВЭЖХ для определения состава фракции летучих фенолов сточных вод предприятий целлюлозно-бумажной промышленности. В исследованной фракции обнаружены фенол, гваякол, п- и м-крезолы, п-хлорфенол, 2,4-дихлорфенол, 2,4,6-трихлорфенол, пентахлорфенол.

Другие варианты хроматографии и родственные методы

Планарная хроматография. На *кафедра АХ и ХЭ Саратовского ГУ* методом ТСХ изучено хроматографическое поведение моноазосоединений в подвижных фазах на основе β-циклодекстрина и гидроксипропил-β-циклодекстрина на пластинках силуфол, сорбтон и полиамид. Показано, что наиболее эффективно разделение азосоединений протекает на полиамиде. Показана возможность разделения и определения биогенных аминов на пластинах силуфол – сорбфил.

В *Кубанском ГУ* предложена методика скрининга лекарственных препаратов, основанная на определении величин относительных миграций. Установлены корреляционные зависимости справочных и экспериментально найденных величин подвижностей, расширено число стандартных веществ для их оценки.

Хромато-масс-спектрометрия. В *МГУ на кафедре АХ* показана возможность увеличения достоверности обнаружения и идентификации следовых количеств компонентов сложных смесей неизвестного состава путем регистрации их молекулярных ионов (при низкой энергии ионизирующих электронов), масс-спектров дочерних ионов, их ранжирования и библиотечного поиска с использованием ранжированных масс-спектров дочерних ионов.

Разработан способ хромато-масс-спектрометрического определения ряда нелетучих органических соединений: аминокислот, жирных, дикарбоновых кислот, гидроксикислот, а также сахаров при их одновременном присутствии в пробе. Способ основан на селективной двухстадийной дериватизации этих соединений до алкоксикарбоновых производных, алкиловых и триметилсиллиловых эфиров.

Спектроскопические методы

Традиционно общий обзор достижений разделен на два раздела: 1) атомно-спектральные методы определения элементного состава пробы и 2) методы молекулярного спектрального анализа.

Атомный оптический спектральный анализ

Атомно-флуоресцентный анализ. *ИПТМ РАН.* Разработан и изготовлен лабораторный образец бездисперсионного атомно-флуоресцентного спектрометра для определения ртути в водных растворах с атомизатором холодного пара и показаны преимущества предложенного спектрометра по сравнению с атомно-абсорбционным: меньший предел обнаружения ртути (60 пг), простота конструкции спектрометра (отсутствие сложной оптической системы), меньший расход реактивов и объема анализируемой пробы, что существенно с практической точки зрения при анализе малого количества пробы. Правильность метода проверена измерением стандартных образцов почв.

Атомно-абсорбционный анализ. *УГТУ-УПИ.* Разработана модель действия металлических и оксидных модификаторов в графитовой печи. Работоспособность модели подтверждена экспериментальными и расчетными данными по 40 элементам.

Кубанский ГУ. В рамках развития схемы анализа, включающей концентрирование и последующее ЭТААС определение мышьяка дозированием водных суспензий палладийсодержащих сорбентов, проведена оптимизация условий синтеза и измерения аналитического сигнала. Абсолютный и концентрационный пределы обнаружения составили 28 пг и 12 нг/л (при объеме пробы 100 мл) соответственно. Исследованы термостабилизирующие свойства полученных сорбентов-модификаторов для прямого определения мышьяка в растворах. Полученные данные свидетельствуют о заметном превосходстве модифицирующего эффекта палладийсодержащего активированного угля в сравнении с широко применяемыми модификаторами, особенно в условиях избыточного присутствия минеральных кислот.

С-ПбГУ, кафедра АХ совместно с Латвийским университетом. Разработана и испытана на макете схема анализа, предназначенная для

атомно-абсорбционного с ЭТА определения содержания тяжелых металлов в аэрозолях воздуха. На основе этой системы разработана методика быстрого определения содержания элементов в воздухе (время определения 2-3 мин) с пределами обнаружения 0,03 – 0,05 нг/м³. Проведена экспериментальная проверка этой системы на примере определения содержания Se в воздухе, выдыхаемом человеком.

Разработаны высокоинтенсивные источники излучения, позволяющие в 3 – 8 раз снизить пределы обнаружения в атомно-абсорбционном анализе.

Атомно-эмиссионный метод. ГЕОХИ РАН, лаборатория ХС. Предложен новый источник атомизации и возбуждения для атомно-эмиссионного определения металлов в потоке растворов электролитов – разряд внутри жидкости между жидкими электродами аналита. Показана возможность использования нового источника для определения Na, Mg и Ca в диапазоне концентраций 0,01-5 мМ. Последнее время в качестве возможных источников атомно-эмиссионных спектров при анализе водных электролитов исследуют электрические разряды, горение которых обусловлено переносом заряда через границу электролит/плазма. Непосредственное вовлечение пробы в разряд позволяет упростить конструкцию устройства и делает его перспективным для использования в сенсорах. Одним из ограничений источников с разрядами над свободной поверхностью жидкости является неустойчивость свободной капиллярной поверхности жидкости и влияние состава газовой атмосферы на эмиссионный спектр. Предложен новый источник атомизации и возбуждения для спектрального анализа растворов электролитов – разряд при вскипании в канале (РВК), который возникает в паровой пробке, образовавшейся в канале диэлектрической мембраны в результате омического нагрева, вызванного высоковольтным импульсом. Для зажигания РВК использовали двухэлектродную электрохимическую ячейку с пространствами, разделенными тефлоновой мембраной толщиной 0,6 мм с отверстием около 1 мм. При замыкании высоковольтной электрической цепи (около 2,5 кВ, 2 мкф) вследствие омического нагревания в канале, где плотность тока гораздо выше, чем в остальной части сосуда, жидкость вскипала, в паровой пробке возникал электрический разряд, в спектре которого наблюдали линии металлов, присутствующих в растворе. На основе синхронных кинетических измерений силы тока и интенсивности света предложена качественная модель процессов в РВК. Измерен спектр фонового излучения РВК. Изучена возможность возбуждения линий щелочных и щелочноземельных металлов. Представлены калибровочные графики для определения Na, Mg и Ca в диапазоне концентраций 0,01-5 мМ.

НИИ Химии Нижегородского ГУ. Исследовано влияние матрицы при атомно-эмиссионном определении микропримесей в марганце повышенной чистоты и его соединениях. Установлено, что изменение интенсивности спектральных аналитических линий примесных элементов в системе «матричный компонент - модифицирующая добавка» (графитовый порошок) носит нелинейный характер. Показано, что для улучшения метрологических характеристик методик необходимы выбор оптимального соотношения компонентов системы и строгое соответствие по содержанию матрицы в анализируемых пробах и образцах сравнения. Полученные результаты использованы при определении примесей в оксиде марганца, используемого при изготовлении ферритов, и марганецсодержащих премиксах.

ИПТМ РАН. Экспериментально подтвержден факт образования в кратере электрода дуги постоянного тока легколетучих фторидов труднолетучих элементов в присутствии фторсодержащей добавки ZnF_2 . Показано, что использование реакций фторирования в кратере электрода приводит к снижению пределов обнаружения труднолетучих элементов в оксидах алюминия и циркония на 1-1,5 порядка. На примере анализа образцов фуллерена показана возможность использования реакций фторирования для унифицирования методик определения примесей в различных матрицах, близких по своему составу и температурным характеристикам, используя одни и те же образцы сравнения.

ИНХ СО РАН, аналитическая лаборатория. Решена задача создания экспрессной многоэлементной АЭС методики определения следов элементов в порошковых пробах разной природы. Методика основана на разбавлении тонко измельченных (< 10 мкм) проб графитовым порошком, содержащим легкоионизируемую добавку (15% NaCl), возбуждении спектров в двухструйном дуговом плазмотроне ($I = 80$ А, $W = 10$ кВт) и регистрации спектров зоны до слияния струй плазмотрона. Используется единый набор образцов сравнения на основе графитового порошка. Спектры регистрируются фотодиодной линейкой. Методика опробована на концентратах микропримесей, металлическом галлии, элементарном теллуре, почвах, растениях, гуминовых кислотах, элементарном кремнии. Правильность анализа подтверждена на стандартных образцах разного уровня (СОП, ГСО, международных). Оценены пределы обнаружения 40 элементов при одновременном их определении.

Комбинированные методы. ГЕОХИ РАН. Решение практических задач при анализе сложных объектов требует сочетания различных методов атомной спектроскопии с методами on-line и off-line пробоподготовки и концентрирования. Примером такого комплексного подхода может служить разработка методик анализа проб с хлоридной основой. Необходимость определения широкого круга элементов (10^{-7} – n %; 0,0001 – 0,1 мг/л) в хлоридных системах обусловлена различными практическими задачами: определение тяжелых металлов (ТМ) в рудах калийного производства и продуктах их переработки, включая готовую продукцию – пищевую соль; оценкой возможности загрязнения ТМ гидросферы калийных предприятий; определением ТМ в высокоминерализованных растворах, включая морскую воду.

Для анализа столь разнообразных проб с хлоридной основой была разработана методология унифицированного комплексного исследования химического состава проб с использованием комплекса атомно-спектральных методов: АЭС с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП), пламенная ААС (ПААС), ААС с электротермической атомизацией (ЭТААС). Изучено влияние основы проб на формирование аналитических сигналов определяемых элементов в пламени, графитовой печи, плазме и найдены пути устранения этого влияния при определении Fe, Cu, Zn, Mn, Sr (10^{-3} – n %, метод АЭС-ИСП и ПААС), Cd, Pb, As, Sb, Ni, V, Cu, Co (10^{-5} – 10^{-3} %, метод ЭТААС) в пробах горных пород (карналит, сильвинит) и продуктах их переработки (нерастворимые остатки, шламы, пищевая соль). На основании расчетов, проведенных методом термодинамического моделирования, и экспериментов выбраны оптимальные температурно-временные параметры определения

элементов; показано, что лучшим модификатором хлоридной матрицы является азотная кислота и натрий.

Разработана проточно-сорбционная методика предварительного разделения и концентрирования микроэлементов Pb, Cd, Cu, Co, Ni, V, Mn, Zn, Ti, Bi (0,1 – 0,0001 мг/л) из хлоридных рассолов с минерализацией до 300 г/л солей. Использовали сорбент ДЕТАТА, микроколонки объемом 0,09 мл. В зависимости от содержания элемента элюат последовательно анализировали методом ПААС (Cu, Zn, Mn) и методом ЭТААС (Pb, Cd, Co, Ni, V, Bi, Ti, Al). Внедренная на предприятии "Уралкалий", г. Березники, проточно-сорбционная атомно-абсорбционная методика является альтернативой методов, предусмотренных ГОСТ № 26929-86, № 26933-86, и 13830-91 (экстракционно-ААС, колориметрические, спектрофотометрические). Чувствительность определения ТМ по разработанной методике в 10-100 раз выше чувствительности стандартных методик. Метрологические характеристики метода оценены с использованием отраслевых образцов сравнения рассолов. Методика подготовлена к аккредитации.

Разработана проточно-сорбционная методика группового концентрирования микроэлементов Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, V и Zn (0,01 – 0,001 мг/л) в режиме off-line из морской воды и одновременного определения элементов в концентрате на атомно-эмиссионном полихроматоре IСАР-9000. Отработана процедура предварительного концентрирования морских вод (ДЕТАТА-сорбент, микроколонка объемом 0,16 мл). Исследована количественная зависимость сорбции металлов от размеров колонки и пропускания через колонку больших объемов проб морских вод (до 1 л). Достигнут коэффициент концентрирования – 200. Сорбционное концентрирование микроэлементов из вод Карского моря и морей Арктического бассейна проводилось в судовых условиях (использовался 4-колоночный проточно-инжекционный блок БПИ-Н). Анализ концентратов на содержание микроэлементов проводили в стационарных условиях ГЕОХИ.

Молекулярный спектральный анализ

СПбГУ, кафедра АХ. Изучена возможность использования в качестве фотометрических реагентов на мышьяк различных солей тетразолия: 2,3,5-трифенилтетразолия хлорида, 5(1,3-бенздиоксол-5-ил)-2-(4-йодфенил)-3-фенил-2Н-тетразолия хлорида и 3-(2-метилфенил)-2,5-дифенилтетразолия хлорида. Показано, что по величине молярного коэффициента поглощения наиболее подходящим является 5(1,3-бенздиоксол-5-ил)-2-(4-йодфенил)-3-фенил-2Н-тетразолия хлорид, названный нами «арсолом».

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГАУ, кафедра химии. Разработан методологический подход улучшения метрологических характеристик фотометрического определения первичных ароматических аминов, состоящий в применении в качестве аналитических реагентов ароматических альдегидов с донорными заместителями в сочетании с а-ПАВ линейного строения. Разработано 39 методик фотометрического определения первичных ароматических аминов в объектах окружающей среды, медицинских, фармацевтических, сельскохозяйственных на уровне долей ПДК (НГОС 0,01 мкг/см³).

На *кафедре АХ Ивановского ГХТУ* исследованы кислотно-основные равновесия в растворе полиметилтимолового синего (3[N,N-ди(карбоксиметил)аминометил] тимолсульфафтаleine) и взаимодействие циркония с этим реагентом; разработан чувствительный метод

спектрофотометрического определения циркония (градуировочный график линеен в интервале концентраций циркония $5 \cdot 10^{-7} - 6 \cdot 10^{-5}$ моль/л).

Московский ГОУ. Предложена новая цветная реакция для определения нитрит-иона, основанная на методе возникающих реагентов – взаимодействии Р-соли с нитрит-ионом в присутствии кобальта с образованием в результате его комплекса с нитрозо-Р-солью. Процесс протекает в кислой среде.

Предложен новый металлоиндикатор на ион бария группы ортаниловых – ортаниловый НМ. Перспективность индикатора связана с легкостью синтеза (по сравнению с лучшим в настоящее время индикатором на ион бария – ортаниловым К) и аналитическими характеристиками реакции, близкими к характеристикам ортанилового К и существенно превосходящими по контрастности, чувствительности и избирательности реакции другие металлоиндикаторы на барий.

Совместно с ГЕОХИ РАН с помощью реагента 3,5-дибром-ПАДАФ с использованием цитратных и тартратных сред разработана высокочувствительная методика спектрофотометрического определения ниобия и тантала при совместном присутствии.

Ростовский ГУ, кафедра АХ. Исследованы биологически активные диодгалогениды органических катионов: диодхлориды N-цетилпиридиния, триметилбензиламмония, триэтилбензиламмония, N-диметилморфолиния; диодбромиды N-цетилпиридиния, тетраметиламмония, тетрабутиламмония, N-диметилморфолиния; триодиоды N-диметилморфолиния, бутироилхолиния. Предложена простая и экспрессная методика определения исследуемых соединений, основанная на превращении органических диодгалогенидов в соответствующие триодиоды ($\epsilon_{300 \text{ нм}} \sim 4 \cdot 10^4 \text{ М}^{-1} \text{ см}^{-1}$; $\epsilon_{170 \text{ нм}} \sim 2 \cdot 10^4 \text{ М}^{-1} \text{ см}^{-1}$) в присутствии избытка иодида калия ($S_r \leq 0,02$). Для количественного анализа биологически активных субстанций в составе полученных лекарственных форм разработан экстракционно-спектрофотометрический метод определения по образуемым ионным ассоциатам с красителями анионного типа – эритрозином ($m_{\text{min}} 1,25-3,30 \text{ мкг}$, $S_r \leq 0,03$), бромтимоловым синим ($m_{\text{min}} 3,85 \text{ мкг}$, $S_r \leq 0,03$) и катионного типа – фенилсульфатом 1,3-диметил-2-(4-морфолинофенил) азобензимидазолия ($m_{\text{min}} 2,32-8,26 \text{ мкг}$, $S_r \leq 0,04$). Разработанные методики применены для контроля лекарственных веществ в составе модельных фармформ ($S_r \leq 0,04$).

МГУ, кафедра АХ. Выведено уравнение, позволяющее оценить предел обнаружения термолинзовых измерений, основанное на учете инструментальной погрешности измерений, степени завершенности реакции и характеристиках полосы поглощения реагента.

Из параксиальной и дифракционной теорий термооптической спектроскопии выведено общее уравнение инструментальной погрешности термолинзовых измерений, которое позволяет определять оптимальные режимы работы термолинзового спектрометра при аналитических определениях в растворах, а также при определении фундаментальных параметров (констант устойчивости комплексов, констант скорости и др.).

Совместно с ИОНХ РАН предложено использовать цветометрические сканер-технологии как новый способ числовой оценки интенсивности окраски веществ, сорбированных на пенополиуретанах. Сканер-технологии пригодны для измерения цветовых характеристик (R, G, B, L) пористых полиуретановых образцов и позволяют проводить определение веществ,

сорбированных на пенополиуретанах, с такой же чувствительностью, как и с помощью спектроскопии диффузного отражения.

Нижегородский ГУ, НИИ химии. Разработана и аттестована методика определения активного кислорода фотометрическим методом в нефтепродуктах. Проведена метрологическая экспертиза, определены характеристики погрешности и её составляющих, а также нормативы контроля качества анализа.

Инфракрасная и КР – спектроскопия. ИВТЭ УрО РАН, лаборатория ФХМА. Методом высокотемпературного варианта микроспектроскопии комбинационного рассеяния света *in situ* исследовано температурное поведение ряда оксидов (Al, Tl, In, Ga, Bi), твердых растворов на основе оксида висмута с добавками оксидов эрбия или тулия, галлата лантана (чистого и с добавками). Проведение этих экспериментов позволяет исследовать процессы упорядочения – разупорядочения в рамках структурных типов флюорит-пироклор-перовскит, что является важным для понимания природы высокотемпературной проводимости материалов с позиционными дефектами.

МЦАИ РАН совместно с ВУРХБЗ МО и Волгоградским ПУ на примере ряда фосфорорганических соединений. разрабатывают методы расчета ИК-спектров соединений, используя потенциальные и электрооптические функции. Объектом исследований явились 6 соединений класса О-алкилфторфосфонатов и бис(2-хлорэтил)сульфид. Получены расчетные спектры О-алкилфторфосфонатов, являющихся аналогами отравляющих веществ типа зарин, зоман, с точностью, достаточной для распознавания молекул по их экспериментальным спектрам. Полученные результаты (геометрические, потенциальные и электрооптические параметры фрагментов) позволяют предсказывать спектры ранее не синтезированных соединений и использовать их для распознавания неизученных высокотоксичных соединений. Разработка и внедрение в аналитическую практику расчетных методов предсказания и формирования колебательных спектров, исходя из структурной формулы соединения, сократит ресурсоемкость и дороговизну заполнения библиотек ИК-спектрами для исследовательских и аналитических целей. В настоящее время отсутствуют примеры расчетов ИК-спектров с достаточной точностью для крупных соединений (в том числе алкилфторфосфонатов), в которых число гетероатомов превышает три при общем числе атомов в молекуле более 15.

Люминесцентный анализ. Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Изучены флуоресцентные свойства хелата европия(III) с теноилтрифторацетоном (ТТА) в присутствии аденозинтрифосфорной кислоты (АТФ) в мицеллах неионных ПАВ. Показано, что мицеллы ПАВ увеличивают интенсивность сигнала флуоресценции в два раза, а АТФ уменьшает ее на два порядка. Предложена методика флуоресцентного определения АТФ по тушению флуоресценции с пределом обнаружения 10^{-6} моль. Показано, что введение в качестве сенсibilизатора ионов гадолиния(III) снижает предел обнаружения на порядок. Методика определения АТФ апробирована на фруктовых соках.

Совместно с кафедрой ОНХ методами флуориметрии и мицеллярно-стабилизированной фосфоресценции при комнатной температуре в мицеллах додецилсульфата натрия изучены спектральные и фотофизические свойства флуорантена, хризена, фенантрена, антрацена, бенз(а)антрацена; найдены

метрологические характеристики и факторы селективности определения указанных ПАУ.

Рентгеновские методы

ИГХ СО РАН. Для области энергий рентгеновского излучения 0.1-100 кэВ, представляющей интерес в современном рентгеноспектральном анализе, предложены простые вычислительные схемы для расчета коэффициентов поглощения и рассеяния. Выражения для расчёта коэффициентов поглощения и рассеяния выбраны из предложенных ранее в литературе (Маренков О.С. 1982). Параметры выражений табулированы для элементов $Z=1-92$ на основе сравнительно новых теоретических и полуэмпирических данных по полным коэффициентам ослабления и поглощения (Hubbell J.H.&Seltzer S.M.,1995, Henke V.L., 1993). Относительное стандартное отклонение аппроксимации полных коэффициентов ослабления для области энергий меньше 1кэВ варьирует в интервале 1-7 % отн., для области энергий больше 1 кэВ, как правило, менее 1 % отн.

Иркутский ГУ, НИИ прикладной физики. Показано, что при использовании современных тонкоконных рентгеновских трубок роль фото- и Оже электронов в формировании интенсивности флуоресцентного аналитического сигнала элементов с малыми атомными номерами (В, С, N, О, F) остаётся определяющей. Этот теоретический вывод подтверждён экспериментально.

Предложена модель и выполнены расчёты спектрального распределения тормозного излучения электронов отдачи, возникающих при Комптоновском рассеянии первичного излучения в анализируемом объекте. Указанное тормозное излучение является одной из причин возникновения фона в длинноволновой области рентгеновского спектра флуоресценции.

Уточнено теоретическое выражение для характеристического L – и M – рентгеновского излучения, возбуждённого потоком электронов. Результаты позволяют моделировать спектральный состав излучения рентгеновских трубок с целью выбора оптимальных условий возбуждения рентгеновской флуоресценции элементов с малыми атомными номерами.

Иркутский ГУ, химический факультет. Исследована возможность повышения правильности результатов РФА за счёт инструментальной коррекции матричных эффектов. Предложены алгоритмы расчёта инструментальных параметров, при которых компенсируется эффект избирательного возбуждения, повышается коэффициент чувствительности, снижается влияние на аналитический сигнал шероховатости поверхности излучателя.

Институт химии ДВО РАН. Углублённое изучение закономерностей изменения коэффициента межэлементного влияния (A) в ЭДРФА продолжено на новом рентгеновском спектрометре с энергетическим разрешением (R) 190 эВ по MnK_{α} -линии. Выполнены исследования влияния R на зависимости $A=f(Z)$ от 8 ближайших элементов, которые изучались ранее (для $Z=19-35$). Разрешение детектора изменялось в диапазоне $R=190-300$ эВ путём изменения параметров спектрометрического тракта. Для 10 фиксированных значений R в этом диапазоне получено более 1000 спектров, что обеспечило определение зависимости $A=f(Z,R)$. Знание этих зависимостей и планируемое трёхмерное аналитическое их описание с использованием разработанных в лаборатории программных комплексов обеспечит автоматический учёт

эффектов межэлементного перекрытия линий и позволит повысить точность, снизить пределы обнаружения в ЭДРФА и распространить этот методический подход на метод ТХRF.

Институт монокристаллов НАН Украины. С целью оптимизации условий предложенного ранее способа изготовления органического стекловидного излучателя на основе сахарозы для РФА водных растворов изучены механизм и кинетика образования карамели, а также её физико-химические свойства. При помощи термогравиметрии и дифференциальной сканирующей калориметрии показано, что для образования карамели необходимо некоторое избыточное количество воды, несмотря на то, что карамелизация протекает с последовательным отщеплением двух молекул воды. При формировании излучателя поверхность карамели по степени шероховатости похожа на неорганическое стекло, традиционно используемое в практике РФА, они однородны по примесному составу, устойчивы к действию рентгеновского излучения, не выделяют в вакууме летучих соединений и пригодны для многократного использования.

Предложен способ изготовления плёночных излучателей для РФА водных растворов. Полимерную плёнку получали растворением в анализируемом растворе желатина с добавлением пластификатора и последующим выпариванием воды в кювете-формообразователе. При этом анализируемый раствор может иметь разную степень минерализации. Толщина получаемых плёнок соответствует критерию тонких, излучатели отличаются высоким качеством рабочей поверхности, эластичностью, механической прочностью, термо- и радиостойкостью.

Показано, что ультразвуковая обработка природной воды, использованная ранее для разрушения гуминовых веществ, повышает интенсивность характеристического рентгеновского излучения определяемых элементов и в отсутствие гуматов. Высказано предположение о том, что это объясняется дополнительным излучением долгоживущих свободных радикалов, образующихся из определяемых элементов под действием УЗ.

МГУ, кафедра радиохимии. Предложен вариант экспресс-определения малых концентраций стронция в донных отложениях Черного моря методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии (РФС) без предварительного обогащения и деструкции образцов.

Приборы. В **ИПТМ РАН** разработана и построена принципиально новая, не имеющая аналогов рентгенофлуоресцентная ячейка для элементного анализа газовых смесей, позволяющая работать в проточном режиме. Ячейка построена на базе плоского волновода-резонатора, работает на принципе возбуждения газового микрообъёма $V \sim 1 \cdot 10^8 \text{ см}^3$ рентгеновским пучком, сформированным волноводом-резонатором. Ячейка позволяет определять наличие примесей *Cl* и *S* в воздухе на уровне 10^{-3} ат. \% . Предложены пути повышения чувствительности ячейки. Ячейка может использоваться для определения в газовом объёме лёгких элементов, например углерода, при использовании полупроводниковых детекторов с тонкими окнами. Устройство может быть построено в виде переносного прибора размером в два стандартных кейса и весом около 15 кг. Возможно применение микрофокусных трубок. Области использования – экология, медицинская диагностика, непрерывный анализ горных выбросов.

В **Институте рентгеновской оптики** продолжают работы по созданию малогабаритных приборов как для элементного, так и структурного анализа на

основе поликапиллярной рентгеновской оптики Кумахова (рентгеновские линзы и полулинзы). Для укомплектования этих приборов в институте разработаны малогабаритные рентгеновские трубки (мощностью до 50 Вт), высоковольтные блоки питания, программное обеспечение. В 2002 году завершены работы по следующим приборам:

ФОКУС В – вакуумный рентгенофлуоресцентный спектрометр (анализатор) с расширенным диапазоном определяемых элементов от 11 Na до 92 U. Расширение диапазона до Al позволяет анализировать почти все сплавы на основе меди, например, алюминиевые и фосфористые бронзы. Включение в диапазон определяемых элементов Mg позволяет анализировать практически все алюминиевые сплавы (не только дюраль, но и силумин). Включение Na расширяет возможности анализа угля, нефти, биологических объектов. Размеры и конструкция вакуумируемой измерительной камеры зависят от конкретного назначения прибора - вида и размера образцов, организации измерительного процесса и могут изменяться в зависимости от требований эксперимента.

Рентгеновский дифрактометр - компаратор предназначен для определения отклонения плоскости среза монокристаллических пластин от заданной кристаллографической плоскости. Основным элементом в рентгеновской схеме малогабаритного дифрактометра является фокусирующая капиллярная линза Кумахова с определенным углом сходимости рентгеновского излучения $\sim 1-3^\circ$, позволяющая с помощью линейно - координатного детектора с углом $\sim 5^\circ$ регистрации дифракционного отражения определять кристаллографическую ориентацию монокристаллических пластин по сравнению с эталонной.

Использование сходящегося на образце рентгеновского пучка позволяет избавиться от вращения кристаллодержателя с целью поиска максимума дифракционного отражения. Точность определения измеряемого угла отклонения $\pm 5''$. По сравнению с другими приборами такого же типа, дифрактометр отличается простотой юстировки, возможностью быстрой смены типа исследуемой пластины, портативностью. Программное обеспечение позволяет кроме сортировки образцов по отклонению угла среза от эталонного проводить анализ качества обработки поверхности, её мозаичности после различных типов обработки.

Завершён НИР этап по разработке опытного образца рентгеновского рефлектометра для исследования поверхностей полупроводниковых структур на монокристаллической подложке, совмещённого с рентгенофлуоресцентным каналом для определения элементного состава в поверхностном слое.

НПП «Буревестник» разработан вакуумируемый сканирующий рентгеновский спектрометр (СПАРК-3), предназначенный для определения содержаний химических элементов от Mg до U в твёрдых и порошкообразных образцах. Спектрометр отличается новой рентгенооптической схемой и специальным двуханодным детектором.

Разработан и изготовлен опытный образец рентгенофлуоресцентного анализатора серы (АСЭ-1), предназначенный для проведения массовых анализов нефти, нефтепродуктов и других органических жидкостей. Диапазон определяемых концентраций – (0,015 – 5) %, предел обнаружения при экспозиции 600 с – 0,002%. Компактный прибор имеет встроенный микропроцессорный контроллер, обеспечивающий управление процессом

измерений, обработку и хранение данных. Имеется возможность стыковки прибора с персональным компьютером.

НПО «Спектрон» разработал и с 2002 г. серийно выпускает сканирующие кристалл- дифракционные рентгеновские спектрометры серии «СПЕТРОСКАН МАКС», предназначенные для определения содержаний элементов в диапазоне от 11 Na до 94 Pu. Эти спектрометры разработаны и выпускаются на замену получивших широкое распространение аппаратов «Спектроскан» и отличаются улучшенными аналитическими характеристиками, более надёжной электроникой, выполненной на современной элементной базе, развитым и удобным для пользователя программно-методическим обеспечением. Спектрометры зарегистрированы в Государственном реестре средств измерений №252-02.

Разработана новая модификация спектрометра «СПЕКТРОСКАН МАКС F6C». В составе спектрометра 6 фиксированных кристалл-дифракционных каналов, позволяющих определять содержания элементов от 20 Ca до 92 U. Вариант исполнения спектрометра со специальной проточной кюветой для анализа технологических растворов в потоке (кювета выполнена из титанового сплава и фторопласта для работы с горячими агрессивными жидкостями) при сотрудничестве с ЗАО "Технолинк" (Санкт-Петербург) был адаптирован для работы в составе АСАК (АСУ ТП) и опробован на Норильском ГОКе (никелевый завод). В этом исполнении прибор управляется не персональным компьютером, а внешним контроллером, который с заданной периодичностью производит опрос показаний прибора, рассчитывает содержания элементов в растворе и осуществляет мониторинг технологического процесса с передачей данных в АСАК.

НПО "Спектрон" создает и усовершенствует программное обеспечение спектрометров серии СПЕКТРОСКАН. Создана база данных РФА в системе Microsoft Access. На её основе произведена модернизация серийного программного обеспечения для проведения количественного анализа. Создана единая универсальная программа для работы со всеми типами рентгеновской аппаратуры, выпускаемой НПО «Спектрон». Программа позволяет проводить количественный анализ с использованием способов множественной регрессии, теоретических поправок (с отдельным учётом влияющих факторов), стандарта-фона. Программа обеспечивает также возможность полуколичественного анализа. Создан графический интерфейс для визуальной настройки параметров проведения измерений.

Разработана новая программа количественного анализа способом фундаментальных параметров (СФП) и качественного анализа для работы в среде Windows на спектрометрах серии «СПЕКТРОСКАН МАКС». Программа создана для замены ранее разработанной DOS-версии программы СФП и учитывает накопленный многолетний опыт эксплуатации этой программы.

Совместно с ООО «Квантор-Софт Металл» разработана программа, позволяющая использовать результаты количественного РФА на спектрометрах серии «СПЕКТРОСКАН МАКС» для идентификации марок сталей и сплавов с использованием электронных марочников российских и зарубежных сталей и сплавов.

Методы микроанализа и анализа поверхности

На основании полученных материалов отчетов за 2002 год можно заключить, что ситуация в области анализа высокочистых веществ практически не отличается от ситуации прошлого года. Основными объектами анализа по-прежнему являются материалы для волоконной оптики и полупроводников. Большое внимание по-прежнему уделялось определению микросодержаний элементов в объектах окружающей среды, для чего применялись методы, традиционно используемые в анализе высокочистых веществ.

Основные полученные результаты относятся к области масс-спектрометрии, в том числе к ее жидкостному варианту – индуктивно-связанной плазме в качестве источника ионов (ИСП-МС), а также масс-спектральному анализу твердых тел. При этом существенное внимание в этом году уделялось изотопному анализу.

Например, с целью определения микроколичеств долгоживущих радионуклидов урана и тория в природных объектах (руды, донные отложения) *аналитической лабораторией ИИХ СО РАН, совместно с лабораторией ХЭП* предложен способ их совместного концентрирования из разбавленных азотнокислых растворов с использованием экстракции триоктилфосфиноксидом и кислотной реэкстракции. Способ позволяет одновременно, избирательно и количественно (на 98 %) отделять уран и торий от макро- и микрокомпонентов природных объектов. Анализ реэкстракта (ИСП-МС высокого разрешения, ELEMENT (Finnigan) образцов донных отложений озера Байкал позволил определить $(2-8) \cdot 10^{-8} \% \text{ }^{230}\text{Th}$ и $(1-5) \cdot 10^{-7} \% \text{ }^{234}\text{U}$ при концентрации тория и урана в пробах $(8-18) \cdot 10^{-4} \%$. Предел обнаружения тория, рассчитанный по 3σ критерию, для ^{230}Th равен 0,1 пг/мл ($1 \cdot 10^{-10} \%$). Правильность определения проверяли анализом стандартного образца состава Байкальского ила (БИЛ-1) и сопоставлением результатов с данными нейтронно-активационного и рентгено-флуоресцентного анализа. Величина относительного стандартного отклонения при определении малораспространенных изотопов составляет 0,005 - 0,01.

Центром коллективного пользования на базе *ИХТТ УрО РАН* выполнен комплекс измерений элементного и изотопного состава образцов новых химических веществ и соединений, синтезированных в институтах УрО РАН.

Продолжали развиваться методы твердотельной масс-спектрометрии.

В *ИХВВ РАН* разработаны методики определения водорода, углерода, азота и кислорода в селенидных стеклах методом лазерной масс-спектрометрии на тандемном лазерном масс-рефлектроне. Исследованы энергетические спектры ионов примесей и основы и подобраны оптимальные условия проведения экспериментов. Аналитические характеристики методик исследованы на образцах As_2S_3 легированных кислородом и углеродом. Методики показали удовлетворительное совпадение значений введенных концентраций кислорода (для образцов легированных кислородом) и углерода, измеренного газохроматографическим методом (для образцов легированных углеродом) и значений концентраций этих примесей, полученных масс-спектрометрическим методом. При определении азота и водорода пока возможны лишь относительные измерения концентраций примесей из-за отсутствия образцов с известным содержанием этих примесей и невозможности построения градуировочных графиков. Относительные случайные погрешности измерений не превышают значений для водорода

0,25, углерода – 0,22, азота – 0,21, кислорода – 0,12. Пределы обнаружения газообразных примесей составляют 10^{-5} - $n \cdot 10^{-6}$ % масс.

В этой же лаборатории разработана методика лазерного масс-спектрометрического изотопного анализа летучих соединений моноизотопного ^{28}Si . Для измерения изотопного состава $^{28}\text{SiF}_4$ его барботировали через раствор гидроксида калия с целью перевода кремния в метасиликат. Газообразный $^{28}\text{SiH}_4$ сжигали на воздухе, пропуская малый поток газа через капилляр из нержавеющей стали. Образующуюся смесь оксида и диоксида кремния растворяли также в гидроксиде калия. Изотопный состав кремния определяли при лазерно-масс-спектрометрическом анализе концентрата, получаемого при упаривании растворов метасиликата калия на подложке из высокочистого германия. При анализе $^{28}\text{SiF}_4$ достигнута погрешность измерения содержания основного изотопа 0,005 %, а для $^{28}\text{SiH}_4$ – 0,004 % при степени обогащения 99,98 %.

Разработка методов анализа халькогенидных стекол (ХС), полупроводников и материалов для их получения, в частности, летучих галогенидов и гидридов, активно продолжаются в **ИХВВ РАН**, совместно с **Нижегородским ГУ им. Н.И. Лобачевского**.

Так для газохроматографического определения углеродсодержащих веществ в As_2S_3 предложена методика газовой экстракции примесей из ХС. Показано, что проточный вариант экстракции в поток гелия позволяет определять примеси с более высокими температурами кипения, чем это было достигнуто ранее с использованием вакуумной экстракции. Найдены условия очистки образцов от поверхностных загрязнений и извлечения примесей из объема стекла. Степень извлечения примесей составляет 0,99-0,67. Разделение примесей проводилось с использованием насадочной и капиллярной колонок. Для идентификации применялся хромато-масс-спектрометр Agilent 6890/5973. Установлено присутствие углеводородов C_5 – C_{13} нормального строения и с разветвленной структурой и ароматических соединений. Газохроматографический предел обнаружения идентифицированных веществ с применением фотоионизационного детектора составил $(2-6) \cdot 10^{-10}$ % масс в расчете на 1 г навески стекла.

Исследована также возможность селективного газохроматографического определения производных силана пламенно-ионизационным детектором. В ряду силан – тетрахлорсилан исследовано влияние степени гидрогенизации атома кремния на чувствительность определения производных силана. Установлена степенная зависимость чувствительности детектора от числа атомов водорода в молекуле определяемого производного. Пределы обнаружения производных силана для объема пробы 5 мл при давлении 200 мм рт. ст. составили для силана – $3 \cdot 10^{-5}$, дисилана – $1 \cdot 10^{-5}$, моноклорсилана – $1 \cdot 10^{-4}$, дихлорсилана – $4 \cdot 10^{-4}$, трихлорсилана – $1 \cdot 10^{-3}$, тетрахлорсилана – $2 \cdot 10^{-3}$ мол. %. Проведено сравнение чувствительности определения силана и гидридов германия, мышьяка и фосфора. Показано, что детектор в 7-40 раз селективнее к силану, чем к другим гидридам.

Традиционно в микроанализе широко используются рентгеноспектральные методы.

Например, в **ИХВВ РАН** методом рентгеноспектрального микроанализа с дисперсией по энергии изучено распределение фосфора и титана в заготовках стекловолоконных световодов в диапазоне содержаний (0,2 – 13,2) % ат. для фосфора и (0,2 – 5,6) % ат. для титана. В качестве эталонов

использовались образцы SiO₂, Ti и GaP. Правильность определения фосфора и титана проверена сравнением с результатами определения тех же элементов в данных образцах методом рентгеноспектрального микроанализа с дисперсией по длинам волн на микроанализаторе "САМЕВАХ".

В *ИГХ СО РАН* разработана методика количественного рентгеноспектрального микроанализа разрушающихся под воздействием электронного зонда минералов группы содалита. Выбраны условия возбуждения и регистрации аналитических линий, позволяющие минимизировать влияние температурного воздействия электронного зонда на аналитический сигнал. Оценка метрологических характеристик методики показала, что она позволяет получать на рентгеноспектральных микроанализаторах информацию о химическом составе лазуритов с требуемой для минералогических и кристаллохимических исследований точностью.

В *лаборатории ЯФ и МСМА ИПТМ РАН* разработана методика РФА при полном внешнем отражении возбуждающего рентгеновского пучка, эффективная для диагностики поверхности и приповерхностных слоёв твёрдых тел толщиной 3-10 нм. Методика характеризуется снижением не менее чем на два порядка пределов обнаружения примесей при многоэлементном анализе поверхности при той же мощности источника возбуждающего излучения в сравнении со стандартной методикой РФА ПВО измерений.

В *лаборатории ультрамягкой рентгеновской спектроскопии НИИ физики им. В.А.Фока СПб ГУ* разработан метод рентгеновской эмиссионной спектроскопии твёрдых тел с разрешением по глубине. Электронный пучок варьируемой энергии используется для возбуждения характеристических полос в области мягкого и ультрамягкого рентгеновского излучения. Анализ зависимости формы и интенсивности рентгеновских эмиссионных полос от энергии первичных электронов позволяет получать информацию о распределении по глубине фазового химического состава поверхностной области твёрдых тел неразрушающим способом. Для анализа экспериментальных данных используется модифицированная теория Боровского-Рыдника-Махова. Работы по указанной тематике начаты в СПбГУ в начале 80-х годов и носят приоритетный характер.

В 2002 году закончено исследование образцов на основе кремния: образцов с переменным по толщине слоем естественного оксида на поверхности и кремния, имплантированного ионами алюминия. В методическом плане эти образцы позволили оценить поверхностную чувствительность метода и отработать методику исследования слоистых структур без резких межфазовых границ. Показано, что поверхностная чувствительность метода может составлять величину порядка одного монослоя вещества даже при относительно больших энергиях электронов первичного пучка, на 100 - 150 эВ превышающих пороги возбуждения характеристической рентгеновской эмиссии. Подробно изучена эволюция распределения фазового химического состава поверхностной области кремния, имплантированного алюминием из ионного пучка. Обнаружено, что после имплантации атомы алюминия образуют в кремниевой матрице конгломераты, или кластеры с преобладанием связей Al-Al. Максимум их распределения находится на глубине 15 нм. Отжиг приводит к активации диффузионных процессов и резкому уменьшению концентрации алюминия в

поверхностном слое. Атомы алюминия попадают в положения замещения атомов кремния в кристаллической решётке и их химическое состояние характеризуется связями Al-Si. Обнаружен значительный поток диффузии атомов алюминия к поверхности кремния, где они концентрируются в слое толщиной около двух нм и окисляются.

Метод может быть применен для контроля и исследования фазового состава поверхности на нано-уровне прежде всего при разработке технологических процессов в современной твёрдотельной микро- и нано-электронике. Полученные результаты находятся на высоком мировом уровне. За рубежом подобных исследований не проводится. В настоящее время для продолжения разработок привлекается экспериментальная база исследовательских групп Германии.

На *кафедре АХ Томский ГУ* для экспрессного неразрушающего полуколичественного исследования и определения основного и фазового состава поверхности металлсодержащих объектов предложен новый вариант метода вольтамперометрии с использованием вместо жидкого фоновое электролита твердого электролита на основе полиакрилатной матрицы. Отбор пробы и ее исследование совмещаются, также как и в известном варианте вольтамперометрии с прижимной ячейкой и жидким электролитом, но в отличие от него здесь нет необходимости герметизировать ячейку с электролитом, возможен анализ непроводящих объектов и объектов сложной конфигурации, включая порошки. Метод апробирован на примере медь и свинецсодержащих объектов.

К сожалению не слишком большое внимание в нашей стране уделяется определению состава микрочастиц, их диспергированию и фракционированию. Тем не менее в *ИХВВ РАН* разработан способ пробоподготовки при определении дисперсного состава субмикронных порошков методом лазерной ультрамикроскопии. Ампула для ультрамикроскопического анализа отмывается бидистиллированной водой в течение 15-20 минут в ультразвуковой ванне УЗУ-025. Методом сканирующей электронной микроскопии установлено, что полное диспергирование частиц порошков в жидкостях (вода и изопропиловый спирт) достигается при обработке золь в диспергаторе УЗУ-025 (при мощности излучения 0,24 кВт и частоте 18,5 кГц) в течение минимум 10 минут. Оптимальная для измерения данным методом концентрация частиц в приготовленных пробах составляет 10^6 частиц/см³. Полученные системы агрегативно устойчивы в течение 2-3 суток.

ИВТЭ УрО РАН, лаборатория ФХМА и ЦКП "Состав вещества". На примере определения основных и примесных фаз (в смеси спеченных оксидов) показано, что возможность выбора места исследования (в порошке или таблетке) под микроскопом и его фотофиксация вместе со съемкой спектра КРС на этом же участке открывают новые перспективы для изучения, в частности, керамических, непроводящих образцов (не требуется специальной пробоподготовки, в том числе металлизации поверхности, как в методе РСМА).

Масс-спектрометрические методы

ИПТМ РАН. При исследовании структуры фона ионного источника тлеющего разряда в полом катоде в установлено, что основной вклад в него вносят углеводороды, адсорбированные в камере ионного источника и

десорбирующиеся с внутренних поверхностей разрядной камеры в результате их ионной бомбардировки с последующей диффузией в плазму и ионизацией. С целью существенного снижения фона ионного источника проведены работы по его модернизации. При установлении на вершину полого катода колпачка с отверстием обнаружен эффект формирования в катодной полости «плазменной пробки», которая препятствует проникновению газа из катодной полости в вакуумный объем и обеспечивает перепад давлений газа между катодной полостью и разрядной камерой до трех порядков величины. Использование эффекта «плазменной пробки» позволило увеличить скорость откачки разрядной камеры и тем самым устранить разряд из разрядной камеры. В результате резкого уменьшения плотности плазмы в разрядной камере существенно уменьшается количество десорбированных загрязнений, улучшаются условия откачки при распылении образца. Как следствие этих явлений, уровень фона в источнике уменьшается на 2-3 порядка величины.

Разработана компьютерная программа для обработки масс-спектров, полученных на ICP-MS PlasmaQuad. Программа автоматически производит идентификацию спектра опорного образца, калибровку прибора, а также коррекцию дрейфа масс-спектрометра по массам и интенсивностям. Результаты анализа могут быть выведены на экран монитора и распечатаны, а также сохранены в стандартном формате, пригодном для дальнейшего использования. Существенным моментом является возможность учета влияний макрокомпонентов аддитивного и мультипликативного характера. В случае возникновения нештатной ситуации (не найден пик изотопа в опорном образце или его интенсивность значительно отличается от ожидаемой) программа приостанавливает свою работу и выводит соответствующее сообщение на экран монитора. Увеличено количество одновременно обрабатываемых спектров. Разработанная программа увеличивает надежность определений, упрощает и уменьшает время обработки результатов анализа.

На *кафедре АХ СПбГУ* разработана и экспериментально испытана схема масс-спектрального анализа с газоразрядной ионизацией сухих остатков растворов и времяпролетным детектированием ионов. Исследовано влияние состава газов (смесь гелий-аргон) на процессы транспортировки ионов. Разработана времяпролетная система с рефлектроном с несимметричными плечами и показана возможность достижения с ее помощью высокого разрешения (1500).

ИХТТ УрО РАН, лаборатория ФХМА. Центром коллективного пользования на базе ИХТТ УрО РАН составлен обзор по истории развития метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Радиоаналитические методы

В *ГЕОХИ РАН* предложено использовать сочетание фотоактивации и цифровой автордиографии для изучения локализации микровключений, содержащих элементы платиновой группы и золота в гетерогенных по фазовому составу геохимических образцах. Разработанные методики характеризуются высокой эффективностью: низким пределом обнаружения (10^{-5} – 10^{-7} масс.%), высокой селективностью, экспрессностью, высоким пространственным разрешением (1-20 мкм) и возможностью автоматического детектирования всей поверхности образца.

Совместно с ИЯИ РАН ядерный микроанализ *in situ* применен для моделирования радиационно-индуцированной миграции основных (O, Mg, Si, Fe) и примесных (C) элементов в микрокристаллах оливинов метеоритов. Обнаружена глубокая десорбция основных и ускоренная диффузия примесных элементов при облучении дейтронами с энергией 1.4 МэВ при температуре 300К. Полученные результаты согласуются с новой гипотезой о возможности низкотемпературного формирования минерального вещества. Гипотеза основана на фото и ионной модификации аморфных и кристаллических силикатов космической пыли до ее конденсации.

После длительного перерыва возобновлены работы по нейтронно-активационному анализу полупроводникового кремния высокой чистоты (поликристаллического и монокристаллического) в **НИИ ядерной физики при Томском ПУ**, что связано с освоением его производства на некоторых предприятиях. После 100-часового облучения определено около двадцати примесных элементов в интервале концентраций 0,001-5,0 ppb.

Решен ряд методических проблем при нейтронно-активационном определении содержания общего хлора в нефтях и нефтепродуктах. В частности, был отмечен факт "вымывания" хлора в анализируемую пробу из упаковочных полимерных материалов (полиэтилен, полистирол и др.), особенно при анализе легких нефтяных фракций. Учитывая высокое содержание хлора в полимерах (более 1000 ppm), вышеотмеченный эффект приводил к систематическому завышению результатов анализа. Было найдено, что оптимальным упаковочным материалом является кварц. Анализ контрольных проб и ГСО хлора в нефтях и нефтепродуктах в последнем случае показал высокую степень достоверности. Рабочий предел обнаружения составил 0,1 ppm при относительном среднеквадратичном отклонений 0,17.

В **ГИРЕДМЕТе** исследованы неравновесные радиоактивные ряды с целью создания неразрушающего метода контроля U-235 и других радиоактивных элементов при очистке материалов, содержащих высокообогащенный уран (ВОУ). Проанализировано большое количество материалов (например, титановые, молибденовые и баделитовые концентраты, бериллиевый скрап, содержавший ранее ВОУ, и др.), в которых нарушение равновесия столь значительно, что расчет активности только по содержанию первых элементов первых групп рядов приводит к значительной погрешности по сравнению с расчетом по активности отдельных изотопов различных групп ряда с последующим суммированием. Причем, возможно как завышение, так и занижение общей активности материала.

Создан высокоэффективный замедлитель быстрых нейтронов, получаемых с помощью нейтронного генератора. Применение замедлителя обеспечивает поток тепловых (замедленных нейтронов) $(5-7) \cdot 10^8$ нейтр/см²с, при активации которым можно определять широкий круг элементов с чувствительностью $10^{-3} - 10^{-6}$ % масс.

Разработан новый нейтронный метод для определения профилей содержания водорода, дейтерия и трития, в частности, в материалах первой стенки термоядерных реакторов (графит). Глубина анализа и чувствительность составляют 75, 35, 12 мкм и $5 \cdot 10^{19}$, $5 \cdot 10^{19}$ и $5 \cdot 10^{20}$ атм/см³, соответственно для H, D и T. Показана возможность определения и других элементов начала периодической системы.

В *лаборатории ЯФ и МСМИ ИПТМ РАН* разработана методика ионопучкового анализа многослойных рентгеновских зеркал. Методика создана на основе метода Резерфордского обратного рассеяния и служит хорошим дополнением к рентгеновским методам диагностики, позволяя определять содержание и распределение примесных элементов в слоях.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

За отчетный 2002 г. значительно активизировалась деятельность организаций в области создания аналитической аппаратуры. Причем отличительной чертой этого года является появление разработок в области спектральной техники эксперимента. Это создает надежду, что эти разработки будут переданы на заводы-изготовители, и российские аналитики смогут их применять в своей практической и исследовательской работах. К сожалению, пока мало разработок доводится до серийного производства. К таким немногим разработкам относятся:

- прецизионная кулонометрическая установка ПКУ-03, не имеющая аналогов в стране и мировой практике (**ГЕОХИ РАН и СКБ АП ПО "Маяк", г. Озерск**);
- компактный рентгенофлуоресцентный анализатор серы для анализа нефти, нефтепродуктов и других органических жидкостей с микропроцессорным контроллером для измерения, обработки и хранения результатов; запланирован серийный выпуск анализатора (**НПП "Буревестник"**);
- разработано и серийно выпускается новое поколение осмометров МТ-4 т МТС для анализа кровозаменителей, препаратов для парентерального питания, молочных продуктов и т.д. (**НПП "Буревестник"**).

К разработкам 2002 г. относятся следующие аналитические приборы:

- автоматический компьютеризированный анализатор АЖЭ-11М, предназначенный для полной автоматизации всех стадий вольтамперометрического анализа гальванических сред, сточных и природных вод и т.д. (**Северо-Осетинский ГУ им. К.Л. Хетагурова, ЗАО "Технолинк"**);
- вольтамперометрический анализатор ТА-4, в котором реализованы все формы поляризующего напряжения, кроме синусоидальной; предусмотрен контроль и дополнительная компенсация суммарного омического сопротивления в цепи электрохимической ячейки; разработано новое программное обеспечение с элементами искусственного интеллекта (**Томский ПУ, кафедра ФАХ и лаб. 50А**);
- сорбирующие устройства нового типа, в которых слой нанесенных на твердый носитель газохроматографических высокотемпературных неподвижных фаз различной полярности или мелкодисперсного адсорбента располагается внутри иглы (микросорбент типа А) или внутри примыкающей к игле стальной трубке (микросорбент типа Б). Для увеличения количества сорбента в концентраторе предложен микросорбент типа С, представляющий собой плоскую тонкостенную удлиненную колонку. Предложенные микросорбенты могут использоваться в газовой и жидкостной хроматографии (**СПбГУ, НИИ химии, лаборатория ГХ**);
- универсальный многокомпонентный газоанализатор нового поколения "Эксперт" для контроля CO, NO, NO₂, SO₂, H₂S, O₂, H₂ и углеводородов в выбросах топливосжигающих установок с использованием электрохимических датчиков и оптического датчика для определения суммарного содержания углеводородов, термопреобразователя для измерения температуры газового потока и двухплечевого мембранного

датчика для измерения избыточного давления и скорости газового потока;

- универсальный газоанализатор на базе многоэлементных фотоприемников для анализа газовых смесей и имеющих линии поглощения в ультрафиолетовой и видимой области спектра NO_2 , NO , NH_3 , SO_2 , H_2S , OCS , CS_2 , HNO_3 , галогенов, спиртов, эфиров;
- первый отечественный многоканальный оптический ИСП – спектрометр "ЭРИДАН 500", который в том числе предназначен и для высокочувствительного определения щелочных элементов, отличается термостабильностью и малым потреблением аргона (*ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева и ООО "Мониторинг"*);
- иммуноферментный автоматический анализатор АИФ-340/800-МУЛЬТИФОТ, выполненный на основе планшетного фотометра;
- специализированное рентгеновское гониометрическое устройство для определения ориентации монокристаллических заготовок из жаропрочных сплавов к дифрактометру ДРОН-6. Устройство снабжено программным обеспечением для определения преимущественной ориентации, строения и запоминания полюсной фигуры и составления архивов измерений;
- сканирующий рентгеновский спектрометр для определения элементов от магния до урана для научных исследований, производственного контроля, который может быть использован в экологическом мониторинге, в экспертно-криминалистической и экспертно-искусствоведческой практике (*НПП "Буревестник"*);
- приборы высокоэффективного капиллярного электрофореза НАНОФОР 01 со спектрофотометрическим детектором и НАНОФОР 02 с детектором с лазериндуцированной флуоресценцией; анализ полностью автоматизирован; приборы предназначены для использования в медицине, экологии, химии, физико-химической биологии, биотехнологии, криминалистике, пищевой промышленности и фармакологии;
- прибор для определения последовательности нуклеиновых кислот методом капиллярного электрофореза "Секвенатор"; прибор позволяет проводить количественный анализ фрагментов ДНК, идентифицировать генетические мутации, осуществлять мониторинг экспрессии генов, проводить поиск и изучение новых генов;
- автоматизированный хромато-масс-спектрометр для анализа смесей газов и паров легколетучих жидкостей, включающий серийный газовый хроматограф "Купол-55", малогабаритный квадрупольный масс-спектрометр и ЭВМ, для клиничко-лабораторной диагностики токсичных поражений и заболеваний, экологических исследований, технологического контроля в микроэлектронике, фармакологии, биотехнологии и нефтехимии;
- прибор "ПЦР" для осуществления количественной полимеразной цепной реакции, в котором использован метод регистрации изменения специфической ДНК-люминесценции (*ИАНП РАН*);
- электрохимический экспрессный измеритель йода биамперометрическим методом (*Кубанский ГТУ*);

В *Санкт-Петербургском университете* на кафедре аналитической химии продолжены работы по развитию и изучению аналитических

возможностей мессбауэровской спектроскопии скользящего падения для селективного по глубине анализа ультратонких слоев поверхности. Совместно с **ИАНП РАН** разрабатывается мессбауэровский рефлектометр, который позволит проводить комплексный элементный и фазовый послойный анализ поверхностных слоев, так как в нем сочетаются возможности рентгенофлуоресцентного анализатора, рентгеновского рефлектометра и мессбауэровского спектрометра.

Созданы оригинальные разработки, выполненные на уровне лучших мировых образцов. Следующая задача – передача этих разработок для серийного производства с тем, чтобы их увидел потребитель в исследовательских и практических химико-аналитических лабораториях.

АНАЛИЗ ВАЖНЕЙШИХ ОБЪЕКТОВ

Неорганические соединения

Последние несколько лет количество работ, присылаемых в отчет в раздел "Неорганические соединения" постоянно растет, что свидетельствует о растущей потребности в методиках на предприятиях отечественной промышленности.

Кафедрой АХ Томского ГУ предложен простой и быстрый метод определения основного состава полупроводникового сплава теллурида кадмия, основанный на дифференцированном потенциометрическом титровании его компонентов раствором диэтилдитиокарбамата натрия с использованием индикаторного стеклоуглеродного электрода и компьютерной обработкой данных титрования.

Для контроля технологий очистки галлия и оксида теллура от примесей в **аналитической лаборатории ИНХ СО РАН** разработаны прямые и химико-спектральные методики анализа этих объектов. с возбуждением спектров в зоне до слияния струй двухструйного дугового плазмотрона. Методики прямого анализа позволяют определять одновременно содержание 30 примесей с пределами обнаружения 10^{-4} - 10^{-6} %мас., методики с предварительным концентрированием – 20 примесей с пределами обнаружения 10^{-5} - 10^{-7} % мас. Во всех случаях используются образцы сравнения на основе графитового порошка, содержащего 15 % NaCl. Для концентрирования примесей в галлии используется отгонка основы пробы в виде моноаммиака трихлорида. Основа пробы диоксида теллура отгоняется в виде элементарного теллура, полученного восстановлением TeO_2 водородом. Правильность анализа подтверждена методом "введено-найдено" и сопоставлением с результатами атомно-абсорбционного анализа.

ОАО "Уралредмет" разработана и внедрена для сертификации готовой продукции методика определения 19-ти элементов-примесей в ванадии электронно-лучевого переplava с уровнем определения от 0,001% масс. с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой "CIROS" фирмы "SPECTRO" (Германия).

В **ГИРЕДМЕТе** разработана нейтронно-активационная методика определения кислорода в магнии. Показано, что в магнии и его сплавах содержание кислорода во многих случаях составляет менее $1 \cdot 10^{-3}$ % масс.

ВИМС разработал методические рекомендации "Масс-спектрометрическое определение изотопного углерода и кислорода в карбонатных рудах". Интервал определяемых изотопных отношений, выраженных в % отклонений от стандартов PDB и SMOW для углерода и кислорода, соответственно, составляет от +10 до -40 и от +20 до -40 %. Методика может быть использована работниками аналитических лабораторий производственных и научно-исследовательских организаций и геологами-геохимиками, владеющими способами интерпретации изотопных данных – при исследовании природы карбонатов, генезиса и условий минерало- и рудообразования месторождений полезных ископаемых. Методика позволяет построить изотопно-геохимическую модель месторождения.

Получен патент на изобретение "Способ определения стронция-90 в твердых образцах".

Северо-Осетинским ГУ им. К.Л. Хетагурова, НПК "Югцветметавтоматика" разработан автоматический вольтамперометрический метод контроля содержания меди(II) при цементационной очистке никелевого анализата. Измерение проводится методом дифференциальной импульсной полярографии на стационарном ртутном электроде в технологическом растворе без дополнительной пробоподготовки. Диапазон определяемых концентраций 0,1-100 мг/л. при погрешности определения не более 1,5 %. Разработан специальный промышленный анализатор, устанавливаемый в непосредственной близости от контролируемого цементатора. Проведены промышленные испытания анализатора на никелевом заводе Норильской горной компании.

НПО «Спектрон» разработана и аттестована методика выполнения измерений массовой доли цинка, железа и двуокиси кремния в цинковом концентрате на вакуумном спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV». Методика внедрена на Челябинском электролитном цинковом заводе.

В **ЦАЛ ОАО «МЕЧЕЛ» Челябинского МК** разработана методика определения концентраций Fe, Ni, As, Sn и Zn в меди методом рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа (РСМА). В качестве образцов сравнения использовали СО предприятий: сплав Fe-Ni-Co (для FeK α и NiK α), GaAs (AsL α), SnO₂ (SnL α), Zn (ZnK α). Метрологические характеристики разработанной методики оценивали на СО медных сплавов. Проведена оценка однородности распределения элементов в СО медных сплавов и изучаемых изделиях. Выполнен анализ металлических изделий, найденных при археологических раскопках в различных погребениях эпохи бронзы.

Разработана методика экспресс-определения компонентов низкоуглеродистого феррохрома на рентгеновском спектрометре СРМ-25 (Si – 0,1-2,5 %, P – 0,002-0,05 %, Cr – 40,0-80,0 %).

В **МГУ, на кафедре АХ** иммобилизованный реагент арсеназо I использован для прямого определения микроколичеств тория методами спектроскопии диффузного отражения и цветометрии. В качестве носителей исследованы силикагели Силохром С-120 и С₁₈. Найденны оптимальные условия сорбции. Изучена зависимость цветометрических функций (координат цвета, светлоты, насыщенности, желтизны, белизны) от различных химических факторов. Показаны преимущества использования желтизны, цветового тона и общего цветового различия по сравнению с другими цветометрическими функциями.

Разработана методика определения редкоземельных элементов в сульфидных минералах (халькопириты, пириты, сфалериты) методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой после ионообменного концентрирования. Коэффициент концентрирования 200. Предел обнаружения – от 0,06 нг/г (лютеций) до 5 нг/г (церий). Относительные стандартные отклонения не превышают 0,10.

ЦАЛ ОАО «МЕЧЕЛ» Челябинского МК разработаны методики экспресс-анализа компонентов для составляющих шлакообразующих смесей: фритты, флюорита, нефелина, нефелино-графитовых смесей. Проведена оценка погрешности подготовки проб к РФА. Методики реализованы на рентгеновском спектрометре СРМ-25, аттестованы и введены в эксплуатацию.

НПП «Буревестник», совместно с ГосНИИГА внедряют на авиапредприятиях методику анализа продуктов изнашивания авиадвигателей в работающих маслах на уровне концентраций 10^{-4} % масс. с использованием энергодисперсионного анализатора БРА-17-02, разработки НПП «Буревестник». Методика обеспечивает определение содержаний элементов Ti, Cr, Fe, Ni, Cu и Ag с точностью ± 10 % отн.

НПО «Спектрон» аттестовал методику выполнения измерений массовой доли Mg (от 0,1 %), Ca (от 0,1 %), S (от 0,1 %), P (от 0,001 %), Zn (от 0,01 %) в маслах и присадках на вакуумном спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV».

В **ВИМСе** разработаны и утверждены в качестве отраслевых

- методика "Ванадатометрическое определение урана в урансодержащем минеральном сырье и продуктах его переработки". Интервал определяемых содержаний от 0,005% и более 10%;
- методика "Определение массовой доли оксидов натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца, железа в горных породах и объектах окружающей среды атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой". Интервалы определяемых содержаний: Na_2O – 1,0-10,0; MgO – 0,10-50,0; Al_2O_3 – 0,20-60,0; SiO_2 – 20,0-99,5; P_2O_5 – 0,01-2,0; K_2O – 0,10-10,0; CaO – 0,10-40,0; TiO_2 – 0,01-10,0; MnO – 0,01-0,50; Fe_2O_3 – 0,50-40,0.

Нучно-техническим предприятием "ТЭПрос" разработана и утверждена в качестве методики предприятия "Флуоресцентное рентгенорадиометрическое определение хрома в хромовых рудах" Интервал определяемых содержаний Cr_2O_3 – 1,0-50,0 %.

Институт монокристаллов НАН Украины использовал для получения новых люминесцентных материалов, легированных РЗЭ, предложенный ранее метод получения стекловидных излучателей для рентгенофлуоресцентного анализа на основе метафосфата лития. Эти материалы могут найти применение в устройствах отображения информации, осветительной, медицинской, лазерной и сцинтилляционной технике.

НИИ Химии Нижегородского ГУ разработана методика определения взаимного влияния катионов тяжёлых металлов с использованием микроорганизмов как аналитических индикаторов. Обнаружены и количественно оценены синергетические и антагонистические эффекты. Показано, что ртуть резко увеличивает синергизм при определении цинка, кадмия, меди. Показана возможность учёта мешающего влияния катионов

тяжёлых металлов при их определении биологическим методом в двух- и трёхкомпонентных смесях.

Разработаны и утверждены в качестве отраслевых

- методика идентификации фарфоровых изделий ЗАО "Объединение "Гжель" с помощью инструментальных методов исследования" (**ВИМС**);
- методика количественного анализа монтмориллонита с определением типа бентонита методом ядерного магнитного резонанса (ЯМР) (**ЦНИИГеолнеруд**).

Благородные металлы

В **ИГЕМ РАН** синтезирован новый класс полимерных комплексообразующих сорбентов на основе азосоединений макропористого аминосополимера стирола с ДВБ и различных пара-замещенных анилина для концентрирования золота из растворов минеральных объектов. Изучены физико-химические и аналитические свойства сорбентов в процессах сорбции золота. Разработан надежный, экспрессный и эффективный сорбционно-атомно-абсорбционный метод определения золота с применением сорбента полистирол-азо-2-аминобензола. Метод метрологически охарактеризован по результатам анализа стандартных образцов, содержащих золото в интервале концентраций $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-5}$ %.

На **химическом факультете Красноярского ГУ** продолжают исследования закономерностей сорбционного выделения благородных и цветных металлов в различных степенях окисления силикагелями, химически модифицированными меркапто – (МПС) и дисульфидными (ДС) группами. На примере золота и меди показано, что, в отличие от МПС, обладающего восстановительными свойствами и стабилизирующего низшие степени окисления элементов, ДС стабилизирует высшие степени окисления элементов. Установлено, что при сорбции благородных металлов на поверхности сорбента образуются окрашенные соединения или интенсивно люминесцирующие при облучении сорбатов, охлажденных до температуры жидкого азота, УФ – светом. Образование окрашенных соединений на поверхности МПС использовано при разработке методик сорбционно-фотометрического определения элементов с использованием спектроскопии диффузного отражения. Пределы обнаружения составляют (мкг на 0,1 г сорбента): Pd – 0,1; Os – 0,03; Ru – 1. Методика определения палладия использована при анализе стандартных образцов сульфидной медно – никелевой руды и медного концентрата. Образование на поверхности сорбентов соединений, обладающих люминесценцией при низких температурах (77К), использовано при разработке методик сорбционно-люминесцентного определения золота, серебра и меди. Пределы обнаружения составляют (мкг на 0,1 г сорбента): Cu – 0,08; Au – 0,1; Ag – 1.

В **Московском ГОУ, совместно с ГЕОХИ РАН** разработана новая экспрессная и высокочувствительная методика определения элементов платиновой группы, основанная на сорбционном отделении и концентрировании их с помощью сорбента Полиоргс-IV и фотометрическом определении с помощью реагента 3,5-дибром-ПАДАФ.

В **ИОНХ РАН** предложены методики кулонометрического с контролируемым потенциалом определения рутения, основанные на редокс-

реакциях в системах хлорокарбонильных комплексов Ru(III)/Ru(II) и хлоридных комплексов Ru₂(IV,IV)/Ru₂(IV,III), с предшествующим получением комплексов-деполяризаторов с помощью микроволнового излучения. Методики применены для анализа препаратов, выпускаемых отечественной промышленностью.

Томским ПУ разработана ИВ – методика определения платины в золоторудном сырье. Для устранения мешающего влияния золота предложен фотохимический способ его восстановления облучением УФ – светом на стадии пробоподготовки, что позволило значительно улучшить метрологические параметры методики.

Гохран России. Проведены исследования по использованию лазера для отбора проб от пластин чистых благородных металлов (золота, серебра, платины) при их анализе методом ИСП масс – спектрометрии. Разработаны методики определения примесей в указанных металах. Методики имеют низкие пределы определения для большинства примесей, а также не требуют предварительного растворения образца в кислотах, что существенно снижает время анализа, трудозатраты и расходы на реактивы, уменьшает возможность загрязнения проб и потери летучих компонентов. При наличии надежно аттестованных стандартных образцов состава благородных металлов метрологические характеристики результатов определения большинства контролируемых примесей удовлетворяют требованиям действующих ГОСТ технических условий на аффинированные металлы.

Разработаны и утверждены в качестве отраслевых методики

- "Пробирно-атомно-абсорбционное определение золота в бедных россыпях, хвостах гравитации и продуктах переработки гравийно-песчаных смесей". Интервал определяемых содержаний 0,02 - 0,5 г/т. (**ЦНИГРИ**);
- "Рентгеноспектральное определение серебра после предварительной экстракции О-изопропилметилтиокарбаминатом". Интервал определяемых содержаний от 0,01 до 100 г/т. (**ВИМС**);
- "Рентгеноспектральное определение меди, цинка, свинца, мышьяка и серебра в рудах цветных и благородных металлов с использованием острофокусной рентгеновской трубки и полупроводникового спектрометра". Интервал определяемых содержаний (в%): для меди, свинца, цинка и мышьяка 0,01-5,0; для серебра 0,005 - 0,1 (**ВИМС**);
- "Рентгенофлуоресцентное определение серебра в горных породах и рудах с применением полупроводникового спектрометра". Интервал определяемых содержаний от 0,002 до 2% (**ОАО "Межрегиональное НПО "Полиметалл"**).

Утвержден план НИР на 2002 – 2005 г.г. по переработке существующих и разработке новых государственных стандартов на методы анализа драгоценных металлов и сплавов. В настоящее время разрабатываются проекты ГОСТ Р «Драгоценные металлы. Общие требования к методам анализа», «Золото. Методы анализа», «Платина. Методы анализа». Впервые в стандартизованные методики анализа платины включен метод атомно – эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой. В разработке проектов ГОСТ Р принимают участие Гохран России, Гиредмет, Ирриредмет, Сибцветметниипроект и аналитические лаборатории предприятий отрасли (Красноярского завода цветных металлов, Приокского завода цветных

металлов, Екатеринбургского завода по обработке цветных металлов, Кыштымского меде – электролитного завода). Работа имеет небольшое финансирование со стороны предприятий отрасли.

Органические вещества, элементоорганические соединения, полимеры

В *ИНЭОС РАН* продолжается усовершенствование методов элементного анализа органических веществ. Создан экспресс-метод определения малых содержаний иода в биологических объектах, разработан метод одновременного определения галогенов и серы в элементоорганических соединениях и полимерных материалах.

Предложен оригинальный метод определения диастереомерного состава фосфонатов с тремя центрами асимметрии, позволяющий провести однозначное отнесение сигналов в спектрах ЯМР к диастереомеру определенной конфигурации.

Новосибирский ИОХ СО РАН. Подобраны условия определения методом ВЭЖХ продуктов твердофазного фторирования полихлорароматических соединений, таких как октахлорнафталин, гексахлорбензол, пентахлорпиридин. Метод ВЭЖХ успешно применен в процессе аналитического контроля синтеза различных фторароматических соединений.

НПО «Спектрон». Разработана и аттестована методика выполнения измерений массовой доли S (от 0,1 %) и органического Cl (от 5 ppm) в товарной нефти на вакуумном спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV».

Северо-Осетинский ГУ им.К.Л.Хетагурова, НИИ электронных материалов. Проведено сравнительное определение степени чистоты по ионогенным примесям ряда отечественных промышленных кремнийорганических каучуков и компаундов на их основе и зарубежных кремнийорганических эластомеров. Примеси металлов определяли методом атомно-эмиссионного спектрального анализа, примеси хлорид-ионов – потенциометрическим титрованием водного экстракта раствором нитрата серебра с серебряным индикаторным электродом. Показано, что содержание основных примесных ионов Na^+ , K^+ и Cl^- в полидиметилсилоксановом каучуке СКТН и в компаундах, изготовленных на его основе (типа "Виксинт", "Эластосил", КЛТ-30 и др. – компаунды первого поколения), составляет 10^{-2} – 10^{-3} %, что ограничивает область их использования в микроэлектронике. Ряд отечественных компаундов (марок ГК, ГКН, СИЭЛ, КТТ, КЭБ, КЭН, КЭТ, ККП – компаунды второго поколения) более поздней разработки имеют более высокую степень чистоты. Содержание указанных ионных примесей в них не превышает $5 \cdot 10^{-4}$ %, что сравнимо с аналогичными компаундами "Sylgard 182" и "Sylgard 184" фирмы "Dow Corning Co" (США).

Разработка промышленного способа очистки кремнийорганического каучука СКТН методом электрофильтрации позволила создать компаунды третьего поколения марок ГК-ЭЧ и ГКН-ЭЧ с более высокими защитными свойствами, в которых содержание ионных примесей не превышает $5 \cdot 10^{-5}$ %. Это соответствует уровню лучших зарубежных аналогов: компаундам серии НИРЕС американской фирмы "Dow Corning Co" и эластомерам серии JCR японской фирмы "Shin-Etsu Chemical", содержание в которых ионных примесей натрия, калия и хлора – $(1-2) \cdot 10^{-5}$ %. Применение компаундов третьего поколения в качестве защитных покрытий высоковольтных полупроводниковых приборов приводит к значительному снижению уровня обратных токов и повышению выхода качественных изделий.

НИИ Химии Нижегородского ГУ. Разработана методика определения содержания тетраэтилсвинца, хлористого и бромистого триэтилсвинца в пробах строительных материалов – кирпиче и штукатурке. Разработана методика концентрирования летучих органических соединений свинца из проб строительных материалов с последующим количественным анализом их фотометрическим методом по реакции с сульфарсазеном. Минимальная определяемая концентрация в пересчёте на тетраэтилсвинец составляет $5 \cdot 10^{-3}$ мг/кг пробы.

Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты

Уральским ГЭУ разработаны электрохимические (циклическая вольтамперометрия и хроноамперометрия) методики определения мочевины в сыворотке крови человека с использованием специально разработанного сенсора. Разработана и подготовлена к аттестации методика прямого ИВА определения концентрации ионов меди, свинца, кадмия и цинка в цельной крови, плазме, эритроцитарной массе, сыворотке крови и моче с использованием анализатора «ИВА-5» и толстопленочного модифицированного графитового электрода.

В **Томский ПУ** разработана методика ИВ-определения платины в биологически активных материалах, содержащих платидиам. Методика применена при исследовании выведения платидиама из организма мышей и изучении кинетики поглощения платидиама кровью.

На **кафедре АХ Казанского ГУ** методом кулонометрического титрования электрогенерированным бромом исследован уровень антиоксидантной емкости крови и плазмы крови больных хронической почечной недостаточностью, пороками сердца. Установлено, что в случае заболеваний интегральная антиоксидантная способность крови понижена. Изучен вклад индивидуальных биологических соединений в интегральную антиоксидантную емкость крови.

НПП "Буревестник", совместно с **Гематологическим научным центром РАМН,** используя новое поколение разработанных НПП "Буревестник" осмометров типа МТ (МТ-4 и МТ-5), исследуются осмотические свойства кровезаменителей и препаратов для парентерального питания. Разработаны нормативы осмоляльности на препарат парентерального питания "Полиамин".

Кафедрой АХ и ХЭ Саратовского ГУ разработаны

- способ ионометрического определения аминогликозидных антибиотиков в лекарственных формах и биологических жидкостях с НГОС 10^{-5} моль/л;
- фотометрический способ определения иодид-ионов в фармпрепарате «Антиструмин» с НГОС 0,1 мкг/см³ (совместно с **СВИРХБЗ**).

В **Казанском ГТУ** исследованы реакции хлординитрозамещенных бенз-2,1,3-оксадиазола с аминсоединениями в проточных системах (проточно-инжекционный анализ, высокоэффективная жидкостная хроматография, активная и пассивная химическая дозиметрия). Разработаны методики высокоизбирательного и чувствительного определения ариламинов, гидразина и его замещенных, сульфаниламидов в лекарственных препаратах, биологических жидкостях, воздушных и водных средах. Методики

использованы при изучении метаболизма ксенобиотиков в организме человека, в фармакокинетических и других исследованиях.

В *Дальневосточном ГУ* разработана методика определения остаточных количеств антибиотиков и сульфаниламидных препаратов в биологических объектах. Исследована степень разделения пиков антибиотиков тетрациклинового, пенициллинового, цефалоспоринового рядов, левомицитина и сульфаниламидных препаратов при их определении методом ВЭЖХ. Показана возможность одновременного определения 12 антибиотиков и 8 сульфанидных препаратов при их совместном присутствии. На базе пульманологического отделения одной из больниц Владивостока проведено определение остаточного содержания антибиотика цефатоксима в крови и моче больных.

На *кафедре АХ Казанского ГУ* исследована возможность электрохимического определения растительных полифенолов (кверцетина, рутина и дегидрокверцетина) и аскорбиновой кислоты в модельных растворах, их смесях, а также их взаимное влияние в окислительно-восстановительных процессах.

На *кафедре АХ МГУ* разработан способ определения среднелетучих органических примесей в фармацевтических препаратах, основанный на жидкостной экстракции, концентрировании с использованием двухступенчатой газовой хроматографии и масс-спектрометрическом определении. Разработана методика определения энантиомерного состава β -блокаторов атенолола и кетопрофена в фармацевтических препаратах: таблетках «Атенолол» и «Кетонал» и свечах «Кетонал». Относительное стандартное отклонение не превышало 0,05. Разработана методика определения аспарагина, аргинина, глицина, β -аланина, тирозина, валина, метионина, триптофана, фенилаланина и лейцина в пиве в форме их соединений с ортофталевым альдегидом и меркаптоэтанолом методом ОФ ВЭЖХ с амперометрическим детектированием. Градуировочный график линейен в интервале 0,1-10 мг/л.

Предложены условия спектрофотометрического определения липополисахаридов (ЛПС) по всем трем основным фрагментам их молекул – полисахаридному (образование ионных пар с метиленовым голубым), липидному (бромид 1-этил-2-[3-(1-этилнафто[1,2d]-тиазолин-2илиден)-2-метилпропил]нафто-[1,2d]-тиазолия) и 2-кето-3-дезоксиктоновой кислоты (реакция с тиобарбитуровой кислотой). Во всех вариантах пределы обнаружения ЛПС ниже 1 мкг/мл. В случае 2-кето-3-дезоксиктоновой кислоты применение термолинзовой спектрометрии позволило достичь чувствительности, сопоставимой с чувствительностью современных биотестов на ЛПС (предел обнаружения 0,8 мкг/мл). Правильность термолинзового определения ЛПС с тиобарбитуровой кислотой в области субмикrogramмовых количеств ЛПС подтверждена анализом стандартного эндотоксина, выделенного из бактерии *E. Coli*.

На *кафедре АХ СПбГУ* разработана методика определения антиэпилептических препаратов в водных растворах и биологических объектах методом капиллярного электрофореза после предварительного хроматомембранного экстракционно-реэкстракционного выделения компонентов. Использование хроматомембранного метода позволяет упростить процедуру пробоподготовки и добиться полного разделения водной и органической фаз. Методика позволяет проводить одновременное

определение антиэпилептических препаратов различных классов, что важно при контроле их содержания в плазме крови человека при комплексной терапии.

Пятигорской ГФА, совместно с *Уральским НИИ технологии медицинских препаратов* (Екатеринбург) продолжена разработка методов анализа и изучение стабильности новой лекарственной формы – таблеток изониазида с пиридоксина гидрохлоридом. Совместно с *ЗАО «Рестер»* (Ижевск) оптимизирована важная для фармацевтической промышленности методика определения гемолитически активных веществ в растворах для инфузионного применения в полимерной упаковке. Совершенствовались методы анализа перспективного препарата глюкозамина гидрохлорида. Совместно с *ОАО «Биохимик»* (Саранск) обоснованы оптимальные методики анализа мази, содержащей ибупрофен и димексид; исследованы их метрологические характеристики. Изучено взаимодействие нистатина с различными гидрофильными полимерами, что позволило увеличить противогрибковую активность мази нистатина. Разработаны важные для химико-токсикологического анализа методики определения фенилпропаноламина, фенирамина, пропифеназона, парацетамола и кодеина в нескольких лекарственных препаратах. Разработаны методики определения лозартана калия и суммы флаволигнанов расторопши пятнистой в крови методом ВЭЖХ. Изучены кислотно-основные свойства налидиксовой и пипемидиновой кислот; установлено, что при рН менее 4,0 данные соединения находятся в неионизированной форме. Рассчитаны константы ионизации этих кислот и ципрофлоксацина.

В *Чувашском ГУ* разработаны ускоренные амперометрические методы определения микроколичеств фармпрепаратов фотогенерированным бромом и йодом. Предложен расчетный экспресс-метод амперометрического титрования с двумя индикаторными электродами и разработаны методики применения его для определения фармпрепаратов.

На *кафедре АХ Казанского ГУ* метод кулонометрического титрования электрогенерированными бромом и йодом применен для изучения динамики накопления биологически активных веществ в растениях, их выхода в водные настои и водно-спиртовые вытяжки, определения их антиоксидантных свойств.

НИИ химии Нижегородского ГУ успешно начаты исследования по идентификации фармацевтических препаратов с использованием микроорганизмов с целью определения фальсифицированных средств.

В *Кубанском ГУ* создана база данных по хроматографическим параметрам лекарственных веществ, включающая значения хроматографических подвижностей, индексов удерживания и другие физико-химические характеристики.

В целом специалистами в области анализа объектов биологического происхождения и фармацевтических препаратов решались текущие, не слишком сложные задачи с минимальным использованием современного оборудования. Следует отметить практически полное отсутствие отечественных разработок (наборов реактивов, приборов в комплексе с отработанными методиками анализа), внедренных или подготовленных к внедрению в практику клинично-диагностических лабораторий.

Пищевые продукты и корма

Дальневосточный ГУ. Исследовано содержание отдельных антибиотиков в некоторых образцах мясомолочной продукции Приморских производителей.

Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Разработан и применен к анализу колбасных изделий фотометрический способ определения нитрит-ионов по реакции азосочетания 1-нафтиламина с НГОС $3 \cdot 10^{-6}$ моль/л.

Казанский ГУ, кафедра АХ. Методом кулонометрического титрования с применением электрогенерированных брома и йода определено суммарное содержание антиоксидантов в апельсинах, апельсиновых соках и нектарах.

Томский ПУ, кафедра ФАХ и лаб. 504. Разработаны инверсионно-вольтамперометрические методики определения ртути в рыбе и рыбопродуктах, цинка, кадмия, свинца и меди в жирах и маслах, мышьяка в пищевых продуктах.

ИГХ СО РАН. Исследованы возможности рентгенофлуоресцентного определения содержаний элементов в образцах Байкальских рыб (гольяна и окуня). Рассмотрено три способа подготовки излучателей для РФА: прессование таблеток из порошкового материала, полученного после высушивания и измельчения; сплавление пробы с тетраборатом лития после озоления порошков; закрепление озоленной пробы массой 30 мг на фильтре. В качестве калибровочных образцов для первого варианта использовались СО растительных материалов, а для двух других – СО неорганических материалов (горных пород, почв, донных отложений, зол). Концентрации Mg, K и Ca можно определять из исходных порошковых проб. Для оценки содержания остальных элементов использовалась процедура сухого озоления. Определены содержания Mg, P, K, Ca, Fe, Zn, Rb и Sr в гольяне и окуне.

НПП "Буревестник" разработана методика определения йода (йодид- и йодат-ионов) в питьевой воде, пищевой соли, хлебе и хлебобулочных изделиях, молоке, молочных продуктах методом инверсионной вольтамперометрии на вращающемся твердом ртутно-графитовом электроде. По пределу обнаружения (1 мкг/дм^3) и точностным характеристикам (относительная погрешность измерения не более 25%) методика не уступает используемым в настоящее время методикам определения йода с использованием ртутного или ртутно-пленочного электрода.

Иркутский ГУ, химический факультет. Разработана и аттестована "Методика выполнения измерений содержания дейтерия в воде, в основных компонентах водно-органических и органических растворов методом спектроскопии ЯМР". Методика пригодна для выявления синтетического этанола в крепких спиртных напитках, успешно апробирована при решении практических проблем таможенных лабораторий ГТК РФ. Ее применяли при

- определении природы этанола (пищевой, гидролизный, синтетический, смешанный) в крепких алкогольных напитках, а также происхождения пищевого спирта, что важно для коньячных напитков типа бренди;
- выявлении аутентичности столовых и минеральных вод заявленному типу и образцу (по содержанию в них изотопов ^2H и ^{18}O);
- выявлении фальсификации вин путем разбавления водой с добавлением экзогенного этанола;
- выявлении характера вторичной ферментации игристых вин;

- ° изотопном определении подлинности фруктовых соков.

Объекты окружающей среды

Сконструирован и изготовлен первый отечественный хромато-масс-спектрометр ГХ/МС – "Навал" (*КТИГЭП СО РАН*) для быстрого скрининга супертоксикантов (летучих органических соединений и соединений средней летучести) в полевых условиях. Прибор обеспечивает экспрессное (1-2 мин) определение боевых отравляющих веществ. Разработана методика экспрессного определения на нем полихлорированных дибензо-п-диоксинов, дибензофуранов и полихлорированных бифенилов методом перхлорирования и ГХ/МС-анализа (*ИПЭЭ РАН*). Простой и удобный в обращении, этот прибор позволяет определять конкретные супертоксиканты. Проводится работа по выявлению круга этих токсикантов.

Нижегородский ГУ, НИИ химии. Получено заключение ФИПС о полезности изобретения по микробиологическому методу определения общей токсичности твёрдой, жидкой и газообразной сред и положительное решение о выдаче патента России на изобретение. Метод может быть использован для установления степени токсичности продуктов питания, кормов и их составляющих компонентов, грунта, технологических отходов, вод и других объектов. Суть метода состоит в оценке роста индикаторных тест-культур родов *Bacillus* и *Sarcina* (всего 10 штаммов), известных по чувствительности к предположительно содержащимся в исследуемой среде токсикантам. Интегральный показатель колеблется от 0 до 20 баллов. Метод проходит экспертизу в различных учреждениях федерального уровня. Обсуждается вопрос о введении его в систему ГОСТ по определению токсичности комбикормов.

Воздух. *СПбГУ, НИИ химии, лаборатория ГХ.* Разработан газохроматографический метод определения летучих сернистых веществ (сероводорода, простейших меркаптанов, сульфидов и дисульфидов) в промышленных выбросах и воздухе рабочей зоны ЦБП. Основная задача – измерение микроконцентраций нестабильных сероводорода и меркаптанов в присутствии кислорода и влаги, – решена путем равновесного их абсорбционного улавливания в кислый водный буферный раствор с последующим газохроматографическим парофазным определением их содержания в полученном концентрате. Хроматографический анализ производится на газовом хроматографе с двумя детекторами: ионизационно-пламенным и пламенно-фотометрическим, регистрирующими хроматограммы одновременно по двум независимым каналам. Использование двух детекторов связано с необходимостью определения сернистых примесей в диапазоне концентраций более четырех порядков. Разделение анализируемых примесей и отделение их от сопутствующих веществ проводится на кварцевой капиллярной колонке длиной 30 м, диаметром 0,53 мм со слоем неподвижной фазы (полидиметилсилоксан) 3 мкм. Парофазное дозирование пробы в хроматографическую колонку осуществляется пневматическим способом. Градуировку прибора проводят по паро-газовым смесям с заданным микросодержанием паров сернистых веществ, которые получают динамическим методом с помощью аттестованных источников микропотока (диффузионных ампул). Диапазон измеряемых концентраций каждого из определяемых сернистых веществ составляет от (0,1 – 0,3) мг/м³ до 400 – 600 мг/м³. Погрешность анализа не превышает 25 %.

Иркутский ГУ, химический факультет. Разработана методика рентгенофлуоресцентного определения тяжелых металлов в атмосферных аэрозолях. Методика использована при контроле загрязнения атмосферы Приангарья.

Томский ПУ, кафедра ФАХ и лаб. 504. В стадии метрологической экспертизы находятся инверсионно-вольтамперометрические методики определения цинка, кадмия, свинца и меди в воздухе.

Сочинский ФАЭУ. Для предупреждения возникновения взрывоопасных концентраций несимметричного диметилгидразина (НДМГ) и гидразина (Г) в газовой среде предложено использовать иммобилизованные ионами различных металлов силикагель, активированный уголь, цеолиты и ионообменные мембраны. Установлено, что наиболее высокой поглотительной способностью относительно НДМГ и Г обладают иммобилизованные ионами железа (III) цеолиты и ионами ртути (II) катионит (КВ-4). Применение иммобилизованных сорбентов в динамическом режиме позволяет снизить содержание НДМГ и Г до безопасных концентраций в воздушной среде производственных помещений. Разработаны методики регенерации иммобилизованных сорбентов, используемых для утилизации НДМГ и Г.

НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды РАМН. Разработан комплекс сертифицированных (Госкомсанэпиднадзор РФ) экоаналитических хроматографических (ГХ, ИХ, ГХ/МС) методик для определения в атмосферном воздухе населенных мест, воздухе жилых и административных зданий: полициклических ароматических углеводородов (МУК 4.1.1044-2001); аминов и нитрилов (МУК 4.1.1044а-2001); формальдегида и альдегидов C₂-C₁₀ (МУК 4.1.1045-2001); ароматических углеводородов (МУК 4.1.1046-2001); метанола (МУК 4.1.1046а-2001); несимметричного диметилгидразина (4.1.1048-2001); никотина (МУК 4.1.1049-2001); хладонов (МУК 4.1.1050-2001); тетраэтилсвинца (МУК 4.1.1051-2001) и формальдегида (с помощью ионной хроматографии) (МУК 4.1.1053-2001).

Институт медицины труда РАМН и Госкомсанэпиднадзор МЗ РФ. Опубликованы новые (утвержденные на федеральном уровне Госкомсанэпиднадзором Минздрава России) методики определения вредных веществ (промышленных ядов) в воздухе рабочей зоны и на промплощадках промышленных предприятий России.

Природные, технологические и питьевые воды. Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ. Разработана тест-система для определения бериллия(II) и алюминия(III) в водах на основе хромазуrola S, иммобилизованного на ксерогели из опоки и силикатного клея (НГОС_{Be(II)}} = 0,45 мг/л, НГОС_{Al(III)}} = 0,27 мг/л). Совместно с **кафедрой химии Саратовского ГАУ** разработана тест-система для определения в технологических водах пестицидов Анилата и МБ-9057 на основе п-диметиламинокоричного альдегида и додецилсульфата натрия с НГОС 0,01 мкг/см³.

Красноярский ГУ, кафедра химии. Разработаны методики сорбционно-атомно-абсорбционного и сорбционно-атомно-эмиссионного определения цветных и тяжелых металлов в природных и техногенных водах, включающие концентрирование металлов с использованием МПС, элюирование сорбированных элементов разбавленными растворами минеральных кислот (1 – 2М) и последующее определение атомно-абсорбционным или атомно-эмиссионным (с индуктивно-связанной плазмой) методами. Методики

использованы при определении цветных и тяжелых металлов в речных и озерных водах Красноярского края, республик Хакасия и Тува.

ВИМС. Разработана методика определения объемной активности цезия-137 в природных водах гамма-спектрометрическим методом с предварительным концентрированием. Интервал определяемой объемной активности 0,05 - 100,0 Бк/дм³. Методика предназначена для проведения радиоэкологических исследований, контроля качества природных вод, радиационного мониторинга и при технологических работах. Методика прошла метрологическую аттестацию и утверждение в Центре метрологии ионизирующих излучений (ЦМИИ ГП ВНИИФТРИ Госстандарта РФ).

ИПТМ РАН, лаборатория ЯФ и МСМА. Разработаны две методики количественного определения 64 элементов в природных и питьевых водах методом ICP-MS. Методики прошли государственную метрологическую экспертизу и утверждены Научным советом по аналитическим методам Министерства природных ресурсов.

Азовский НИИ рыбного хозяйства, Ростовский ГУ, кафедра АХ. Продолжен мониторинг загрязнения основных элементов экосистемы Азовского моря (воды, донных отложений, гидробионтов) в весенний, летний и осенний периоды. Получены данные о пространственно-временном распределении содержания нефтепродуктов (в том числе полициклических ароматических углеводородов), пестицидов, полихлорбифенилов, соединений ряда металлов, соединений серусодержащих органических веществ, синтетических анионных ПАВ. Создана прошедшая государственную регистрацию база данных. На разработанные методы в 2002 году получены патенты "Способ идентификации источников нефтяного загрязнения и "Способ определения полициклических ароматических углеводородов в биологических объектах".

Новосибирский ИОХ СО РАН. Совместно с ООО "ПЭП Сибэкоприбор" разработана и аттестована методика определения нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии. Методика утверждена и введена в действие Главным государственным санитарным врачом РФ.

МГУ, кафедра АХ. Разработаны

- способ определения следов эфиров органических кислот в водах на уровне 10^{-8} - 10^{-7} %, основанный на сверхкритической флюидной экстракции без использования органического растворителя и хроматографическом анализе всего экстракта с пламенно-ионизационным детектором;
- методика определения тория в водах с пределом определения 0,02 мкг/мл с использованием реагента арсеназо I и методов спектроскопии диффузного отражения и цветометрии;
- методика определения железа в форме фенантролината в растворах с пределом обнаружения 2,5 мкг/л после сорбционного концентрирования на катионообменниках различной природы с использованием методов спектроскопии диффузного отражения и цветометрии. Предложена шкала для визуального определения железа(II) при концентрации не ниже 0,4 мкг/л. Тест-методика апробирована на пробах воды из устья Северной Двины и Двинского залива за летний и зимний периоды 2000-2001 гг.

Для анализа вод использованы электрохимические методы:

- разработана методика определения гуминовых кислот в морской воде методом мокрого сжигания и катодной инверсионной вольтамперометрии с применением медного амальгамного электрода и чистого препарата гуминовых кислот в качестве стандарта. Определено содержание гуминовых кислот в морской воде бухты Буор-Хая (море Лаптевых) на 19 станциях, которое составило 1,9-4,35 мг/л. (**Дальневосточный ГУ**).
- разработан простой и быстрый редокс-потенциометрический метод раздельного определения содержания двух- и трехвалентного железа в подземных водах, основанный на введении в анализируемую воду добавок стандартного раствора определяемого иона с использованием Pt-электрода. Погрешность определений не превышает 30 % (**Томский ГУ, кафедра АХ**).
- разработаны инверсионно-вольтамперометрические методики определения ртути, мышьяка, хрома, марганца в питьевой, природной и сточных водах, причем мышьяк и марганец определяют без применения инертного газа (**Томский ПУ, кафедра ФАХ и лаб. 50А**).

Институт монокристаллов НАН Украины. Исследованы примесный состав и динамика его сезонных изменений поверхностных и подземных вод Харьковского региона, а также питьевой воды городского водопровода. Анализы выполняли с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией проб, инверсионной вольтамперометрии, газовой хроматографии, а также концентрирования примесей низкотемпературной направленной кристаллизацией исследуемой воды. Показано, что концентрации примесей алюминия, железа и марганца в исследуемых источниках (включая водопроводную воду) в определенные периоды существенно превышают установленные нормативы, а питьевая вода из подземного источника, по-видимому, подпитывается поверхностными водами.

Выполнен межлабораторный эксперимент по сравнению результатов определения примесного состава озерной воды из г. Иоаннина (Греция) в отделе аналитической химии функциональных материалов и объектов окружающей среды Института монокристаллов НАН Украины и в аналитической лаборатории химического факультета университета г. Иоаннина. Установлено хорошее согласие между результатами, полученными в указанных лабораториях.

СПбГУ, кафедра АХ. Разработана методика проточно-инжекционного экстракционного фотометрического определения микроконцентраций фосфат- и силикат-ионов при их совместном присутствии, обеспечивающая пределы обнаружения для фосфат-ионов 5 мкг/л, для силикат-ионов - 20 мкг/л и диапазоны определяемых концентраций до 2 и 2,5 мг/л, соответственно. Методика основана на совместном экстракционно-хроматографическом концентрировании фосфат- и силикат-ионов в форме молибдофосфорной и молибдокремниевой кислот при использовании в качестве неподвижной фазы и элюента 1%-ного раствора триоктиламина в хлороформе. Для разделения двухфазного потока элюата использована хроматомембранная ячейка.

Московский ГОУ. Разработана высокоизбирательная методика определения малых содержаний нитрит- и нитрат- ионов в водах с помощью

реакции с Р-солью в присутствии кобальта, позволяющая анализировать окрашенные воды.

Завершены исследования по созданию стандартной смеси для проверки ХПК-бихроматного метода: эквинормальные количества уксусной кислоты и диметилформамида.

Московский ГОУ, совместно с *Курским ГПУ* разработали условия селективного спектрофотометрического определения бора в водах с помощью реагента бериллон III и системы маскирующих агентов.

Фирмой *ЗАО БиоХимМак СТ* (Москва), используя новое поколение отечественных сорбентов для твердофазной экстракции на основе силикагеля, модифицированного органическими функциональными группами (Диапаки, Диасорбы, Диасферы), разработаны аналитические комплекты "ПАУ-вода" "Фенол-вода" и "Бенз(а)пирен-воздух".

Лабораторией ФХМА ИХТТ УрО РАН комбинированный метод коллоидно-химической экстракции – масс-спектрометрии применен для определения общего химического состава водопроводной воды на содержание микрокомпонентов, и соотношения ионной и коллоидной форм состояния контролируемых микрокомпонентов. Показано, что при общем соответствии уровней содержания микрокомпонентов санитарным нормам для проб водопроводной воды, подавляющая их часть представлена и ионно-молекулярной, и коллоидной формами состояния.

ИПЭЭ РАН, совместно с *РХТУ им. Д.И. Менделеева*. Разработана модель и методология оценки параметров сорбции и десорбции хлорфенолов разной степени хлорирования на активных углях в широком диапазоне концентраций применительно к аналитическому концентрированию и сорбционной очистке сточных вод. Разработана методика флуоресцентного определения суммы полициклических ароматических углеводородов в воде.

Твердые объекты. *Уральский ГЭУ*. Выполнены исследования и разработаны методики определения общего содержания меди, свинца, кадмия, цинка, ртути и никеля в почве методом инверсионной вольтамперометрии с использованием толсто пленочных модифицированных электродов. В качестве образцов почв исследовали стандартные образцы почв дерновоподзолистых №498-83 (СДПС-1), №499-83 (СДПС-2) и №500-83 (СДПС-3) (наиболее распространенных в Российском регионе).

ИХТТ УрО РАН, лаборатория ФХМА. Выполнены исследования по проекту МНТЦ №872 состава шлаков медеплавильного производства г. Карабаш Челябинской области на содержание матричных и примесных элементов. Элементный состав проб по 45 элементам определялся методами химического анализа, эмиссионного спектрального анализа и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Полученные результаты будут использованы для разработки экологических мероприятий по реабилитации территории г. Карабаш в рамках международного проекта.

ЦКП СО РАН в сотрудничестве с ОИГГиМ СО РАН. Благодаря использованию высокочувствительного метода анализа (масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой) в конденсатах транспирационных выделений водных макрофитов, произрастающих на гидроотвалах горнообогатительного комбината, обнаружено содержание тяжелых металлов: Pb, Hg, As, Se, Cd и др. При сравнительной оценке потоков экотоксикантов, выделяющихся в атмосферу вследствие транспирации макрофитов и при испарении с открытой водной поверхности, установлено, что основной вклад

в потоки As и Se из гидроотвалов вносит транспирация растений. Миграция экотоксикантов в атмосферу путем транспирационных выделений водных растений, произрастающих на гидроотвалах горнорудной промышленности, представляет собой реальное явление, оказывающее негативное воздействие на здоровье людей и животных и подлежащее учету в геохимических моделях круговорота вещества в биосфере.

Уральский ГЭУ. Разработаны методики инверсионно-вольтамперометрического определения ртути, меди, никеля, свинца, кадмия, цинка в почве с использованием вольтамперометрического анализатора «ИВА-5». Для обработки растворов почв ультрафиолетовым облучением (УФО) использовали установку типа 705 UV-Digester ("Metrohm", Швейцария). Обнаружено, что определению меди, свинца, кадмия, цинка и никеля не мешают неорганические компоненты, входящие в состав ГСО почв типа СДПС. Определению содержания ртути в почвах мешает 200-кратный избыток меди. Мешающее влияние меди на определение ртути устраняли путем ее электрохимического растворения с поверхности электрода при потенциале 0.45 В. Исследовали несколько способов разложения образцов почв: с использованием HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$; $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$; $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4$. В случае анализа почв на содержание свинца, кадмия, цинка необходима стадия УФО, ее отсутствие приводит к получению заниженных результатов анализа. Согласно методикам, для определения ртути, меди, никеля, свинца, кадмия, цинка в почве с использованием нетоксичных толстопленочных электродов не требуется предварительное разделение и концентрирование.

Предложены инверсионно-вольтамперометрические методики определения в почве

- ° кадмия, свинца, меди и цинка. Кроме определения валового содержания тяжелых металлов предусмотрено извлечение и определение их подвижных и кислотных форм. Диапазон измеряемых концентраций — от 0,5 до 10 ОДК (ориентировочно-допустимые концентрации) (**НПП «Буревестник»**);
- ° ртути и мышьяка, причем способы пробоподготовки позволяют значительно уменьшить время разложения образцов и практически исключить потери определяемых элементов (**Томский ПУ, кафедра ФАХ и лаб. 504**).

ИПЭЭ РАН. Совместно с **ЗАО «Защита»** разработана и аттестована методика определения бенз(а)пирена «МУК 4.1.005-2002. 3,4-бензпирен. Спектрофлуориметрия. Экстракционно-хроматографический метод определения концентраций в пробах черной промышленной сажи» Образец сажи подвергали ускоренной экстракции горячим органическим растворителем, очищали экстракт на многослойной колонке и анализировали полученный элюат методом ВЭЖХ/ФЛД или с помощью спектрофлуориметрии.

Новосибирский ИОХ СО РАН. Комплексом аналитических методов (элементный анализ, термический анализ, спектроскопия ИК и ЯМР ^{13}C и ^{31}P) исследованы образцы гуминовых кислот, выделенных из различных почв сибирского региона, а также из торфа различных месторождений Томской области. Методом ГХ/МС проведено исследование экстрактивных веществ, выделенных из верхового торфа месторождения Светлое Томской области, идентифицирован ряд *n*-алканов, алкилбензолов и жирных кислот от C_{10} до C_{30} ,

а также биологически активный гситостерол. Проведено детальное обследование снегового покрова, поверхностных, питьевых вод и донных осадков Обь-Иртышского водного бассейна на содержание полиароматических соединений и нефтепродуктов для определения источников загрязнения окружающей среды.

Методом ГХ/МС проведено обследование поверхностных вод и донных осадков южной, центральной и северной части озера Байкал на содержание полихлорированных углеводородов, а также исследован жирно-кислотный состав байкальской нерпы, выловленной в различных частях озера.

НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина РАМН. Разработаны и утверждены в качестве стандартов на федеральном уровне (в Госкомсанэпиднадзоре Минздрава России) методики ГХ/МС-определения летучих (ароматические углеводороды и хлоруглероды) и труднолетучих (ПАУ, фенолы, высшие карбоновые кислоты) органических веществ в почвах, бытовых и промышленных отходах.

ИПЭЭ РАН, совместно с **НПО «Тайфун»** и **РНИИЦНЧС МЗ РФ** пересмотрены методики определения полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в атмосферном воздухе и газообразных выбросах в атмосферу, в природных и очищенных сточных водах, в почве и донных отложениях (№ 224.03.11.115/2002, № 224.01.11.117/2002, № 224.02.11.116/2002 ФГУ Центр экологического контроля и анализа Минприроды России).

ИПЭЭ РАН, совместно с **РХТУ им. Д.И. Менделеева.** Разработана методика флуоресцентного определения суммы полициклических ароматических углеводородов в почве (Флуорат-2).

ЮГУП "Южгеология". Разработана и утверждена в качестве отраслевой методика определения концентрации альфа-, гамма-ГХЦГ, гептахлора, п.п.-ДДЕ, п.п.-ДДД, п.п.-ДДТ в почвах газохроматографическим методом". Интервал определяемых содержаний: для альфа-, гамма-ГХЦГ – 0,003-0,06 мкг/кг; для гептахлора и п.п.-ДДЕ – 0,005-0,10 мкг/кг; для п.п.-ДДД – 0,015-0,30 мкг/кг; для п.п.-ДДТ – 0,02-0,40 мкг/кг.

НПО «Спектрон». Разработана и аттестована методика определения V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Sr и Pb, а также оксидов: MgO, Al₂O₃, SiO₂, P₂O₅, K₂O, CaO, TiO₂, MnO, Fe₂O₃ в порошковых пробах почв методом РФА на рентгеновских аппаратах для спектрального анализа серии «СПЕКТРОСКАН МАКС».

ИЗК СО РАН. Разработана методика рентгенофлуоресцентного определения Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Sn, Ba в горных породах на рентгенофлуоресцентном энергодисперсионном спектрометре с поляризатором (Si(Li)-детектор, усилитель и источник питания для детектора фирмы Canberra (США), анализатор спектра Model PCA II 8000 фирмы Tennelec/Nucleus inc. (США)). Методика испытана в рамках программы ГЕОРТ (An International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Международное профессиональное тестирование аналитических геохимических лабораторий), выполнено определение содержаний ряда элементов в образце долерита ОУ-1 (11 раунд, апрель 2002 г.). Тестирование организовано Международной ассоциацией геоаналитиков. По результатам тестирования получено хорошее совпадение полученных результатов для Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Sn..

Приборы. К 2003 г. аналитическое приборостроение России создало целый ряд современных приборов, многие из которых не уступают лучшим

зарубежным аналогам. Эти приборы позволяют расширить границы применения метода при определении приоритетных загрязнений природной среды в различных матрицах. Это газовые хроматографы с мультidetекторной системой Цвет-800 и Цвет-500 М (ОАО "Цвет", г. Дзержинск Нижегородской обл.), Кристалл 2000 М (ЗАО СКБ "Хроматэк, г. Йошкар-Ола) и др.; хроматографы для ВЭЖХ и капиллярного электрофореза: Милихром А-02 (ЗАО "Эко-Нова", г. Новосибирск), ВЭЖХ-3 и 4, а также Капель 103, 104 и 105 для капиллярного электрофореза (НПФ АП "Люмекс", СПб); ионный хроматограф "Стайер" с кондуктометрическим детектором (НПКФ "Аквилон", Москва); жидкостный хроматограф "Цвет-Яуза" с амперометрическим и кондуктометрическим детекторами ("Химавтоматика", Москва), а также промышленный автоматический газовый хроматограф "Поток-2000" (ЗАО "Поток", СПб), предназначенный для контроля технологических газовых и парогазовых потоков и организованных промвыбросов в различных отраслях промышленности.

Серия спектральных приборов: атомно-абсорбционный спектрометр МГА-915 ("Люмекс", СПб) и ААС серии "СПЕКТР" (ОАО "Союзцветметавтоматика", Москва); БИК-АНАЛИЗАТОР ИнфраЛЮМ ФТ-10, лазерный анализатор микрочастиц ЛАСКА-био, ИК-Фурье спектрометр ИнфраЛЮМ ФТ-02 и спектрофлуориметр ФЛЮОРАТ-02 ("Люмекс", СПб) семейство ИК-Фурье спектрометров ФСМ (ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, СПб); ИК-спектрометр Эридан-500 (ВНИИМ, СПб) и др.

Электрохимические приборы: вольтамперометрический анализатор "Экотест-ВА", рН-метры и ионометры (НПП "Эконикс-Эксперт", Москва), вольтамперометрические анализаторы серии АКВ, микропроцессорный рН-метр-иономер И-500 (НПКФ "Аквилон", Москва) и др.

Разработаны устройства для пробоподготовки и концентрирования примесей загрязняющих веществ: СВЧ-минерализатор МИНОТАВР-1 ("Люмекс", СПб) и проточно-инжекционный блок концентрирования БПИ-М (ОАО "Союзцветметавтоматика", Москва). Освоено производство селективных насадочных колонок и высокоэффективных капиллярных колонок, а также материалов, реактивов и стандартов для газовой хроматографии (ООО "ВИТОХРОМ-М", Москва); материалов, принадлежностей и оборудования для ВЭЖХ, в том числе сорбентов на основе модифицированного силикагеля (Диапаки, Диасорбы и Диасферы) для концентрирования и очистки водных и воздушных проб. Эти сорбенты для твердофазной экстракции не уступают лучшим зарубежным аналогам, применяемым в экоаналитике. Разработаны и выпускаются стандартные аналитические комплекты для ВЭЖХ-анализа: ПАУ-вода, фенолы-воды и бенз(а)пирен-воздух (ЗАО БиоХимМак СТ, Москва).

Уровень работ, выполненных в институтах РАН и вузах России в 2002 г., примерно тот же, что и в предыдущие годы (см. отчет за 2000 г.).

Недостатком выполненных исследований в области экоаналитики является малое число работ по определению газов в различных матрицах (в том числе и в воздухе) – органических газов и легколетучих органических соединений, а также оксидов азота, серы и углерода, фторидов и хлоридов.

Отсутствуют работы по определению металлоорганических соединений – самой токсичной формы существования металлов, в частности, по определению оловоорганических соединений в донных осадках или соединений ртути, свинца или кадмия в воде или воздухе,

которые обычно выполняются методами ААС или с помощью (что более надежно) комбинаций ГХ/ААС или ГХ/АЭД.

В то же время следует отметить существенный прогресс в применении метода ГХ/МС именно в стандартных (официальных) экологических методиках (учреждения Минздрава РФ и академические институты), что значительно повышает надежность соответствующих анализов (идентификация) и улучшает все метрологические характеристики экоаналитических методик.

К результатам мирового уровня следует отнести продолжающиеся несколько лет исследования по созданию уникальной базы данных по газохроматографическим индексам удерживания многих тысяч органических соединений на полярных и неполярных стандартных НЖФ. На основе унифицированных индексов удерживания в сочетании с масс- и ИК-спектрами искомых соединений можно добиться значительного повышения надежности идентификации целевых соединений в сложных смесях загрязнений различного состава и в различных матрицах, включая и определение контролируемых компонентов в смесях загрязнений неизвестного состава (См. раздел "Хроматографический анализ") (лаборатория газовой хроматографии НИИ химии СПбГУ совместно с Национальным институтом стандартов и технологий США).

Следует отметить и один из первых отечественных хромато-масс-спектрометров – ГХМС "Навал" (КТИГЭП СО РАН, Новосибирск), предназначенный для работы в полевых условиях в составе передвижной лаборатории и выполнять уникальные по надежности и скорости (1-2 мин.) определения ОБ и некоторых супертоксиантов, например, диоксинов и ПХБ.

НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ

XXVII Годичная сессия совета прошла в рамках Всероссийской конференции "Актуальные проблемы аналитической химии" (11-15 марта, пансионат "Клязьма"). На сессии выступали председатель совета академик Ю.А. Золотов, рассказавший о достижениях российских аналитиков в прошедшем году, ученый секретарь совета И.Н. Киселева с информацией о научно-организационной деятельности совета, В.П. Колотов - о состоянии работы по созданию информационно-поискового портала для российских аналитиков. Л.А. Грибов в докладе "Супрамолекулы как преобразователи информации, распознавание образов в молекулярном мире и перспективы создания аналитических систем принципиально нового типа" познакомил присутствующих с новым направлением исследований в области информационных технологий. Ю.А. Золотов вручил первый диплом Научного совета РАН по аналитической химии за заслуги в области развития электрохимических методов анализа профессору Томского политехнического университета А.Г. Стромбергу. В работе конференции и сессии приняли участие около 300 человек из 67 городов Российской Федерации, Украины, Азербайджана и Казахстана. Оргкомитет получил финансовую поддержку от Российского фонда фундаментальных исследований, Президиума РАН, ФЦП "Интеграция", что позволило пригласить на конференцию 70 молодых специалистов.

Бюро совета. В 2002 г. Научный совет провел два заседания бюро, на которых обсуждались планы проведения конференций в 2003-2006 годах. Принято решение организовать в 2005/2006 г. 2-й Международный конгресс по аналитической химии, осенью 2004 г. – конференцию "Аналитика России", посвященную 100-летию со дня рождения академика И.П. Алимарина. В 2003 г. под эгидой совета пройдут Международный форум "Аналитика и аналитики" и 28-я Годичная сессия совета (2-6 июня, Воронеж), конференция "Экоаналитика-2003" (6-10 октября, Санкт-Петербург), конференция "Аналитика" в рамках Международной специализированной выставки "AnalyticaExpo 2003" в Сокольниках (8-11 апреля, Москва), 8 Российско-Немецко-Украинский симпозиум (31 августа – 5 сентября, Гамбург, Германия).

Организованы две комиссии: одна по подготовке к празднованию в 2003 г. 100-летия хроматографии, вторая – по подготовке к 100-летию со дня рождения академика И.П. Алимарина, и намечены планы соответствующих мероприятий.

Бюро совета был объявлен конкурс 2002 г. на присуждение премии совета за существенный вклад в развитие аналитической химии. Лауреатом премии стал д.х.н., профессор С.Б. Саввин. Премия и Диплом лауреата будут вручены на XXVIII Годичной сессии совета в Воронеже.

Проведена работа по организации приема НСАХ РАН в члены Федерации европейских химических обществ. В настоящее время Отделением аналитической химии ФЕХО принято решение о приеме НСАХ РАН в Отделение в качестве наблюдателя.

Обсуждались вопросы о возобновлении под эгидой совета издания серии книг "Проблемы аналитической химии", о работе по созданию системы переподготовки кадров аналитиков.

Всероссийские конференции и симпозиумы

11 – 15 марта, Москва (пансионат "Клязьма"): Всероссийская конференция с международным участием **"Актуальные проблемы аналитической химии"** (НСАХ РАН, ИОНХ РАН, 300 участников, из них 70 – молодых).

На конференции обсуждали общие проблемы повышения чувствительности и точности анализа, вещественный анализ, дистанционный анализ, анализ без разрушения образца, проблемы миниатюризации анализа, распределительный (локальный) анализ, принципы автоматизации химического анализа, анализ вне лаборатории и задачи анализа неизвестного вещества. Помимо перечисленных тем достаточно много работ было представлено по вопросам исследования равновесий, метрологии, математизации и автоматизации анализа, пробоподготовке, хроматографическим, электрохимическим, спектральным методам анализа, анализу в потоке. Отдельной темой в плане конференции фигурировало преподавание аналитической химии.

18 – 21 июня, Санкт-Петербург: Всероссийская конференция **"Аналитические приборы"** (НСАХ РАН, СПбГУ, СПб отделение РХО им. Д.И. Менделеева, 350 человек)

На конференции работали 12 секций по направлениям: техника пробоотбора и пробоподготовки, оптические аналитические приборы, электрохимические приборы, рентгеновские и ядерно-физические приборы, приборы для анализа поверхности и дистанционного анализа, техника проточного анализа, общие вопросы автоматизации и программно-аппаратного обеспечения аналитических приборов, общие вопросы метрологического обеспечения аналитических приборов, хроматографы и приборы на принципах смежных методов разделения веществ, масс-спектрометры, приборы, специализированные по объектам анализа и определяемым веществам, производители аналитического оборудования о своей продукции. Во время конференции прошли стендовая сессия и выставка аналитического оборудования.

25 – 28 июня, Иркутск: **IV Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу** (Институт земной коры СО РАН, Институт геохимии СО РАН, Иркутский ГУ, Комиссия по рентгеновским методам анализа, 90 участников из 27 городов России, 9 иностранных и отечественных фирм).

Тематика конференции охватила следующие направления: теоретические и методические основы рентгеноспектрального анализа; рентгено-спектральный микроанализ; аппаратное и программное обеспечение; анализ и контроль химического состава объектов окружающей среды; анализ геологических материалов; контроль технологических процессов.

Сделан 31 устный и представлено 50 стендовых докладов. опубликованы тезисы докладов.

На конференции отмечалось резкое отставание уровня используемой в лабораториях России приборной базы, наметившееся в последние 10 лет. Существенно ухудшилось техническое обеспечение и обслуживание имеющихся спектрометров. Несмотря на очевидные успехи в компьютеризации, снизился уровень научно-информационного обеспечения исследований: библиотеки Институты СО РАН не имеют подписки на ведущие зарубежные и отечественные журналы (частично эта проблема решается для пользователей электронной библиотеки, функционирующей при поддержке РФФИ), приобретается недостаточное количество новых монографий, сотрудники крайне мало выезжают в научные командировки. Уменьшилось количество и номенклатура СО для градуировки и контроля правильности результатов анализа. Всё это существенно снижает уровень аналитических исследований российских учёных.

Из положительных тенденций отмечено, что заметно активизировались специализированные центры подготовки и обучения специалистов по РСА при университетах Иркутска (Смагунова А.Н.) и Санкт-Петербурга (Бахтиаров А.В.).

Предложено провести V-ю Всероссийскую конференцию по РСА в 2004 г. в г. Новосибирске; предусмотрев заказные доклады представителей заводских лабораторий.

6 – 11 октября, Туапсе: Международный симпозиум "**Разделение и концентрирование в аналитической химии**" (к юбилею академика Ю.А. Золотова) (Министерство образования РФ, МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ, ГЕОХИ РАН, ИОНХ РАН, число участников 188).

В работе симпозиума принимали участие 188 специалистов из многих регионов Российской Федерации, Германии и Украины. Заслушано 39 пленарных и устных докладов, сделано свыше 150 стендовых сообщений. На конференции были рассмотрены все современные методы концентрирования неорганических (78 докладов), органических и биологических (54 доклада) веществ, обсуждались основные тенденции в развитии методов сорбции из растворов (53 доклада), жидкостной экстракции, автоклавного концентрирования, микропробирной плавки и других методов. Материалы конференции будут опубликованы в тематическом номере Журнала аналитической химии. Принято решение проводить симпозиум один раз в три года.

Семинары

Московский семинар по аналитической химии – 9 заседаний;

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды – 8 заседаний;

Московский семинар по аккредитации и обеспечению качества результатов аналитических работ – 3 заседания;

Семинар по методам контроля окружающей среды в Уфе (НИИ БЖД) – 4 заседания;

Новосибирский аналитический семинар – 1 заседание;

Семинар по проблеме "Аналитическая химия окружающей среды" (ИХВВ РАН, Нижний Новгород) – 5 заседаний.

Московский семинар по аналитической химии. С ноября 2001 г по ноябрь 2002 г состоялось девять заседаний семинара.

Первый семинар был посвящен памяти д.х.н. Галины Моисеевны Варшал. Были рассмотрены направления, которым посвятила свою научную деятельность Г.М. Варшал – геохимия и аналитическая химия благородных металлов (ИГЕМ РАН, ГЕОХИ РАН).

Семинар в январе 2002 г. был посвящен обсуждению современного состояния аналитического спектрального приборостроения (ААС, ИСП-АЭС, ИСП-МС и др.) и актуальным направлениям исследований и практическим приложениям этих методов (по материалам международных конференций 2001 г.) (ИСАН, ГЕОХИ РАН). Рассмотрены вопросы, связанные с анализом и контролем качества аффинированных драгоценных металлов методами атомной спектроскопии (ГОХРАН РФ).

На третьем семинаре в феврале 2002г. рассматривали возможности аналитической химии, используемые в борьбе с терроризмом. Были представлены достижения хроматографических методов, позволяющие идентифицировать и обнаруживать в течение десятков секунд до 10^{-10} - 10^{-12} г/м³ потенциально опасных веществ (ГЕОХИ РАН), оптических методов при определении следов взрывчатых веществ и наркотиков (ЦЕНИ ИОФА РАН). Обсуждались предпосылки для разработки аналитических систем для выявления подготовки террористических актов (Центр "Анализ веществ" ИНХС РАН).

Следующий семинар был посвящен состоянию и задачам лабораторного обеспечения аналитических работ, выполняемых в рамках Министерства природных ресурсов России. Обсуждалось нормативно-методическое, метрологическое и информационное обеспечение аналитических исследований (ВИМС).

Семинар в апреле 2002 г. был посвящен разработкам и применению химических сенсоров. Были подробно рассмотрены принципы действия, особенности применения, перспективы развития пьезорезонансных и пьезокаталитических сенсоров. На семинаре прошла презентация нового журнала «Сенсор» (ГЕОХИ РАН).

В мае обсуждали новое направление в аналитической химии – чип-анализаторы. Рассмотрены последние достижения в области микрофлюидных чип-анализаторов и создание на их основе микросхемного высокоэффективного амперометрического детектора и высоковольтного оптронного потенциостата, положенных в основу микроприборов высокоэффективного капиллярного электрофореза. Отмечено, что в последнее десятилетие интенсивно изучаются аналитические возможности и практическое применение биосенсорных систем (Физико-технический институт им. А.И. Иоффе РАН, Институт биохимии и физиологии микроорганизмов РАН).

Семинар в сентябре был посвящен возможностям и перспективам использования микроволнового излучения в химии. В качестве основных направлений рассмотрены органический синтез, химия полимеров, неорганический синтез и координационная химия, синтез наноматериалов, технологические процессы. В аналитической химии основной областью

применения микроволнового излучения является пробоподготовка к определению неорганических и органических соединений инструментальными методами (ГЕОХИ РАН, ЗАО "РОСА", РОСТЕСТ).

Семинар, который состоялся 22 октября 2002 г., был посвящен юбилею академика Юрия Александровича Золотова. С докладами выступили ученики академика Ю.А. Золотова д.х.н. О.А.Шпигун, Л.К. Шпигун и Б.Я. Спиваков.

Доклад О.А. Шпигуна (химический факультет МГУ) был посвящен современному состоянию и перспективам развития ионной хроматографии.- наиболее эффективного метода определения неорганических анионов. В докладе Л.К. Шпигун (ИОНХ РАН) оценка современного этапа развития проточно-инжекционного анализа (ПИА), представлены данные об исследованиях российских ученых в этой области. В основу доклада Б.Я. Спивакова (ГЕОХИ РАН) "Современные методы концентрирования» легли материалы симпозиума «Разделение и концентрирование в аналитической химии», который проводился 6-11 октября 2002 г. и также был посвящен юбилею Ю.А. Золотова. Докладчики особо отметили огромный вклад Ю.А. Золотова в развитие аналитической химии в России.

На семинаре в ноябре месяце обсуждали вопросы использования аналитической химии в медицине. В настоящее время формируется новое направление – микроэлементология, как самостоятельная медицинская наука. Ключевым вопросом в проблеме «микроэлементов в медицине» является определение обеспеченности и оптимальной потребности человека в химических элементах, определении элементного статуса организма человека, что достигается применением различных аналитических методов (ММА им. И.М. Сеченова, АНО "Центр биотической медицины").

Всего на Московском аналитическом семинаре за отчетный период было заслушано 25 докладов с участием 37 авторов. Семинар посетило более трехсот человек - сотрудников ГЕОХИ им.В.И. Вернадского РАН и других институтов и организаций Москвы.

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды. В 2002 г. было проведено 8 заседаний, посвященных новым методам экологического контроля загрязнений в различных матрицах (питьевые, природные и сточные воды, атмосферный воздух, воздух рабочей зоны и административных и жилых зданий, промвыбросы, почва, бытовые и промышленные отходы, пищевые продукты и др.). Представлено 20 докладов о традиционных и новых методах пробоподготовки в экологическом анализе, рутинном и арбитражном контроле, новых экоаналитических методиках, в том числе и стандартных (официальных), утвержденных на федеральном уровне и предназначенных для экологического контроля природных сред. Затронуты вопросы метрологического обеспечения аналитических измерений (в частности, новые нормативные документы Госстандарта РФ по метрологии, стандартизации, сертификации и аккредитации экоаналитических лабораторий), информация о новых отечественных аналитических приборах (хроматографах, спектрофотометрах, электрохимических анализаторах и пр.). В докладах содержится информация о новых разработках отечественных и зарубежных фирм в области экологического анализа.

Особенный интерес вызвали сообщения об аналитических методах выявления фальсификации пищевых продуктов (РОСТЕСТ, Москва), определении остаточных количеств пестицидов в кормах, пищевых продуктах и объектах внешней среды (Институт химических средств защиты растений,

Москва). Слушателями семинара отмечено высокое качество отечественных сорбентов для твердофазной экстракции супертоксикантов из водных сред (ПАУ, пестициды, ПХБ, хлорфенолы и др.), выпускаемых фирмой ЗАО БиоХимМак СТ (Москва). Интересным был обзорный доклад "Экология и хроматография. Современное состояние" (НПО "Химавтоматика", Москва), а также доклады "Экспрессное определение приоритетных загрязняющих веществ в воде с помощью новых тест-методов" (Химфак МГУ), "Источники поступления, образование и определение летучих галогеналкилов в питьевой воде" (НИИ коммунального водоснабжения и очистки воды, Москва), "Проблемы радиационных отходов в Московском регионе" (МосНПО "РАДОН", Москва).

В работе семинара приняли участие специалисты институтов РАН, Минздрава России и РАМН, а также специалисты, связанные с экоаналитическим контролем природной среды из отраслевых институтов, представляющих Москву и Санкт-Петербург. Каждое заседание собирало от 30 до 70 человек. Представленные сообщения активно обсуждались. Особенно это касалось вопросов идеологии экоаналитических измерений, необходимости создания в России официального списка приоритетных загрязнителей для воды, почвы, воздуха и других природных сред, проблем пробоотбора и повышения надежности идентификации целевых соединений в различных матрицах, повышения качества аналитических измерений.

Семинар "Аккредитация и обеспечение качества результатов аналитических работ". Проведено 3 заседания. Обсуждались следующие темы:

- внедрение ГОСТ Р ИСО 5725 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»;
- внедрение ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий".

Оба эти стандарта являются переводами соответствующих международных стандартов, их внедрение направлено на гармонизацию национальных требований с международными.

ГОСТ Р ИСО 5725 вводит новую терминологию и новые требования к проведению работ по установлению метрологических характеристик методик измерения (анализа) и использованию этих характеристик при контроле точности, межлабораторных сравнительных испытаниях и других применениях.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 устанавливает требования к лабораторным системам обеспечения качества результатов испытаний (измерений, анализа).

Работа комиссий и отделений совета

Комиссия по метрологии, стандартизации и обеспечению качества организовала и провела 3 заседания семинара "Аккредитация и обеспечение качества результатов аналитических работ".

Продолжает действовать Система аккредитации аналитических лабораторий, в которой на сегодняшний день зарегистрировано 2095 активных лабораторий, компетентность которых подтверждена.

Комиссия по терминологии. Закончена публикация рекомендаций ИЮПАК – русско-английского и англо-русского словарей терминов по

аналитической химии (см. Журн. аналит. химии. 2002.Т.57.№1.С.101-110., №2.С. 206-215., №3.С. 434-443., №4. С. 550-558).

Подготовлены к печати в "Журнале аналитической химии" рекомендации ИЮПАК "Атомные массы элементов" (Журн. аналит. Химии. 2003. Т. 58. №2) и "Трансурановые элементы и некоторые их характеристики" (там же, №4).

Члены комиссии участвовали в редактировании тезисов докладов международного симпозиума "Разделение и концентрирование в аналитической химии (Краснодар, 6-11 октября 2002 г.).

Комиссия по преподаванию аналитической химии. В рамках Всероссийской конференции «Актуальные проблемы аналитической химии» организовано и проведено секционное заседание, посвященное преподаванию аналитической химии в вузах страны. В адрес оргкомитета поступило и было опубликовано более 50 тезисов докладов. В заседании приняли участие преподаватели 18 «классических» университетов, 15 технологических, технических, педагогических, медицинских и др. вузов России и 5 университетов Украины. По материалам конференции членами комиссии (В.И. Вершининым, З.А. Темердашевым, Г.К. Будниковым) подготовлены публикации в Журнал аналитической химии.

Расширен общевузовский банк методических материалов, рабочих программ общих и специальных курсов, обучающих компьютерных программ по различным разделам аналитической химии.

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

В Кубанском ГУ разработана образовательная программа для получения дополнительной квалификации «Эксперт в области экологической безопасности», утвержденная Министерством образования РФ. На химическом факультете Кубанского ГУ начата реализация этой программы для студентов, специализирующихся по кафедре аналитической химии.

Комиссия по международным делам. Члены комиссии принимали участие в подготовке и планировании международных конференций по аналитической химии. Составлена программа 8-го Российско-германско-украинского аналитического симпозиума, который состоится в Гамбурге с 31 августа по 5 сентября 2003 года. С российской стороны подготовкой симпозиума руководит С.С. Гражулене, которая является членом его Научного комитета. Бюро Совета поручило Комиссии начать подготовку к организации Международного конгресса по аналитической химии (International Congress on Analytical Sciences, ICAS) который предлагается провести в 2006 году. Осуществляются контакты с организаторами предыдущего конгресса в Токио (ICAS-2001).

Руководство Совета совместно с председателем комиссии Б.Я. Спиваковым подготовило информацию о НСАХ и направило ее в Федерацию европейских химических обществ (ФЕХО) с просьбой о принятии Совета в эту международную организацию. Предварительные переговоры о вступлении НСАХ в ФЕХО проводил О.А. Шпигун на заседании Отделения аналитической химии ФЕХО в сентябре 2001 года в Дортмунде.

Члены комиссии принимали активное участие в работе ИЮПАК, В.П. Колотов как титулярный член Комитета отделения аналитической химии,

П.С. Федотов как ученый секретарь Национального комитета российских химиков.

Регулярно пополняется и публикуется банк данных о международных конференциях 2003 – 2004 гг.

Комиссия по электронно-информационной поддержке НСАХ РАН. Для Web – интеграции в области аналитической химии ведутся работы по созданию корпоративного информационно-поискового портала, цель которого – создать единое информационное поле сообщества российских аналитиков и объединить на систематической основе различные ресурсы Интернета по аналитической химии и смежным дисциплинам. В апреле 2001 г. была опубликована первая версия портала. Разработана детальная структура портала, его дизайн и ряд аспектов сопровождения. Для выборки и систематизации ресурсов Интернета в области аналитической химии разработаны принципы работы поисковой машины второго уровня и начата разработка соответствующего программного обеспечения. Функциональность такой машины заключается в обработке результатов систематических запросов к ряду поисковых систем первого уровня, в синтаксическом и семантическом анализе полученной метаинформации для выбора корневых Интернет-адресов сайтов и загрузке этой информации в базу данных, включая слияние с уже имеющейся там информацией. Для повышения эффективности поддержки портала разработана система распределенного размещения и управления информацией. Система основана на интеграции портала со службой MS Share Point Team Services (SPTS). SPTS был развернут на специальном виртуальном сайте, доступ к которому имеется с домашней страницы портала. Этот сайт является головным для выхода в десятки субсайтов, предназначенных для координации работ как различных подразделений Научного совета по аналитической химии РАН, так и различных организаций России. Для синхронизации данных в пределах портала разработаны хранимые процедуры для MS SQL сервера, поддержка которых возложена на администратора портала.

В текущей версии портала представлены следующие темы:

- организационная структура НСАХ РАН, состав совета, комиссий, рабочих групп и др. Приведена подробная информация о работающих под эгидой НСАХ ассоциациях «Аналитика» и «Экоаналитика»;
- электронная версия книги «Кто есть кто в российской аналитической химии»;
- подробная информация о практически всех имеющихся на сегодняшний день электронных версиях журналов по химии и аналитической химии (более 200);
- ресурсы Интернета по аналитической химии и родственным ей дисциплинам;
- информация о конференциях и семинарах;
- материалы по стандартизации и метрологии, по приборам и оборудованию и многое др.

В 2002 году для портала зарегистрировано новое доменное имя первого уровня: <http://www.rusanalytchem.org>, что должно обеспечить лучшую видимость портала для различных поисковых систем.

Комиссия по хроматографии принимала участие

- в организации Международного симпозиума "100 лет хроматографии" (13 – 18 мая 2003 г., Москва);
- подготовке сборника "100 лет хроматографии";
- подготовке симпозиума, посвященного 100-летию хроматографии, который состоится на XVII Менделеевском съезде по общей и прикладной химии (Казань, 22 – 26 сентября 2003 г.).

Комиссия по рентгеновским методам анализа

- организовала и провела **IV Всероссийскую конференцию по рентгеноспектральному анализу** (25 – 28 июня 2002 г., Иркутск, ИЗК СО РАН, ИГХ СО РАН, Иркутский ГУ);
- участвовала в организации спецвыпуска журнала "X-Ray Spectrometry" (X-Ray Methods in Countries of the Former Soviet Union: V.31, No 3, 2002), посвященного российским работам.

Комиссия по анализу минерального сырья (бюро Научного совета по аналитическим методам Федерального научно-методического центра лабораторных исследований и сертификации минерального сырья).

В состав Совета входят девять секций по химическим, спектральным, ядерно-физическим, рентгеноспектральным, изотопным и пробирным методам, а также гидрохимическая, углехимическая и секция фазового состава.

В течение 2002 года состоялось два заседания Бюро НСАМ.

Были подготовлены и прочитаны доклады:

1. "Радиационный контроль природных вод", Бахур А.Е. (ВИМС), Москва, май 2002 г., курсы повышения квалификации работников Минздрава России.
2. "Методики и аппаратура для радионуклидного анализа природных объектов", Бахур А.Е. (ВИМС), Туапсе, сентябрь 2002 г., курсы повышения квалификации работников Минздрава России.
3. "Стронций-90 в природных водах", Зуев Д.М., Иванова Т.М. (ВИМС), Москва, январь 2002 г., конференция молодых специалистов и ученых ВИМСа, ИМГРЭ, ЦНИГРИ.

Северо-Западное отделение провело две конференции:

18 – 21 июня 2002 года, Санкт-Петербург: I Всероссийская конференция «**Аналитические приборы**». Организаторы: НСАХ РАН, Санкт-Петербургский ГУ, Санкт-Петербургское отделение РХО им. Д.И. Менделеева, Число участников – 350.

8 – 12 июля 2002 г., Санкт-Петербург: 8-ая Международная конференция «**Мессбауэровская спектроскопия и её применения**». Организаторы: Санкт-Петербургский ГУ. Число участников: 123.

Сотрудниками лаборатории Государственных эталонов в области аналитических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и ООО «Мониторинг» в 2002 г. опубликовано около 40 научно-технических статей в периодических изданиях. Под редакцией профессора Л.А. Конопелько выпущено 2-е издание руководства «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», СПб: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002, 141с.

Поволжское отделение организовало:

1 – 2 марта, Саратов: Всероссийская конференция «**III Черкесовские чтения**», посвященная памяти д.х.н., проф. А.И. Черкесова (Саратовский ГУ им. Н.Г. Чернышевского, председатель оргкомитета д.х.н. Р.К. Чернова, участвовало 50 человек).

Опубликован сборник «Проблемы аналитической химии. III Черкесовские чтения». В сборник вошли 86 статей от авторов из Саратова, Астрахани, Москвы, Курска, Нижнего Новгорода, Ростова-на-Дону, Воронежа, Махачкалы. Программа конференции состояла из 6 пленарных докладов, 21 – секционного и 45 стендовых.

23 октября 2002 г., Чебоксары: Республиканская научно-практическая конференция по химии «**Наука в XXI веке**», посвященная 35-летию Чувашского государственного университета и химико-фармацевтического факультету. Организаторы – Чувашский ГУ. Число участников – 55.

Северо-Кавказское отделение организовало и провело

6 – 11 октября, Туапсе: Международный симпозиум "**Разделение и концентрирование в аналитической химии**" (к юбилею академика Ю.А. Золотова) (Министерство образования РФ, МГУ им. М.В. Ломоносова, Кубанский ГУ, ГЕОХИ РАН, ИОНХ РАН, число участников 188).

28 – 30 января, Пятигорск: **57-я региональная конференция по фармации, фармакологии и подготовке кадров** (Пятигорская госфармакадемия, Российская фармацевтическая ассоциация, Академия Естествознания, число участников – 300).

Уральское отделение участвовало в организации

- регионального семинара "**Аналитические приборы фирмы СПЕКТРО**", (Представительство фирмы, 09 – 12 сентября 2002 г., Екатеринбург, 80 участников);
- регионального семинара «**Современные методы химического анализа металлов и сплавов**» (Представительство фирмы CCS SERVICES, Екатеринбург, 26 – 27 ноября 2003 г., ~100 участников);
- 12-ой Российской студенческой научной конференции «**Проблемы теоретической и экспериментальной химии**», посвященной 100-летию со дня рождения профессора В.И. Есафова (Министерство образования РФ, Уральский ГУ, 23 – 26 апреля, Екатеринбург, 120 участников, из них 30 иногородних).
- 2-ой Российской научной конференции «**Проблемы экспериментальной аналитической химии**» (Пермский ГУ, кафедра аналитической химии, Пермь, ~100 участников);
- регулярно проводились консультации работников аналитических лабораторий. Проведены курсы повышения квалификации работников заводских лабораторий (февраль и июнь 2002 г.)
- Издано 5 номеров журнала «Аналитика и контроль», 616 стр.

Уральский НИИ Метрологии в 2002 г провёл следующие мероприятия:

21 – 25 сентября, Екатеринбург: VI Всероссийская научно-практическая конференция «**Метрологическое обеспечение сертификационных испытаний пищевой продукции**» (Госстандарт России, Правительство

Свердловской обл., УНИИМ, УГЭУ, НИИ «Уралпромсертификат», УралТЕСТ, ЦГ СЭН в Свердловской области, Управление государственной хлебной инспекции при Правительстве РФ по Свердловской области, Екатеринбург);

23 – 24 октября, Екатеринбург: **IV Совещание координаторов проведения МСИ пищевой продукции** (УНИИМ), 50 участников.

Принято участие в 9 Всероссийских и международных конференциях, совещаниях и семинарах.

В 2002г. на учебной кафедре «Метрологическое обеспечение испытаний состава и свойств веществ и материалов» УФ АСМС Госстандарта России, деятельность которой обеспечивают ведущие специалисты лаборатории МО КХА УНИИМ, повысили свою квалификацию более 400 специалистов различных направлений. 150 специалистов получили статус «кандидат в эксперты» по аккредитации аналитических лабораторий, испытательных лабораторий пищевой продукции, по аттестации методик выполнения измерений. 10 специалистов подтвердили свое соответствие требованиям, предъявляемым к экспертам по аккредитации аналитических лабораторий. Специализированным советом по сертификации экспертов по аккредитации аналитических лабораторий (центров) им присвоено звание «эксперт по аккредитации аналитических лабораторий».

Действуя в качестве Научно-методического центра в рамках Системы аккредитации аналитических лабораторий (центров) (СААЛ), УНИИМ разработаны требования к внутренним документам Системы СААЛ : Руководству по качеству, Положению и Паспорту аккредитованной лаборатории с учетом требований ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 и серии стандартов ГОСТ Р ИСО 5725.

Проведены работы:

- по контролю за деятельностью органов по аккредитации (ОА) аналитических лабораторий, созданных на базе ВИМС, ЦСМ Республики Башкортостан, Краснодарского ЦСМ, Ростовского ЦСМ, УНПК «АНАЛИТ» (работы проводились с использованием следующих процедур проведения инспекционного контроля: анализ материалов деятельности ОА с выездом эксперта – представителя НМЦС на место; экспертизы пакета документов аккредитованной ОА лаборатории экспертами НМЦС; участия эксперта НМЦС в процедуре проверки (аттестации) лаборатории, проводимой комиссией под представительством эксперта ОА; анализа отчета о деятельности ОА, представленного в НМЦС);
- по расширению области аккредитации ОА, созданного на базе ЦСМ Республики Башкортостан;
- по аккредитации двух организаций в качестве органов по аккредитации аналитических лабораторий: «ТЕСТ-С.-Петербург» и Управления государственного аналитического контроля Госкомэкологии Республики Башкортостан (по поручению Госстандарта России).

Действуя в качестве органа по аккредитации аналитических лабораторий, УНИИМ провел работы по аккредитации 86 аналитических лабораторий (центров); по инспекционному контролю за деятельностью 72 аккредитованных лабораторий и инспекционному контролю с расширением области аккредитации 34 аккредитованных лабораторий; по повторной аккредитации 54 лабораторий.

Сибирское отделение

25 – 28 июня 2002 г., Иркутск: **IV Всероссийская Конференция по рентгеноспектральному анализу** (ИГХ СО РАН, ИЗК СО РАН, Иркутский ГУ, Комиссия по рентгеновским методам анализа НСАХ РАН).

Число участников – 90 из 27 городов России. В работе конференции приняли участие с докладами и стендами 19 представителей 9 иностранных и отечественных фирм и компаний.

12 марта – 23 апреля, Иркутск: **Курсы повышения квалификации по рентгенофлуоресцентному анализу и метрологии аналитической химии** (Иркутский ГУ, Институт геохимии СО РАН. Число участников 11).

31 мая, Новосибирск: Новосибирский аналитический семинар "**Анализ клинических объектов**" (ИНХ СО РАН. Число участников – 40).

31 мая 2001 года в Институте неорганической химии СО РАН состоялось очередное заседание экологической секции Сибирского аналитического семинара на тему "Анализ клинических объектов". В семинаре приняли участие около 40 человек - научных сотрудников институтов СО РАН и СО РАМН, работников клинических и биохимических лабораторий клиник, представителей природоохранных организаций, членов СО НСАХ РАН, студентов и аспирантов Новосибирского ГУ. Диагностическому значению исследований микроэлементного состава крови был посвящен доклад сотрудника Института лазерной спектроскопии В.И. Федорова. С обзором современных методов анализа крови и ее фракций познакомила слушателей О.В. Шуваева. В своем сообщении она рассказала о принципах ряда инструментальных методов, привела их важнейшие характеристики, достоинства и ограничения. Об опыте применения в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН электрохимического, атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного спектрального методов элементного анализа крови и ее фракций рассказали сотрудники ИНХ Н.Ф. Захарчук и Н.Ф. Бейзель и студентка Новосибирского ГУ Е. Полякова. Выступавшие в дискуссии отметили чрезвычайную важность развития методов анализа клинических объектов и широкого их использования для решения диагностических задач, выбора правильной стратегии и контроля хода лечения. Для своевременного обмена информацией по этим вопросам решено сделать подобные семинары регулярными.

Предложения в план работы совета на 2003 г.

Всероссийские конференции, симпозиумы, семинары

8 – 10 апреля, Москва, КВЦ "Сокольники": Конференция "**Аналитика**" (НСАХ РАН, Ассоциации "Аналитика" и "Экоаналитика"). Конференция пройдет в рамках Международной специализированной выставки аналитического оборудования, лабораторной мебели и химических реактивов "Аналитика Экспо-2003".

13 – 18 мая, Москва: Международный симпозиум "**100 лет хроматографии**" (Правительство Москвы, РАН, Научный совет РАН по адсорбции и хроматографии, Научный совет РАН по аналитической химии, Институт физической химии РАН, Институт элементоорганических

соединений РАН). Обращаться: Коломиец Людмила Николаевна, тел.: (095)952-00-65; 955-46-85; Факс: (095)952-00-65; E-mail: sbs2003@ineos.ac.ru

2 – 6 июня, Воронеж: Международный форум "**Аналитика и аналитики**" (РАН, НСАХ РАН, Министерство образования РФ, РХО им. Д.И. Менделеева при участии химических обществ Польши и Чехословакии, Международный образовательный и культурный центр(США), Администрация Воронежской обл., Воронежская ГТА). Обращаться Коренман Яков Израилевич, Суханов Павел Тихонович, тел.: (0732) 550-762; факс: (0932) 554-267, 553-856; E-mail: korenman@vgta.vrn.ru

31 августа – 5 сентября, Гамбург-Геестахт, Германия: **8 Российско-немецко-украинский аналитический симпозиум "АРГУС'2003"**: Обращаться: Prof. B. Neidhart, GKSS-Research Center, Institute for Coastal Research/Physical and Chemical Analysis, Max-Planck-Str. 1, D-21502 Geesthacht; E-mail: bernd.neidhart@gkss.de

9 – 12 сентября, Заречный, пансионат "Зеленый мыс": **16-ая Уральская конференция по спектроскопии** (Уральское отделение НСАХ РАН, УГТУ-УПИ, Ассоциация "Ураланалит", "Техноцентр", ~250 участников).

6 – 10 октября, Санкт-Петербург: V Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды "**Экоаналитика-2003**" с международным участием (НСАХ РАН, Министерство образования РФ, Эколого-аналитическая ассоциация "Экоаналитика", Санкт-Петербургский ГУ, НИТИ им. А.П. Александрова). Обращаться: ученый секретарь Москвин Алексей Леонидович, тел.: (812) 278-94-40; секретари Мухина Елена Анатольевна, Телегина Елена Владиславовна, тел.: (812) 278-94-40; Якимова Нина Михайловна, тел.: (812) 428-40-88, факс: (812) 428-69-39; E-mail: riakon@comset.net

Адрес для переписки: Якимова Нина Михайловна, кафедра аналитической химии, УНЦХ, Университетский проспект, 26, Петродворец, Санкт-Петербург, 198504, Россия.

Комиссия по использованию математических методов в аналитической химии организует

Апрель – май 2003 г., 3 дня, Москва, ГЕОХИ РАН: **3-я Всероссийская конференция «Молекулярное моделирование»** (ГЕОХИ РАН, МГУ, химический факультет). Обращаться – ученый секретарь конференции Жогина Вера Владимировна, тел.: (095) 137-63-71; факс: (095) 938-20-54; E-mail: elkor@geokhi.msk.su

Комиссия по рентгеновским методам анализа планирует для улучшения информационного обеспечения исследований по РСА организовать сайт с информацией, связанной с РСА (РФА, РСМА, аппаратура, возможности исследовательских лабораторий и групп).

Северо-Западное отделение

6 – 8 октября 2003 г., Санкт-Петербург: V Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды "**Экоаналитика-2003**".

октябрь-ноябрь 2003 г., 5 дня, Санкт-Петербург: **Совещание по рентгеновским аналитическим методам контроля** (НПП «Буревестник»; СПбГЭТУ, СПбГУ). Обращаться – Зам. генерального директора по научной работе НПП "Буревестник" – Морозов Владимир Георгиевич, тел.: +7 (812) 528-72-72; факс: +7 (812) 528-66-33; E-mail: bourevestnik@bourevestnik.spb.ru; предполагаемое число участников – 100-150 человек.

Поволжское отделение

23 – 25 июня 2003 г., Саратов: IV Всероссийская конференция молодых ученых «**Современные проблемы теоретической и экспериментальной химии**». (Саратовский ГУ). Обращаться: ученый секретарь – к.х.н. Анна Борисовна Шиповская, тел.: (8452) 51-69-57; 51-69-60; E-mail: mol2003@chem.sgu.ru; Web: <http://chem.sgu.ru/conf/mol2003>

6 – 8 октября, Астрахань: 6-я Международная конференция «**Эколого-биологические проблемы Волги и Северного Прикаспия**» (Астраханский ГУ). Обращаться: Алыков Нариман Мирзоевич, предполагаемое число участников – 100 (~ 25 приезжих).

14-20 октября 2003 г., Астрахань: Симпозиум с международным участием "**Обобщенные показатели качества вод-2003. Биотестирование**". (Астраханский ГУ, Московский ГОУ). Ответственные: Ю.М. Дедков, Н.М. Алыков. Предполагаемое число участников – 100-150.

Уральское отделение " планирует

- продолжить регулярное издание журнала "Аналитика и контроль" и выпустить в 2003 г. пять номеров;
- провести 5 семинаров по проблемам аналитической химии в Екатеринбурге, а также в других городах Уральского региона;
- продолжить консультационную работу, организацию и поведение курсов повышения квалификации аналитиков;
- продолжить индивидуальное обучение современным методам анализа и метрологии сотрудников предприятий в рамках института переподготовки кадров УГТУ-УПИ;
- организовать и провести 16-ую Уральскую конференцию по спектроскопии. Организаторы: Уральское отделение НСАХ РАН, УГТУ-УПИ, Ассоциация "Ураланалит", "Техноцентр" г. Заречный, 9-12 сентября 2003 г., ~250 участников. Место проведения: пансионат «Зеленый мыс»;
- организовать в апреле 2003 г. в Екатеринбурге XIII Всероссийскую студенческую научную конференцию «**Проблемы теоретической и экспериментальной химии**» (Химический факультет Уральского ГУ). Обращаться: ответственный секретарь конференции Сурова Татьяна Викторовна. Тел.(3432)617-553. Факс (3432)557-401. E-mail: Tatyana.Surova@usu.ru, число участников: 150 человек.

Северо-Кавказское отделение

28-31 января 2003 г., Пятигорск: 58-я региональная конференция по фармации, фармакологии и подготовке кадров (Пятигорская госфармакадемия, Российская фармацевтическая ассоциация, Академия Естествознания). **Ответственные за мероприятие:** проректор по НИР Гаврилин Михаил Витальевич, тел.: 8-(87933)-4-55-27; тел/факс: 8-(87933)-2-92-

67; E-mail: pgfa@megalog.ru; проректор по УР Погорелов Виктор Иванович, тел.: 8-(87933)-2-92-66; тел/факс: 8-(87933)-2-31-16; E-mail: pgfa@megalog.ru, предполагаемое число участников: 250-300 человек.

сентябрь-октябрь 2003 г., Пятигорск: Всероссийская конференция по фармации (Пятигорская госфармакадемия, Министерство здравоохранения РФ); **Ответственный за мероприятие:** ректор Вергейчик Евгений Николаевич; тел.: 8-(87933)-4-55-25 и 2-44-74; тел/факс: 8-(87933)-2-92-67; E-mail: pgfa@megalog.ru, предполагаемое число участников: 250 человек.

Сибирское отделение

май 2003 г., Новосибирск: Новосибирский аналитический семинар "Современные методы анализа объектов окружающей среды" (ИНХ СО РАН). Обращаться – Шуваева О.В., тел. (3832) 30-12-59; E-mail: olga@che.nsk.su; Бейзель Н.Ф., тел. (3832) 34-19-65; E-mail: beisel@che.nsk.su.

Предложения в план работы совета на 2004 г.

5 – 8 апреля 2004 г., Москва, Сокольники: Международная специализированная выставка "**AnalyticaExpo-2004**" (КВЦ "Сокольники", Министерство промышленности, науки и технологий РФ, Госстандарт России, Министерство природных ресурсов РФ, ИСХ РАН, ассоциация "Аналитика").

Май 2004 г., Уфа: **6-ая Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа** (Комиссия по электрохимическим методам анализа ИСХ РАН).

Октябрь 2004 г., Москва: Всероссийская конференция "**Аналитика России**", посвященная 100-летию со дня рождения академика И.П. Алимарина (ИСХ РАН).

КНИГИ

Вышли из печати:

1. МЦАИ РАН при поддержке РФФИ подготовлен и выпущен специальный выпуск «Российского химического журнала — ЖРХО им. Д. И. Менделеева» — «Современные проблемы аналитической химии», приуроченный к 70-летию академика Ю.А. Золотова (РХЖ, Т. 46, №4). Номер состоит из двух разделов: химический анализ и аналитический контроль в различных областях науки, техники и производства и новые разработки в аналитическом приборостроении. Выпуск содержит восемнадцать научных статей ведущих ученых в различных областях аналитической химии.
2. Ю.А. Золотов, В.М. Иванов, В.Г. Амелин. **Химические тест – методы анализа**. М.: Едиториал УРСС, 2002. 304 с. Монография посвящена химическим тестам, которые широко используются в экологической, промышленной, клинической, криминалистической сферах, и обеспечивают возможность простого и недорогого качественного, полуколичественного или количественного анализа. Обсуждаются общие характеристики тест-систем: дефиниции, достоинства тестов, их химические основы, изготовление и особенности технических средств, методология использования. Детально описано применение экспресс-тестов во многих областях, указаны разнообразные тест-средства. Библиография насчитывает 691 ссылку, книга включает 89 обобщающих таблиц. Монография рассчитана на специалистов в области химического анализа, экологии, криминалистики, медицины и может быть полезна студентам и аспирантам химических вузов.
3. Ученые России. **Золотов Юрий Александрович**. Ростов н/Д.: Новая книга, 2002. 320 с.: ил. В книге собраны краткие очерки и заметки, написанные Ю.А. Золотовым. Значительную часть книги составляют фотографии, запечатлевшие некоторые фрагменты жизни и деятельности автора.
4. Коллектив авторов кафедры АХ МГУ, под ред. акад. Ю.А. Золотова. **Основы аналитической химии. Задачи и вопросы**. М.: "Высшая школа", 2002. Сборник предназначен для студентов классических, технологических, технических, медицинских, педагогических, сельскохозяйственных университетов.
5. **Новый справочник химика и технолога**. Аналитическая химия. Ч.1. СПб.: АНО НПО "Мир и Семья", 2002. 964 с. Справочник в 2 частях отражает современное состояние, возможности и многообразие методов аналитической химии. В сжатом виде изложены теоретические основы всех ведущих методов анализа, аппаратура и обширнейший обобщенный справочный материал. Рассмотрены области применения, диапазоны определяемых содержаний, пределы обнаружения методов. Значительное внимание уделено анализу объектов окружающей среды.
6. Л.А. Грибов, В.И. Баранов, М.Е. Эляшберг. **Безэталонный молекулярный спектральный анализ. Теоретические основы**. М.: Эдиториал УРСС, 2002. 350 с. В монографии рассматривается теория качественной идентификации и количественного определения индивидуальных веществ и их смесей на основе математических эталонов, получаемых развитыми

методами молекулярного моделирования. Приводится большое число примеров решения конкретных аналитических задач созданными методами. Излагается теория, реализуемая в виде экспертных систем, безэталонного качественного и количественного анализа веществ и смесей различными методами спектроскопии, в частности с временным разрешением. Показывается возможность создания на этой основе спектральных аналитических методов, полностью независимых от использования натуральных и даже математических эталонов. Детально обсуждаются особенности и преимущества такого анализа и алгоритмы его реализации. Книга предназначена для химиков-аналитиков и студентов университетов и аспирантов по специальности "аналитическая химия".

7. Г.К. Будников, В.Н. Майстренко, М.Р. Вяселев. **Основы современного электрохимического анализа**. М.: Мир: Бином ЛЗ, 2003. 592 с. Учебное пособие, в котором изложены теоретические основы методов электрохимического анализа и приведены примеры их использования на практике. Рассмотрены возможности этих методов для решения конкретных задач в химии, диологии, медицине, а также для контроля объектов окружающей среды. Большое внимание уделено новым направлениям – применению импульсных вариантов вольтамперометрии, химически модифицированных электродов, электрохимических сенсоров, методам детектирования определяемых компонентов в потоке. Для студентов, аспирантов и преподавателей химических и химико-технологических специальностей вузов, а также для специалистов, работающих в области аналитической химии и аналитического приборостроения.
8. В.М. Островская, О.А. Запорожец, Г.К. Будников, Н.М. Чернавская. **Вода. Индикаторные системы**. М.: ФГУП ВТИИ, 2002. 265 с. В книге рассмотрены основные индикаторные средства химического и биологического характера для контроля загрязнения воды и водных ресурсов окружающей среды. Описаны перспективы экспрессных методов анализа с использованием широкого ассортимента аналитических готовых микроформ и высокочувствительных тестовых средств и их методы получения. Даны примеры индикаторных полос с компараторами, содержащими цветовые и концентрационные шкалы. Охарактеризованы оптические миниприборы 3-го поколения: малогабаритные и миниатюрные электронные рефлектметры-колориметры, которые обеспечивают более точное тестирование по градуировочным графикам. Для биологической индикации используются разные уровни биологической организации от клеточного до организменного, включая структуру сообществ гидробионтов; их поведение, изменение механизмов биохимических, биосенсорных физиологических и других реакций, отражающих характер трансформированности системы в условиях загрязнения.
9. В.И. Дворкин. **Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа**. М.: Химия, 2001. 263 с. В монографии дано комплексное рассмотрение элементов общей теории измерений (основы общей метрологии), наиболее важных для метрологии методов статистической обработки данных и способов обеспечения качества

химического анализа (химическая метрология). Особое внимание обращено на специфические особенности метрологии количественного химического анализа и способы обеспечения его качества "по конечному результату" — внутрилабораторный контроль и внешнюю оценку качества. Для специалистов в области количественного химического анализа веществ. Может использоваться также в качестве учебного пособия для студентов старших курсов и аспирантов химических вузов.

10. Ю.С. Другов, А.А. Родин. **Экологическая аналитическая химия**. Учебное пособие для вузов. СПб.: Анатолия, 2002. 465 с.
11. Ю.С. Другов, А.А. Родин. **Пробоподготовка в экологическом анализе**. Практическое руководство. СПб.: Анатолия, 2002. 756 с. В моно-графии подробно обсуждаются все способы пробоподготовки, используемые в практической экоаналитике при определении загрязняющих веществ в воздухе, воде, почве, биосредах и продуктах питания. Особое внимание уделено новейшим методам извлечения вредных химических соединений из матрицы — твердофазной микроэкстракции, сверхкритической флюидной экстракции, экстракции в микроволновом поле и экстракции водой в суперкритическом состоянии, а также комбинации этих приемов с дериватизацией целевых компонентов. Монография содержит подробное описание многих стандартных (официальных) методик России, США и стран Европы, предназначенных для определения приоритетных загрязнителей в объектах окружающей среды и биологических пробах.
12. **Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях**. Под ред. Л.А. Конопелько, 2-е изд. СПб: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. 141 с.
13. Э.П. Воронина, А.В. Еремкин, В.А. Михайлов. **Решения творческих экологических задач**. 4 сборника. Чебоксары: Изд. ЧувГУ, 1992 — 2002 гг. Подготовлены сайты пособий. <http://www.chuvsu.ru/education/triz>. Составлен указатель по использованию химических эффектов (реакций и явлений) при решениях творческих задач.. Собраны в четырех учебных пособиях (1992 - 2002) около 200 патентов и технических решений, которые предлагаются учащимся в форме творческих задач в области химии и экологии для освоения современных методов их решения с помощью ТРИЗ (теории решения изобретательских-творческих задач) и пакета программ для ЭВМ.. Собранный объем информации подтверждает полезность ТРИЗ при решениях задач в данной области и позволяет начать обучение ТРИЗ на химфаке университета.

Готовятся к изданию

1. **Аналитическая химия металлов платиновой группы**. Под ред. Ю.А. Золотова, Г.М. Варшал, В.М. Иванова. М.: Эдиториал УРСС, 2003.
2. Ю.А. Золотов. **О химическом анализе и о том, что вокруг него**. М.:2003. 598 с. В книге собраны статьи, доклады, интервью, заметки академика Ю.А. Золотова об истории и нынешнем состоянии химической науки. Основное внимание уделено общим вопросам аналитической химии. Ряд материалов посвящен тем, кто развивал и развивает химию, в том числе выдающимся

специалистам. Интересны также многочисленные очерки о зарубежных поездках автора. Книга будет интересна как профессиональным ученым, аспирантам, студентам, так и всем тем, кто интересуется вопросами истории становления и развития науки.

3. Ю.А. Золотов. **Химики, проявившие себя в других областях.** Талантливый человек во всем талантлив. В книге не только общеизвестные примеры (химик-теоретик Л. Полинг как фармацевт, инженеры-химики М. Тэтчер и Е.А. Фурцева как политические деятели, крупный органик А.П. Бородин как композитор). Многие впервые узнают, что, например, известные поэты и писатели Андрей Белый, Василий Гроссман, Марк Алданов, Владимир Костров – тоже химики, причем В. Гроссман – химик-аналитик. Из химиков вышел и автор замечательной музыки к "Бременским музыкантам" Геннадий Гладков. А В. Оствальд главным делом своей жизни считал не вклад в физическую химию, а в колористику, цветоведение.
4. Ю.С. Другов, А.А. Родин. **Мониторинг органических загрязнений природной среды.** Сборник 500 методик. СПб.: 2003. 800 с.
5. Ю.С. Другов, А.А. Родин. **Экологические анализы при разливах нефти и нефтепродуктов.** Практическое руководство. СПб.: Изд. "Менделеев", 2003. 250 с.

МЕЖДУНАРОДНЫЕ КОНФЕРЕНЦИИ 2003 – 2004 гг.

2003 год

04-08 May 2003 Nashville, TN, USA: **ANTEC (Annual Technical Conference) 2003** (Contact: SPE ANTEC CONFERENCE, Society of Plastics Engineers, P.O. Box 403, Brookfield 06804-0403, CT, USA. Tel.: +1-203-740-5458, Fax: +1-203-775-8490, E-mail: lamcdougal@4spe.org, <http://4spe.org/CONF1.HTML>)

13-18 May 2003 Moscow, Russia: **100 Years of Chromatography. 3rd International Symposium on Separations in BioSciences (SBS'03)** (Contact: Symposium Chairman: Prof. V. Davankov, E-mail: davank@ineos.ac.ru, Symposium secretariat: Dr. L. Kolomiets, Institute of Physical Chemistry, Moscow 119991, Leninsky Prosp. 31, Russia. Tel./Fax: +7-095-952-0065, E-mail: kolom@phyche.ac.ru)

18-22 May 2003 Las Vegas, Nevada, USA: **The 26th International Symposium on Capillary Chromatography and Electrophoresis** (Contact: Liza Hanson, Chromatography Conferences; Tel.: +1-801-856-4240; Fax: +1-801-729-1013; E-mail: liza_h_cce@yahoo.com <http://chemwww.byu.edu/cce2003/>)

01-04 June 2003 Ottawa, Canada: **ICASS 2003 - The 49th International Conference on Analytical Sciences and Spectroscopy** (Contact: Nimal De Silva, Carleton University, Department of Chemistry, Ottawa, Ontario K1S 4B6, Canada. Tel.: +613-520-2600, +613-520-2338; Fax: +613-520-3749, +613-520-2569; E-mail: ndesilva@ccs.carleton.ca, <http://www.icass2003.ca>)

02-06 июня 2003 Воронеж, Россия: **I Международный форум «Аналитика и аналитики»** (Секретариат: Яков Израильевич Коренман, Павел Тихонович Суханов, 394000, Воронеж, просп. Революции, 19, Технологическая академия. Тел.: 0732-55-07-62 (09:00-15:00, рабочие дни), 52-11-60 (16:00-20:00, ежедневно), факс: (0732)55-42-67, 55-38-56, E-mail: korenman@vgta.vrn.ru, <http://www.vgta.vrn.ru>)

09-11 June 2003 Rovaniemi, Finland: **Geoanalysis 2003** (Contact: Lars-Martin Westerberg, Geological Survey of Finland, P.O. Box 1237, Kuopio FIN-70211, Finland. Tel.: +358-20-550-3670; Fax: +358-20-550-11; E-mail: lars.westerberg@gsf.fi <http://www.gsf.fi/geoanalysis2003/>)

10-13 June 2003 Gæteborg, Sweden: **Analytical Days** (Contact: Monika Edström, The Swedish Chemical Society/The Analytical Division, Wallingatan 24, Stockholm 111 24, Sweden. Tel.: +46-8-411-5280; Fax: +46-8-10-6678; E-mail: monika@chemsoc.se, <http://www.chemsoc.se/sidor/KK/anadag/asdag.htm>)

22-25 June 2003 Paisley, Scotland: **1st International Symposium on Nanotechnology in Construction** (Contact: Pavel Trtik, ACM Centre – Nanocom, School of Engineering and Sciences University of Paisley, Paisley, Scotland PA1 2BE, UK. Tel.: +44-(0)-141-848-3247; Fax: +44-(0)-141-848-3275; E-mail: pavel.trtik@paisley.ac.uk, <http://www.nanocom.org>, основные направления: Nanoscale characterisation and test methods for construction materials Nanotechnology and non-destructive testing including in-situ tests Nanofabrication techniques Nanoparticles/nanofibres, properties and applications Nanotechnology in development of new materials (ceramics, composites) Modelling of behaviour of construction materials on micro/nanoscale Prospects

and future national, regional and global developments concerning nanotechnology in construction)

01-04 July 2003 Guildford, UK: **15th International Bioanalytical Forum** (Contact: Mrs. G. Caminow, Chromatographic Society, Clarendon Chambers, 32 Clarendon Street, Nottingham NG1 5JD UK. Tel.: +44-(0)-115-950-0596, Fax: +44-(0)-115-950-0614, E-mail: 106056.276@compuserve.com, <http://www.chromsoc.demon.co.uk/>, основные направления: Drug analysis biofluids, method development, HPLC-MS, validation, sample preparation)

06-11 July 2003 Montreal, Canada: **New Materials for Electrochemical Systems: 5th International Symposium** (Contact: O. Savadogo, Bureau des Congres Universitaires - New Materials, 6600 Cote-des-Neiges, suite 215, Montreal (Quebec) H3S 2A9, Canada. Tel.: +1-(514)-340-3215, Fax: +1-(514)-340-4440, E-mail: newmat@congresbcu.com, <http://www.newmaterials.polymtl.ca>, основные направления: Fuel cells, advanced primary and secondary batteries, electrochemical supercapacitors, electrolytic and electrosynthesis systems, sensor systems, photoelectrochemical systems, elaboration and characterisation, systems integration, commercial aspects)

13-18 July 2003 Gdansk, Poland: **28th International Symposium on Macrocyclic Chemistry** (Contact: Professor Jan F. Biernat, Gdansk University of Technology, Department of Chemical Technology, ul. G. Narutowicza 11-12, Gdansk 80-952, Poland. Tel.: +48-058-347-1056; E-mail: ismc@chem.pg.gda.pl, <http://www.technologia.gda.pl/ISMC2003/home.html>)

15-18 July 2003 Kanazawa, Japan: **The 3rd International Conference on Ion Exchange (ICIE'03)** (Contact: Dr. Y. Komatsu, Department of Environmental Systems Engineering, Faculty of Engineering, Kanazawa Institute of Technology, 7-1 Ohgigaoka, Nonoichi, Ishikawa 921-8501, Japan. Tel: +81-76-248-9216, Fax: +81-76-294-6736, E-mail: ykomatsu@neptune.kanazawa-it.ac.jp)

21-23 July 2003 Sunderland, UK: **Analytical Research Forum** (Contact: Diana Hort, Royal Society of Chemistry, UK; E-mail: hordt@rsc.org, <http://www.rsc.org/science/analytical.htm>)

06-11 September 2003 Podbanske, Slovakia: **SIS03 Separation of Ionic Solutes** (Contact: Fedor Macasek, Comenius University, Faculty of Natural Sciences, Mlynska dolina CH-1, Bratislava SK-84215, Slovakia. Tel.: +421-2-6029-6308, Fax: +421-2-6542-4685, E-mail: macasek@fns.uniba.sk, <http://www.fns.uniba.sk/~kjd/sis03.htm>, основные направления: chemical separation of ionic and ionogenous compounds, chromatography, solvent extraction, electrophoresis)

10-12 September 2003 Harrogate, UK: **Particle Systems Analysis 2003** (Contact: Ron Buxton, Secretary – PCIG, Particle Technology Ltd, Station Yard Ind Estate, Hatton, Derbys DE65 5DU, United Kingdom. Tel.: +44-(0)-1283-520-365; Fax: +44-(0)-1283-520-412; E-mail: ron@psa2003.com, <http://www.psa2003.com>, основные направления: The creation, characterisation and handling of aptriculates from nano-scale, via proteins and colloids, to aggregated and packed structures)

12-16 September 2003 Kastoria, Greece: **International Conference of Computational Methods in Sciences and Engineering (ICCMSE 2003)** (Contact:

Helen Rallis, Secretary of ICCMSE, University of Peloponnese, 26 Menelaou Street, Amfitheia Paleon Faliron, Athens GR-175 64, Greece. Tel.: +30210-94-20-091; Fax: +30210-94-20-091; E-mail: iccmse@uop.gr, <http://www.uop.gr/~iccmse/>, основные направления: Computational mathematics, Computational physics, Computational chemistry, Computational engineering, Computational mechanics, Computational finance, Computational medicine, Computational biology, Computational economics, High performance computing, Mathematical Methods in Sciences and Engineering, Industrial Mathematics, etc.)

14-17 September 2003 Southampton, UK: **Electrochem'2003** (Contact: John Owen, University of Southampton, Department of Chemistry, Highfield Southampton SO17 1BJ, UK. Tel.: +44-(0)-23-8059-2184, Fax: +44-(0)-23-8059-3781, E-mail: J.R.Owen@soton.ac.uk, <http://www.rsc.org/lap/rsccom/dab/fara005.htm>)

16-20 September 2003 Lisbon, Portugal: **New Trends in Molecular Electrochemistry and XII Meeting of the Portuguese Electrochemical Society** (Contact: Armando Pombeiro, Complexo I, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, Lisbon 1049-001, Portugal. Tel.: +351-21-841-9237/5, Fax: +351-21-846-4455/7, E-mail: pombeiro@ist.utl.pt, <http://dequim.ist.utl.pt/acl-spe>)

14-17 September 2003 Sile – Istanbul, Turkey: **2nd Black Sea Basin Conference on Analytical Chemistry** (Contact: Prof. Dr. Güksel Akcin, Yildiz Technical University, Faculty of Art and Science Department of Chemistry Davutpasa Caddesi No:127, 34210 Davutpasa, Istanbul, Turkey. Tel.: +90212-449-1831, Fax: +90212-449-1832, E-mail: akcin@yildiz.edu.tr, <http://www.kml.yildiz.edu.tr/analytical/2bbcac.htm>)

22-26 September 2003 Chamonix, Mont Blanc, France: **International Congress on X-Ray Optics and Microanalysis** (Contact: Alexandre Simionovici, ICXOM XVII, ESRF, P.O. Box 220, Grenoble FR-38043, France. Tel.: +33-47-688-2346; Fax: +33-47-688-2542; E-mail: icxom@esrf.fr, <http://www.esrf.fr/Conferences/ICXOM>)

23-27 September 2003 Thessaloniki, Greece: **3rd International Conference on Instrumental Methods of Analysis – Modern Trends and Applications (IMA 2003)** (Contact: John Stratis, University of Thessaloniki, Department of Chemistry, Lab. of Analytical Chemistry, Aristotle University of Thessaloniki, Thessaloniki Center, Thessaloniki GR-54124, Greece. Tel.: +3023-1099-7843; Fax: +3023-1099-7719; E-mail: ima2003thes@chem.auth.gr, <http://www.chem.auth.gr/activities/IMA2003>)

28 September – 01 October 2003 Vancouver, Canada: **Gold 2003** (Contact: Technical Programme Coordinator Gold 2003, Organisation World Gold Council, 45 Pall Mall, London SW1Y 5JG, UK. Tel.: +44-(0)-20-7930-5171, Fax: +44-(0)-20-7839-6561, E-mail: gold2003@gold.org, <http://www.gold2003.org>, основные направления: Gold catalysis, chemistry, nanotechnology, materials Main speakers: Haruta, Pyykko, Hashmi, Freund, Hutchings, Schmidbaur, Cortie, Ellis)

05-10 October 2003 Berlin, Germany: **10th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis** (Contact: E-mail: eacasia03@bam.de, <http://www.bam.de/ecasia03.htm>)

10-12 October 2003 Changchun, Jilin, China: **9th International Seminar on Electroanalytical Chemistry** (Contact: Professor Erkang Wang, Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Changchun Jilin

130022, China. Tel.: +86-431-526-2101, Fax: +86-431-568-9711, E-mail: ckwang@ciac.jl.cn, <http://www.ciac.jl.cn/isecc>)

12-17 October 2003 Orlando, FL, USA: **204th Meeting of the Electrochemical Society** (Contact: Brian E. Rounsavill, CAE (Director of Meetings), The Electrochemical Society, Inc., 10 South Main Street, Pennington, NJ, USA. 08534-2896. Tel.: +1-609-737-1902, Fax: +1-609-737-2743, E-mail: ecs@electrochem.org, <http://www.electrochem.org/meetings/205/meet.html>)

21-23 October 2003 Hanoi, Vietnam: **10th Asian Chemical Congress (10ACC 2003) and 8th Eurasia Conference on Chemical Sciences (EuAsC₂S-8)** (Contact: Prof. Dr. Huynh Van Trung, Chemical Society of Vietnam, 2, Pham-Ngu-Lao Str., Hanoi, Vietnam. Tel./Fax: 84-4-826-7498, E-mail: CSV@netnam.vn)

22 October 2003 Brunel, UK: **Microanalytical Forum** (Contact: Louise Dixon; Fax: +44-(0)-20-8943-2624, <http://www.rsc.org/lap/rsccon/dab/ana008.htm>)

04-06 November 2003 Jerusalem, Israel: **2nd International Conference on Metrology Trends and Applications in Calibration and Testing Laboratories** (Contact: Conference secretariat: ISAS International Seminars, P.O. Box 34001, Jerusalem 91340, Israel. Tel.: +972-2-652-0574, Fax: +972-2-652-0558, E-mail: confer@isas.co.il, congress@isas.co.il, <http://www.isas.co.il/metrology2003>)

07-13 December 2003 Merida, Venezuela: **12th International Conference on Flow Injection Analysis including related techniques (12th ICFIA)** (Contact: Prof. Jose L. Burguera, E-mail: burguera@cienc.ula.ve; Prof. Koos van Staden, E-mail: KoosvanStaden@chem.up.ac.za, <http://www.up.ac.za/academic/chem/analytical/12ICFIA.html>)

27-29 December 2003 Indore, India: **International Congress of Chemistry and Environment (ICCE –2003)** (Contact: Dr. Shankar Lal Gargh, International Congress of Chemistry and Environment, Sector-A, House 180, Scheme N54, A.B. Road, Vijayna, opposite State Bank of Indore, INDORE 452010, India. Tel.: +91-731-552-837, Fax: +91-731-204-000, E-mail: sgargh@yahoo.com, <http://www.chemenviron.com>, основные направления: Prevention of Environmental disasters and environment management – all topics of chemistry and environment)

2004 год

04-06 February 2004 Bruges, Belgium: **8th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Hyphenated Chromatographic Analyzers (HTC-8)** (Contact: Robert Smits, Ordibo bvba, Lucas Henninckstraat 18, Atn. HTC Congress Secretariat, Wilrijk (Antwerp) B-2610, Belgium. Tel.: +32-58-523-116, Fax: +32-58-514-575; E-mail: htc@ordibo.be <http://www.ordibo.be/htc>)

07-12 March 2004 Chicago, USA: **The Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy (Pittcon'2004)** (Contact: 300 Penn Center Boulevard, Suite 332, Pittsburgh 15235-5503, PA, USA. Tel.: 412-825-3220, <http://www.pittcon.org>)

25-29 April 2004 Chicago, IL, USA: **ANTEC (Annual Technical Conference) 2004** (Contact: SPE ANTEC CONFERENCE, Society of Plastics Engineers, P.O. Box 403,

Brookfield, CT, USA. 06804-0403. Tel.: +1-203-740-5458, Fax: +1-203-775-8490, E-mail: lamcdougal@4spe.org, <http://4spe.org/CONF1.HTML>)

02-06 May 2004 Florence, Italy: **15th International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis (PBA 2004)** (Contact: Sergio Pinzauti, Dept. Pharmaceutical Sciences, University of Florence, Via G. Capponi 9, Florence 50121, Italy. Fax: +39-055-240-776, E-mail: pinz@farmfi.scifarm.unifi.it, <http://www.pba.2004.com>, основные направления: Analysis in Pharmaceutical Chemical R & D and Physicochemical Characterisations Preclinical and Clinical Bioanalysis Functional Genomics and Proteomics High Throughput in Drug Analysis Separation Science Spectroscopy Electroanalysis Analysis of Natural Products Drug Binding Analysis Therapeutic Drug Monitoring and Doping Control Immunochemical-based Technologies Analytical Biotechnology Analytics in Combinatorial Chemistry Chemometrics Method Validation and Regulatory Issues)

05-08 May 2004 Beijing, China: **XI International Symposium on Luminescence Spectrometry in Biomedical and Environmental Analysis – Spectroscopic and Imaging Detection Techniques** (Contact: 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)

09-14 May 2004 San Antonio, TX, USA: **205th Meeting of the Electrochemical Society** (Contact: Brian E. Rounsavill, CAE (Director of Meetings), The Electrochemical Society, Inc., 10 South Main Street, Pennington, NJ, USA. 08534-2896. Tel.: +1-609-737-1902, Fax: +1-609-737-2743, E-mail: ecs@electrochem.org, <http://www.electrochem.org/meetings/205/meet.html>)

23-26 May 2004 Baltimore, USA: **17th International Symposium, Exhibit & Workshops on Preparative/Process Chromatography, Ion Exchange, Adsorption/Desorption Processes & Related Separation Techniques (PREP-2004)** (Contact: Janet Cunningham, Barr Enterprises, P.O. Box 279, Walkersville, MD 21793, USA. Tel. +301-668-6001, Fax: +301-668-4312; E-mail: janetbarr@aol.com, <http://www.prepsymposium.org>)

06-10 June 2004 Galway, Ireland: **ESEAC 2004** (Contact: Donal Leech, NUI Galway, Department of Chemistry, University Road, Galway, Ireland. Tel.: +353-9151-2149, Fax: +353-9151-2523; E-mail: donal.leech@nuigalway.ie, <http://www.nuigalway.ie/eseac2004/>, основные направления: Electroanalysis, Sensor Technology, Miniaturisation, Biotechnology, Surface Chemistry)

12-14 June 2004 Philadelphia, PA, USA: **28th International Symposium & Exhibit on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques** (Contact: Janet Cunningham, Barr Enterprises, P.O. Box 279, Walkersville, MD 21793, USA. Tel.: +1-301-898-3772, Fax: +1-301-898-5596, E-mail: Janet-barr@aol.com)

04-07 July 2004 Graz, Austria: **Trends in Sample Preparation 2004** (Contact: Thomas Wenzl, Inst. f. Analytical Chemistry, Technikerstr 4, Graz 8010, Austria. Tel.: +43-316-873-8301, Fax: +43-316-873-8304, E-mail: trisp@analytchem.tugraz.ac.at <http://www.analytchem.tugraz.at>)

06-10 September 2004 Madrid, Spain: **Euroanalysis XIII** (Contact: Viajes Iberia Congresos, c/San Bernardo, 20, Madrid, E-28015, Spain. Tel.: +34-91-531-9449,

Fax: +34-91-532-4543, E-mail: congresos.madrid@viajesiberia.com,
<http://www.euroanalysis13.com>)

03-08 October 2004 Honolulu, Hawaii, USA: **206th Meeting of the Electrochemical Society** (Contact: Brian E Rounsavill, CAE (Director of Meetings), The Electrochemical Society, Inc., 10 South Main Street, Pennington, NJ, USA. 08534-2896. Tel.: +1-609-737-1902, Fax: +1-609-737-2743, E-mail: ecs@electrochem.org, <http://www.electrochem.org/meetings/206/meet.html>)

СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДПРИЯТИЙ И ФИРМ

1. Азовский НИИ рыбного хозяйства, г. Ростов-на-Дону
2. Архангельский ГТУ, кафедра ТиПХ – Архангельский государственный технологический университет, кафедра
3. Башкирский ГУ – Башкирский государственный университет, г. Уфа
4. ВИМС – Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья, г. Москва
5. ВНИИМС – Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы Госстандарта РФ, г. Москва
6. Волгоградский ПУ – Волгоградский политехнический университет
7. Воронежская ГТА – Воронежская государственная технологическая академия
8. ВУРХБЗ – Военный университет радиационной, химической и биологической защиты, г. Москва
9. Гематологический научный центр РАМН, г. Москва
10. ГЕОХИ РАН – Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, г. Москва
11. ГИРЕДМЕТ – Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности, г. Москва
12. ГНУ "ВНИИПБТ" – Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии, г. Москва
13. Госкомсанэпиднадзор МЗ РФ, г. Москва
14. ГосНИИГА – Государственный научно-исследовательский институт гражданской авиации
15. ГОУ УГТУ-УПИ – Уральский государственный технологический университет – Уральский политехнический институт, г. Екатеринбург
16. Гохран России, г. Москва
17. Дальневосточный ГУ – Дальневосточный государственный университет, г. Владивосток
18. ЗАО "Ормет", г. Орск
19. ЗАО "Технолинк", г. Санкт-Петербург
20. ЗАО "Экрос", г. Санкт-Петербург
21. ЗАО «Защита»
22. ЗАО «Рестер», г. Ижевск
23. ЗАО БиоХимМак СТ, г. Москва
24. ИАнП РАН – Институт аналитического приборостроения РАН, г. Санкт-Петербург
25. Ивановский ГХТУ – Ивановский государственный химико-технологический университет, кафедра аналитической химии (АХ)
26. ИВТЭ УрО РАН, лаборатория ФХМА – Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, лаборатория физико-химических методов анализа, г. Екатеринбург
27. ИГЕМ РАН – Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, г. Москва
28. ИГХ СО РАН – Институт геохимии СО РАН им. А.П. Виноградова, г. Иркутск
29. ИЗК СО РАН – Институт земной коры СО РАН, г. Иркутск
30. ИК СО РАН – Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск

31. ИНБИ им. А.Н. Баха РАН, лаборатория иммунобиохимии – Институт биохимии им. А.Н. Баха, г. Москва
32. Институт медицины труда РАМН, г. Москва
33. Институт рентгеновской оптики, г. Москва
34. Институт химии ДВО РАН, г. Владивосток
35. Институте монокристаллов НАН Украины, г. Харьков
36. ИНХ СО РАН – Институт неорганической химии СО РАН, аналитическая лаборатория, лаборатория химии экстракционных процессов (ХЭП), г. Новосибирск
37. ИНХС РАН – Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, г. Москва
38. ИНЭОС РАН – Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова, г. Москва
39. ИОНХ РАН – Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, г. Москва
40. ИПМ УрО РАН – Институт прикладной механики УрО РАН, г. Ижевск
41. ИПТМ РАН – Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, п. Черноголовка Московской обл. (в том числе лаборатория ядерно-физических и масс-спектральных методов анализа (ЯФ и МСМА))
42. ИПЭЭ РАН – Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, г. Москва
43. Иркутский ГУ, НИИ прикладной физики – Иркутский государственный университет
44. Иркутский ГУ, химический факультет
45. ИФАВ РАН – Институт физиологически активных веществ РАН, п. Черноголовка Московской обл.
46. ИФТТ РАН – Институт физики твердого тела РАН, п. Черноголовка Московской обл.
47. ИХВВ РАН – Институт химии высокочистых веществ РАН, г. Нижний Новгород
48. ИХТТ УрО РАН – Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург – лаборатория физико-химических методов анализа (ФХМА)
49. ИЭТП – Институт эколого-технологических проблем, г. Москва
50. ИЯИ РАН – Институт ядерных исследований РАН, г. Москва
51. Казанский ГТУ – Казанский государственный технологический университет
52. Казанский ГУ – Казанский государственный университет (кафедры аналитической химии (АХ), кафедра неорганической химии (НХ))
53. Красноярский ГУ кафедра АХ – Красноярский государственный университет
54. КТИГЭП СО РАН – Конструкторско-технологический институт геофизического и экологического приборостроения, г. Новосибирск
55. Кубанский ГТУ – Кубанский государственный технический университет, г. Краснодар
56. Кубанский ГУ, кафедра АХ – Кубанский государственный университет, г. Краснодар
57. Курский ГПУ – Курский государственный педагогический университет
58. Московский ГОУ – Московский государственный областной университет

59. МГУ — Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, кафедры аналитической химии (АХ), химической энзимологии (ХЭ), радиохимии)
60. МЦАИ РАН — Межведомственный центр аналитических исследований по проблемам физики, химии и биологии при Президиуме РАН, г. Москва
61. Нижегородский ГУ, НИИ химии — Нижегородский государственный университет
62. НИИ проблем охраны труда, г. Москва
63. НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина РАМН, г. Москва
64. НИИ электронных материалов, г. Владикавказ
65. НИИ ядерной физики при Томском ПУ
66. НИИ химии ННГУ — НИИ химии Нижегородского государственного университета
67. НИФХИ им. Л.А. Карпова — Научно-исследовательский физико-химический институт, г. Москва
68. Новосибирский ИОХ СО РАН — Новосибирский институт органической химии
69. НПАЦ "Эколан" — Научно-производственный и аналитический центр "Эколан", г. Москва
70. НПК "Югцветметавтоматика" — Научно-производственный комплекс "Югцветметавтоматика", г. Владикавказ
71. НПО "Спектрон" — Научно-производственное объединение "Спектрон", г. Санкт-Петербург
72. НПО «Тайфун» — Научно-производственное объединение "Тайфун", г. Обнинск
73. НПП «Буревестник» — научно-производственное предприятие "Буревестник", г. Санкт-Петербург
74. Научно-техническое предприятие "ТЭТРОС"
75. ОАО "Межрегиональное НПО "Полиметалл"
76. ОАО "Уралредмет", г. Екатеринбург
77. ОАО «Биохимик», г. Саранск
78. ОИГГиМ СО РАН — Объединенный институт геологии, геофизики и минералогии, г. Новосибирск
79. Омский ГУ — Омский государственный университет
80. ООО "Мониторинг", г. Санкт-Петербург
81. Пятигорская ГФА — Пятигорская государственная фармацевтическая академия
82. РНИИЦНЧС МЗ РФ
83. Ростовский ГУ, кафедра АХ — Ростовский государственный университет, г. Ростов-на-Дону
84. РХТУ им. Д.И. Менделеева, кафедра АХ — Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, г. Москва
85. Самарский ГУ — Самарский государственный университет
86. СПбГУ — Санкт-Петербургский государственный университет, кафедры аналитической химии (АХ), радиохимии
87. СПбГУ, НИИ физики им. В.А. Фока, лаборатория ультрамягкой рентгеновской спектроскопии
88. Санкт-Петербургский ГУ, НИИ химии, лаборатория ионометрии, лаборатория газовой хроматографии (ГХ)

89. Саратовский ГАУ – Саратовский государственный аграрный университет
90. Саратовский ГТУ, кафедра химии – Саратовский государственный технический университет
91. Саратовский ГУ – Саратовский государственный университет, кафедры аналитической химии и химической экологии (АХ и ХЭ), общей и неорганической химии (ОНХ)
92. СВРХБЗ – Саратовский военный институт радиационной и химической безопасности
93. Северо-Осетинский ГУ им. К.Л. Хетагурова – Северо-Осетинский государственный университет, г. Владикавказ
94. СКБ АП ПО "Маяк", г. Озерск
95. Сочинский ФАЭУ – Сочинский Федеральный академический экологический университет
96. Томский ГУ, кафедра АХ – Томский государственный университет
97. Томский ПУ – Томский политехнический университет, кафедра физической и аналитической химии (ФАХ), лаборатория 504
98. Уральский ГУ, кафедра АХ, - Уральский государственный университет. г. Екатеринбург
99. Уральский ГЭУ – Уральский государственный экономический университет, г. Екатеринбург
100. Уральский НИИ метрологии, г. Екатеринбург
101. Уральским НИИ технологии медицинских препаратов, г. Екатеринбург
102. ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" – Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д.И. Менделеева, г. Санкт-Петербург
103. ФГУП Уральский электрохимический комбинат, г. Екатеринбург
104. ЦАЛ ОАО «МЕЧЕЛ», Челябинский МК – Челябинский металлургический комбинат
105. ЦНИГРИ – Центральный научно-исследовательский геолого-разведочный институт цветных и благородных металлов, г. Москва
106. ЦНИИГЕОЛНЕРУД – Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых, г. Казань
107. Чувашский ГУ – Чувашский государственный университет, г. Чебоксары
108. ЮГУГП "Южгеология", г. Ростов-на-Дону