

## **ОТЧЕТ НСАХ РАИ ЗА 2004**

# СОДЕРЖАНИЕ

<b>ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ</b> .....	<b>6</b>
<i>ИССЛЕДОВАНИЕ РАВНОВЕСИЙ И СИНТЕЗ НОВЫХ РЕАГЕНТОВ</i> .....	<b>6</b>
<i>ОРГАНИЗОВАННЫЕ СРЕДЫ В АНАЛИЗЕ</i> .....	<b>6</b>
<i>МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА; РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА</i> .....	<b>7</b>
<i>МАТЕМАТИЗАЦИЯ И АВТОМАТИЗАЦИЯ</i> .....	<b>14</b>
<i>ПРОБООТБОР И ПРОБОПОДГОТОВКА</i> .....	<b>18</b>
<b>МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ</b> .....	<b>19</b>
<i>Методы обнаружения и идентификации</i> .....	<b>19</b>
<i>Методы разделения и концентрирования</i> .....	<b>21</b>
<i>СОРБЦИЯ</i> .....	<b>21</b>
<i>ЭКСТРАКЦИЯ</i> .....	<b>24</b>
<i>ДРУГИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>26</b>
<i>ТИТРИМЕТРИЯ</i> .....	<b>28</b>
<i>КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>29</b>
<i>БИОХИМИЧЕСКИЕ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА</i> .....	<b>29</b>
<i>ТЕСТ-МЕТОДЫ</i> .....	<b>31</b>
<i>ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>33</b>
<i>ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ (В ТОМ ЧИСЛЕ ИОНОМЕТРИЯ)</i> .....	<b>33</b>
<i>ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ И ПОЛЯРОГРАФИЯ (ВКЛЮЧАЯ ИНВЕРСИОННЫЙ ВАРИАНТ)</i> .....	<b>35</b>
<i>КУЛОНОМЕТРИЯ</i> .....	<b>40</b>
<i>ХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ</i> .....	<b>40</b>
<i>АНАЛИЗ В ПОТОКЕ</i> .....	<b>44</b>
<i>ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>46</b>
<i>ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ</i> .....	<b>46</b>
<i>ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ</i> .....	<b>46</b>
<i>ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ</i> .....	<b>47</b>
<i>ХРОМАТО-МАСС СПЕКТРОМЕТРИЯ</i> .....	<b>47</b>
<i>ИНЫЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>48</b>
<i>КАПИЛЛЯРНЫЙ ЭЛЕКТРОФОРЕЗ</i> .....	<b>48</b>
<i>СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>49</b>
<i>МЕТОДЫ АТОМНОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА</i> .....	<b>49</b>
<i>МЕТОДЫ МОЛЕКУЛЯРНОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА</i> .....	<b>51</b>
<i>МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ</i> .....	<b>54</b>
<i>РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ</i> .....	<b>56</b>
<i>МЕТОДЫ ЛОКАЛЬНОГО АНАЛИЗА И АНАЛИЗА ПОВЕРХНОСТИ</i> .....	<b>61</b>
<i>ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА</i> .....	<b>61</b>
<b>АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ</b> .....	<b>63</b>
<b>АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ</b> .....	<b>65</b>
<i>НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i> .....	<b>65</b>
<i>БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ</i> .....	<b>69</b>
<i>ПРИРОДНЫЕ И СИНТЕТИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ ВЕЩЕСТВА, ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ, ПОЛИМЕРЫ</i> .....	<b>71</b>
<i>БИОЛОГИЧЕСКИЕ И МЕДИЦИНСКИЕ ОБЪЕКТЫ, ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ</i> .....	<b>75</b>
<i>ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И КОРМА</i> .....	<b>78</b>
<i>ОБЪЕКТЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ</i> .....	<b>80</b>

Воздух .....	81
ПРИРОДНЫЕ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ И ПИТЬЕВЫЕ ВОДЫ.....	82
ТВЕРДЫЕ ОБЪЕКТЫ .....	85
РАСТИТЕЛЬНОСТЬ И БИОСРЕДЫ.....	86
ПРИБОРЫ.....	87
<b>СПЕЦИАЛЬНЫЕ ОБЪЕКТЫ АНАЛИЗА (ТОКСИЧНЫЕ, РАДИОАКТИВНЫЕ, ВЗРЫВЧАТЫЕ, ЛЕГКОВОСПЛАМЕНЯЮЩИЕСЯ ВЕЩЕСТВА, КОСМИЧЕСКИЕ ОБЪЕКТЫ И Т.П. ....</b>	<b>88</b>
<b><u>НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ.....</u></b>	<b><u>89</u></b>
<b>НАУЧНЫЙ СОВЕТ РАН ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ (2005 – 2009 ГГ).....</b>	<b>89</b>
СОСТАВ СОВЕТА .....	89
БЮРО СОВЕТА .....	92
ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ СОВЕТА .....	93
СТРУКТУРА СОВЕТА.....	94
<b>ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА В 2004 Г. ....</b>	<b>96</b>
<b>ПРЕДЛОЖЕНИЯ В ПЛАН РАБОТЫ СОВЕТА НА 2005 – 2009 ГГ. ....</b>	<b>107</b>
<b><u>КНИГИ .....</u></b>	<b><u>110</u></b>
<b><u>КОНФЕРЕНЦИИ .....</u></b>	<b><u>112</u></b>
<b><u>СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДПРИЯТИЙ И ФИРМ, ПРИСЛАВШИХ МАТЕРИАЛЫ В ОТЧЕТ .....</u></b>	<b><u>119</u></b>

## ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

### *Исследование равновесий и синтез новых реагентов*

В **Архангельском ГТУ** разработаны методики расчета констант ионной ассоциации и концентраций ионных ассоциатов в растворах несимметричных электролитов, создано соответствующее программное обеспечение. Определены константы ионной ассоциации феррицианида и ферроцианида калия, установлен состав наиболее реакционноспособных форм гексацианоферратов, предложена схема редокс-превращений фенолов при взаимодействии с окислительно-восстановительной системой феррицианид – ферроцианид. Изучено влияние макромолекулярных свойств на редокс-свойства нативных и технических лигнинов.

В **Кубанском ГТУ** разработана математическая модель процесса образования в растворе трех комплексов: биядерного, монолигандного и билигандного. Изучены закономерности изменения разностного рН-потенциметрического аналитического сигнала в растворе тетрабората натрия в присутствии полисахаридов и сахаров. Предложенная модель хорошо согласуется с экспериментальными данными.

В **Уральском ГУ** исследованы N-арил-3-аминопропионовые кислоты (антраилопропионовая и др.) – перспективные реагенты на медь. Изучены протолитические равновесия и комплексообразование, определены константы равновесия и проведено рентгеноструктурное исследование комплекса меди(II).

На **кафедре НАХ Удмуртского ГУ** изучено комплексообразование хрома(III) с рядом оксикарбоновых кислот и комплексонов (как в квазидвойных, так и в тройных системах типа хром – аминокислота – комплексон); рассчитаны константы равновесий и исследована кинетика процессов.

На **кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ совместно с Саратовским ГМУ** изучено поведение тетрахлолопалладата (II) калия в средах, моделирующих биологические жидкости, методами квантовой химии исследованы реакции замещения воды и гидроксония на хлорид-ион. На примере взаимодействия палладия (II) с хлорид-ионом и 2-пирролин-2-олом исследовано образование смешаннолигандных комплексов палладия (II) с неорганическими и органическими лигандами.

На **кафедре АХ СПбГУ** изучена реакция нитрильных комплексов платины(IV) с имидами; предложен новый общий путь получения 1,3-диазадиенов, для идентификации диазадиеновых комплексов и определения конфигурации лигандов использован метод ЯМР.

На **кафедре АХ Ростовского ГУ** выполнено экспериментально-теоретическое исследование систематического ряда иодогалогенидов органических азот(фосфор)содержащих катионов - биологически активных соединений. Синтезированы 6 органических полигалогенидов, выполнены квантово-химические расчеты и рентгеноструктурный анализ. Установлена связь между структурой этих галогенидов и их способностью к образованию координационных соединений с элементарным иодом.

### **Организованные среды в анализе**

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ.** Изучено влияние неионных ПАВ на растворимость некоторых водонерастворимых органических реагентов; в присут-

ствии мицелл нПАВ растворимость 8-мераптохинолина увеличивается более чем в 20 раз. Исследованы физико-химические характеристики реакций конденсации 2,4-динитрофенилгидразина с некоторыми ароматическими альдегидами в мицеллах кПАВ и реакций диазотирования и азосочетания в системах: дифениламин - NO<sub>2</sub><sup>-</sup> - нитроанилины - аПАВ. Синтезированы и идентифицированы аналитические формы (гидразоны, аци-формы гидразонов, азокрасители) и их ассоциаты с ПАВ. Определены константы растворимостей этих форм и скорости реакций в водных и мицеллярных средах.

**Совместно с кафедрой общей физики** развита теория действия хромофорных органических аналитических реагентов в предмицеллярных и мицеллярных растворах ПАВ. Для предмицеллярных сред характерно наличие гидрофобных ионных ассоциатов реагентов с противоионами ПАВ. Для ассоциатов характерно расширение плато рН комплексообразования, увеличение числа координированных лигандов, увеличение устойчивости координационных соединений.

Развит термодинамический подход к исследованию структурных состояний и структурных переходов в микроэмульсиях при изменении соотношения вода/масло, не опирающийся на какую-либо конкретную модель микроэмульсий. Показано, что термодинамическая устойчивость микроэмульсий на основе анионных ПАВ обусловлена энтропийным, а на основе неионных - энтальпийным фактором. Найденные с помощью нового подхода границы структурных изменений микроэмульсий коррелируют с данными кондуктометрии, вискозиметрии и флуориметрии.

**Совместно с ИОФХ РАН** методом молекулярного спектрального зонда изучено влияние природы и концентрации спирта, соотношения концентраций ПАВ/вода на полярность микроокружения субстратов, солюбилизированных в обратных мицеллах додецилсульфат натрия (ДДС)-алканол-вода и микроэмульсиях ДДС-декан-алканол-вода. Выявлено значительное влияние полярности микроокружения субстратов, солюбилизированных в обратных мицеллах, на кинетику химических реакций.

**При участии кафедры химии Саратовского ГАУ** оптимизировано определение аминокислот с органическими реагентами - ароматическими альдегидами. Показано, что перспективен п-диметиламинкоричный альдегид. Направленное применение организованных сред - аПАВ линейного строения - приводит к бато- и гиперхромным эффектам в реакциях конденсации и стабилизирует аналитический сигнал.

### ***Метрология и стандартизация анализа; разработка стандартных образцов состава***

**Метрология и стандартизация анализа.** ВИМСом аккредитовано в 2004 г. 10 комплексных аналитико-минералогических лабораторий МПР РФ, 14 гидрохимических лабораторий и 16 лабораторий других ведомств, осуществляющих экологический контроль и мониторинг объектов окружающей среды. Аналитическим сертификационным испытательным центром ВИМС (**АСИЦ ВИМС**), входящим в состав Федерального научно-методического центра лабораторных исследований и сертификации минерального сырья, в 2004 г. выполнено более 200 тысяч количественных элементно-определений в горных породах, рудах, концентратах, почвах, донных отложениях, природных поверхностных и подземных водах.

Разработаны и рекомендованы к утверждению проекты следующих отраслевых нормативных документов:

- "Внутренний лабораторный контроль прецизионности и точности результатов количественного химического анализа;
- "Методы геологического контроля качества аналитических работ".

Переработаны в соответствии с требованиями государственных нормативных документов следующие уже существующие отраслевые нормативные документы:

- "Методики количественного химического анализа. Разработка, аттестация, утверждение".
- "Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа точности результатов".
- "Метрологическая аттестация методик количественного фазового анализа минерального сырья.

**Уральский НИИ Метрологии.** Общесметрологическая деятельность Уральского НИИ метрологии складывается из разработки нормативных документов, деятельности по межлабораторным сравнительным испытаниям, деятельности в рамках системы аккредитации аналитических лабораторий, в области разработки стандартных образцов и образцов для контроля.

В 2004 г. разработаны рекомендации «Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа», в которых рассмотрены процедуры проверки приемлемости результатов анализа как в условиях повторяемости, так и в условиях воспроизводимости.

Введены в действие с 01.07.2004 г. рекомендации по межгосударственной стандартизации:

- «Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения»;
- «Оценка качества работы испытательной лаборатории пищевых продуктов и продовольственного сырья. Методика внешнего контроля точности результатов испытаний»;
- «Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения по результатам внутрилабораторного контроля точности измерений».
- «Смеси аттестованные. Общие требования к разработке»

Разработаны:

- проект ГОСТ Р «ГСИ. Методики определения состава и свойств проб вод. Общие требования к разработке»;
- проект первой редакции рекомендаций МИ «ГСИ. Требования к построению, содержанию и изложению документов на методики количественного химического анализа»

Проведена метрологическая экспертиза 3 проектов государственных стандартов РФ (ГОСТ Р), а также 2 проектов межгосударственных стандартов (ГОСТ) на методы контроля состава питьевой, природной воды, пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Деятельность по межлабораторным сравнительным испытаниям (МСИ), проводимым с целью проверки квалификации лабораторий и подтверждения их измерительных возможностей, является одним из приоритетных направлений работ УНИИМ. Институт признан научно-методическим центром по организации и проведению МСИ, координатором проведения МСИ состава и свойств веществ, материалов и объектов окружающей среды. Международная практика, 10-летний опыт УНИИМ в проведении МСИ показали, что МСИ являются одним из наиболее

действенных способов проверки качества проведения испытаний. В 2004 г. были организованы МСИ с привлечением более 143 лабораторий России, а также ряда лабораторий Республики Молдова. Расширилась номенклатура объектов, она включает объекты экоаналитического контроля, нефтепродукты, металлы и сплавы.

В области метрологического обеспечения аналитического контроля была проведена аккредитация 7 метрологических служб на право аттестации методик выполнения измерений в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора.

Проведена аттестация более 300 методик контроля:

- состава сточных, очищенных сточных, природных, питьевых вод, воздушных промышленных выбросов, воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, почв, донных отложений, твердых и жидких отходов, горных пород;
- состава готовой продукции, сырья, полуфабрикатов, материалов различных производств;
- состава пищевых продуктов, продовольственного сырья, биологических и растительных объектов, лекарственных препаратов;
- состава продуктов сгорания твердого топлива в объектах окружающей среды.

Аттестация осуществлена путем проведения метрологической экспертизы материалов по разработке методик.

В области метрологического обеспечения средств измерений и испытательного оборудования проведены испытания 9 типов приборов и анализаторов согласно требованиям ПР 50.2.009, проведены испытания для сертификации по МИ 2277 анализатора кремния Series 5000 для анализа сточных и технологических вод. Поверено 96 приборов, используемых в экоаналитических лабораториях и в лабораториях контроля качества продукции в производствах нефтепродуктов, металлургических производств и др. Разработано свыше десяти нормативных документов, регламентирующих поверку конкретных типов средств измерений. В методиках в качестве основного средства поверки используются государственные стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов и аттестованные смеси.

**ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».** Сформирован и зарегистрирован на сайте [www.bimp.org](http://www.bimp.org) в международной базе данных измерительных и калибровочных возможностей национальных метрологических институтов раздел измерительных и калибровочных возможностей ВНИИМ в области аналитической химии. Международная база содержит информацию об измерительных и калибровочных возможностях наивысшей точности. Измерительные и калибровочные возможности ВНИИМ включают 144 позиции, в том числе:

- 101 позиция в области газового анализа (разделы – чистые газы, окружающая среда, судебно-медицинские газы и др.);
- 16 позиций в области анализа органических веществ (разделы – окружающая среда, пищевые продукты, вода);
- 26 позиций в области анализа неорганических веществ (разделы – водные растворы металлов, металлы, пищевые продукты, окружающая среда, вода);
- 1 позиция в области электрохимии (раздел – электропроводимость, электрохимические измерения и контроль влажности газов).

Проведена аттестация 146 методик количественного химического анализа воздуха атмосферы и рабочей зоны, выбросов, природных и сточных вод, донных отложений, продуктов пищевой, химической, нефтехимической, газовой, метал-

лургической промышленности. При аттестации 26 методик использовались эталонная аппаратура и эталонные материалы, разработанные Институтом. Оценивание метрологических характеристик методик проводилось на основе Руководства ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределённости в аналитических измерениях».

Ведется работа по созданию научно-методических основ метрологической аттестации методик биотестирования объектов окружающей среды. В рамках развития этого направления в экспериментальном порядке аттестован комплекс методик определения класса опасности буровых шламов. Аттестованные методики основаны на определении изменения биологической активности шламов при использовании в качестве тест-объекта комплекса микроорганизмов, на изменении всхожести семян и длины корней проростков пшеницы и ржи.

Совместно с **СПБТИ и ЗАО «ИЛИП»** разработана, аттестована и внедрена в практику методика определения концентрации фуллеренов C<sub>60</sub>, C<sub>70</sub> и сверхтяжелых фуллеренов, что позволило впервые в мире осуществить синтез значительных количеств сверхтяжелых фуллеренов с числом атомов углерода в молекуле 82, 84, 90 и др.

Аттестация и внедрение в практику работы Киришского нефтеперерабатывающего завода (совместно с **ООО «ПО КИРИШИ-НЕФТЕОРГСИНТЕЗ»**) комплекса методик определения C, Si, Cr, Mn, Ni, Ti, Mo, V и W в углеродистых, легированных и высоколегированных сталях позволили приступить к монтажу новых установок крекинга для углубленной переработки нефти. Ожидается, что благодаря этому коэффициент переработки нефти на Северо-Западе России повысится с 58-60 до 80-85 % и принесет дополнительную прибыль региону в размере нескольких сотен миллионов долларов в год.

Проведена аттестация комплекса методик определения в морской воде препарата Barazan-D, полиакриламида (спектрофотометрический метод), Baranex, бензойной и пара-толуиловой кислот, ацетатов полипренолов трибенурон-метила (ВЭЖХ), тетраметилтиурамдисульфида. Методики внедрены в практику работы природоохранных органов острова Сахалин (согласно проекту Сахалин-2).

**СПБГУ, лаборатория газовой хроматографии.** В области метрологического обеспечения газоаналитических измерений проведена работа, связанная с созданием парофазных источников газовых смесей (ПИГС'ов), предназначенных для получения стабильных парогазовых смесей с постоянным и закономерно изменяющимся содержанием паров органических веществ при повышенном давлении. Предложенные устройства работают при избыточном давлении до 10 атм как в динамическом, так и в статическом режиме, что существенно расширяет их область применения и срок службы. На примере изучения распределения этанола между водой и азотом, а также бензола, толуола и ксилола между углеводородным высококипящим маслом и воздухом установлена линейная зависимость концентрации паров целевых компонентов в газе при атмосферном давлении от обратного общего давления в системе жидкость-газ. Такая зависимость является прямым следствием уравнения состояния идеального газа и может быть положена в основу разработки промышленных образцов ПИГС'ов, работающих под давлением.

**Томский ПУ.** Разработан и введен в действие на территории России стандарт по определению девяти элементов в водах методом инверсионной вольтамперометрии (ГОСТ Р 52180-2003) «Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии». В стандарт вошли также результаты работ по созданию ИВ- методик анализа вод из Екатеринбурга, Москвы и С-Петербурга.



**Иркутский ГУ.** Предложены приемы статистической обработки данных, приведенных в сводных журналах оперативного контроля прецизионности и точности результатов анализа, полученных в лаборатории в течение определенного интервала времени, то есть даны алгоритмы статистического контроля качества работы аналитической лаборатории.

**ГИРЕДМЕТ.** Разработана первая редакция ГОСТа «Серебро. Методы анализа». Проведена аттестация более 40 методик анализа цветных, редких и драгоценных металлов и вторичного сырья.

**Уральский ГЛТУ.** Применительно к производству пиломатериалов и изделий из древесины оценена согласованность точности результатов анализов на содержание влаги, регламентируемой стандартизованными методами (нормативной точности), с аргументами, определяющими ее (точности) необходимый уровень. В качестве аргументов приняты требования экономного расходования энергоресурсов при осуществлении технологических процессов сушки и точность стандартизованных норм на содержание влаги в готовой продукции. Установлено, что нормативная точность существенно ниже определяемой указанными аргументами. Сформулированы предложения по улучшению ситуации, в числе которых – создание стандартных образцов-имитаторов содержания влаги в указанных материалах и изделиях из них.

**Разработка стандартных образцов состава. Уральский НИИ метрологии.** Совместно с **ОАО "Красцветмет"** разработан государственный стандартный образец состава платины (ГСО 8434-2003), предназначенный для контроля точности определения содержания аттестованных компонентов в платине по ГОСТ 12226-80. Совместно с **НТП "Лиганд" (г. Екатеринбург), УГТУ-УПИ, ИПЭЭ им. А.Н. Северцова РАН** разработаны государственные стандартные образцы состава растворов 4-фторбифенила (ФД-1), 4,4'-дифторбифенила (ФД-2) и 4-фторбифенилового эфира (ФД-3) в ацетоне (ГСО 8533-2004 – ГСО 8535-2004). Стандартные образцы предназначены для градуировки хроматографов и использования в качестве внутреннего стандарта при определении бифенилов и хлорбифенилов в объектах окружающей среды, пищевых продуктах, питьевой воде, сточных водах и других объектах. Совместно с **ЗАО "Ормет"** разработан государственный стандартный образец состава цинкового концентрата (ГСО 8545-2004), предназначенный для контроля точности методик определения цинка и основных примесей в цинковом концентрате по ТУ 48-6-117-90 "Концентрат цинковый. Технические условия" и для аттестации методик определения.

Оказана методическая помощь различным предприятиям и организациям в разработке 15 типов государственных, отраслевых СО и СО предприятий.

В 2004 г. разработано свыше 16 типов специальных образцов для межлабораторных сравнительных испытаний для контроля показателей состава воды (8 типов), пищевых продуктов (3 типа), косметической продукции (2 типа), нефтепродуктов (3 типа), аттестованных более чем на 40 показателей состава и свойств.

**ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.** Завершен первый этап создания и внедрения системы метрологического обеспечения средств измерений (СИ) массовой концентрации частиц в аэродисперсных средах, включающий создание и утверждение государственного специального эталона единицы массовой концентрации частиц в аэродисперсных средах ГЭТ 164-2003 и утверждение государственной поверочной схемы ГОСТ Р 8.606-2004.

В состав эталона входят

- радиоизотопно-гравиметрический комплекс аппаратуры для измерения массовой концентрации аэрозолей в диапазоне 0,15...1000 мг/м<sup>3</sup>, состоя-

щий из радиоизотопного измерителя массовой концентрации ДАСТ и компаратора массы UMX 5 D;

- комплекс аппаратуры для создания аэродисперсных сред с размером частиц в диапазоне 0,5...1000 мкм со скоростью воздушного потока в диапазоне 0,1...40 м/с, состоящий из оптического микроскопа МКТФ-1 с телевизионной системой ОТС-1200; меры сравнения длины; универсального измерителя дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов Микросайзер; набора порошкообразных материалов; измерителя скорости потока; аэродинамической трубы АДСП-60/90.

Государственный специальный эталон обеспечивает воспроизведение:

- массовой концентрации аэрозолей в аэродисперсных средах со скоростью воздушного потока 0,1 - 40 м/с в диапазоне 0,15 - 1000 г/м<sup>3</sup> с относительным средним квадратичным отклонением результата измерений 1,3 - 1,0 % при 5 - 15 независимых измерениях. Систематическая погрешность составляет 2 %;
- размеров частиц, определяемых эталонными мерами сравнения длины по МИ 2060-90 и оптическим микроскопом в диапазоне 0,5 - 1000 мкм с относительным средним квадратичным отклонением 1,0 % при 5 независимых измерениях и систематической погрешностью 1,0 - 0,1 %.

С помощью государственного эталона проводятся поверки порядка 200 – 250 СИ. Разработано более 20 методик выполнения измерений для контроля массовой и счетной концентрации аэрозолей (в том числе волокон асбеста), гранулометрического состава микропорошков. Ведутся работы, связанные с метрологическим обеспечением СИ, применяемых в угольной промышленности во взрывоопасных зонах для контроля ПДК, респирабельных фракций, взрывоопасных концентраций угольной пыли.

С 1993 по 2003 гг. отдел госэталонов в области физико-химических измерений принял участие в 54-х международных сличениях, относящихся к приоритетным областям физико-химических измерений: определение примесей в чистых газах, контроль загрязнения атмосферы.

За 2004 год отдел принял участие в следующих международных сличениях:

CCQM – К 41	Примеси в алюминиевом сплаве;
CCQM – К 42	Сероводород в азоте;
CCQM – К 33	Определение элементов в низколегированной стали;
CCQM – К 26а, 26b	Определение оксида азота на атмосферном уровне; Определение диоксида серы на атмосферном уровне;
CCQM – К 23 а,с	Природный газ;
CCQM – Р 65	Химический состав глины;
CCQM – Р 62	Определение чистоты никеля;
CCQM – Р 61	Летучие органические соединения в органических растворителях;
Euromet-764	Аммиак в азоте;
Euromet/Metchem	Международное сличение ПХБ в органическом растворе.

Разработано 96 типов эталонных и стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах, 3 типа источников микропотоков газов и паров, 2 типа СО свойств нефтепродуктов, 12 типов СО гранулометрического состава порошков, 21

тип СО вязкости и 7 типов СО плотности жидкостей, 3 меры удельной теплоты сгорания для бомбовой и газовой калориметрии, 6 типов СО состава растворов.

Эталонные материалы ВНИИМ применяются в системе обеспечения единства измерений:

- для передачи размера единиц физических величин от Государственных первичных эталонов рабочим эталонам в соответствии с поверочными схемами;
- для градуировки средств измерений;
- для контроля метрологических характеристик средств измерений при их поверке и испытаниях, в том числе для целей утверждения типа;
- для оценивания и контроля погрешности методик выполнения измерений при их разработке, аттестации и применении;
- для приготовления поверочных (калибровочных, градуировочных, контрольных, аттестованных) смесей и растворов;
- для аттестации испытательного оборудования;
- для контроля качества проведения измерений (испытаний, анализов) при аккредитации лабораторий и при инспекционном контроле за их деятельностью.

Сведения о 1147 выпускаемых ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» высокоточных мерах, эталонных и стандартных образцах приведены в электронной и печатной версиях Каталога «Эталонные материалы. 2004-2005» (ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2004 г., 82 стр.). Информация об эталонных материалах ВНИИМ приведена на сайте [www.vniim.ru](http://www.vniim.ru)

**ИГХ СО РАН.** Разработаны государственные стандартные образцы (ГСО) состава черносланцевых пород Хомолхинской свиты (СЧС-1 и СЛГ-1). Образец СЧС-1 (ГСО 8549-2004) характеризует фоновые участки черносланцевой толщи и аттестован по содержанию 51 элемента. Образец СЛГ-1 (ГСО 8550-2004) отвечает составу горной массы в контуре промышленного золоторудного тела месторождения Сухой лог. Этот образец аттестован по содержанию 43 элементов. Оба образца аттестованы по содержанию золота, серебра, серы, мышьяка. Содержание большого числа элементов, в том числе платины и палладия, установлено ориентировочно, однако также может быть использовано в практике аналитических работ. В ИГХ СО РАН с использованием данных новых аналитических методов определения элементного состава (ИСП-МС и ИСП-АЭС) накоплен фактический материал по содержанию 14 редкоземельных элементов в стандартных образцах траппа (СТ-2) и габбро-эссекситового (СГД-2).

**ВИМСом** утверждены в качестве отраслевых семь стандартных образцов состава, изготовленных ФГУП "Тульское НИГП", которые представляют собой концентраты золотосодержащих руд.

**ОАО "Красцветмет"** разработал государственный стандартный образец состава платины, предназначенный для контроля точности методик анализа аффинированной платины, а также выполнил аттестационный анализ 10 стандартных образцов состава сплавов золото-серебро-медь.

**ОАО «УИМ»** завершил аттестацию первого в России и СНГ ГСО меди МГ-2 для определения весьма низких ( $\sim 1,3 \cdot 10^{-4}\%$  масс.) содержаний кислорода. Такой образец необходим для анализа так называемой «бескислородной» меди, обеспечивает ее электротехнические качества. Подобные образцы категории CRM на мировом рынке весьма дороги, а их ассортимент ограничен лишь одним типом. Работа выполнялась как международная в рамках программы СООМЕТ, в ней принимала участие Германия. Для аттестации ГСО применяли  $\gamma$ -активационный метод (ИФП РАН) и масс-спектральный метод (ИХВВ РАН). Впервые в документа-

цию на ГСО внесены понятия об объемном и поверхностном содержании кислорода, регламентировано отношение массы пробы к площади ее поверхности.

**Иркутский ГУ** получил патент РФ на технологию создания синтетических стандартных образцов состава аэрозолей, собранных на фильтр. Стандартные образцы, приготовленные с помощью этой технологии, применены для оценивания систематических погрешностей ( $\Delta_c$ ) результатов определения Mn, Pb и Cr(VI) в нагруженных аспирационных фильтрах при использовании стандартизированных методик фотометрического анализа (ФМА). Установлено, что значение систематических погрешностей ( $\Delta_c$ ) результатов определения Mn и Pb находится на уровне 10 % отн., результатов определения Cr(VI) достигает 40 % отн., что обусловлено неполным разложением некоторых соединений этих элементов. Показано, что нагруженность фильтра аэрозолями мало влияет на величину  $\Delta_c$ .

**НИИ химии Нижегородского ГУ.** Утверждён рабочий эталон (РЭ) 2-го разряда единицы объёмной доли компонентов в газовых смесях, зарегистрированный в реестре разрядных рабочих эталонов в соответствии с единой поверочной схемой по ГОСТ 8.578-2002, регистрационный № РЭ 154-2-1-2004.

В **ГОУ ВПО УГТУ-УПИ** изготовлены, аттестованы и внесены в Государственный реестр утвержденных типов стандартные образцы состава раствора ионов гафния (IV) ГСО 8552-2004, празеодима (III) ГСО 8553-2004, неодима (III) ГСО 8554-2004. Образцы предназначены для контроля погрешностей методик определения, градуировки, поверки, калибровки средств измерений, используемых для измерения концентрации ионов элементов в водных растворах методами титриметрического, фотометрического, атомно-эмиссионного и масс-спектрального анализов.

Для метрологического обеспечения методов химико-спектрального атомно-эмиссионного анализа выпущен комплект из 5 СО состава графитового коллектора микропримесей СОГ-37-2-5 ГСО 8487-2003, аттестованный на содержание 37 элементов.

### ***Математизация и автоматизация***

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

**Создание методологии применения компьютерных методов в аналитической химии.** В лаборатории молекулярного моделирования и спектроскопии **ГЕОХИ РАН** создана общая теория, алгоритмическая база и программные средства моделирования структурных изомер–изомерных преобразований, процессов передачи сигналов и энергии, оптических колебательных и электронно-колебательных спектров, в том числе фемтосекундных, в молекулярных и кристаллических наносистемах на базе параллельных вычислений на суперкомпьютере МВС-1000.

**ИГХ СО РАН.** Исследована применимость различных n-мерных калибровок в методиках атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым разрядом. Разработана оценка для сравнения n-мерных градуировочных моделей с позиций оптимизации методик, по параметрам качества результатов предложен критерий выбора калибровки, наиболее адекватно описывающей аналитические процессы. Показаны преимущества нелинейных многомерных калибровок.

На основе моделирования структуры данных разработаны принципы конструирования обучающих и тестирующих выборок, а также алгоритмы их построения, необходимые для интеллектуализации программного обеспечения автоматизированного атомно-эмиссионного анализа.

**Воронежский ГУ.** Разработан способ вещественного анализа ионного состава двухкомпонентного раствора аминокислот. Способ основан на многомерном физико-химическом определении свойств раствора (удельной электропроводности, плотности, вязкости, pH, показателя преломления) с применением множественной регрессии, многомерного дисперсионного анализа, факторного анализа и моделирования латентных переменных (SEPATH, LISREL).

**Омский ГУ совместно с ОАО «Сибнефть-ОНПЗ».** Разработана методика экспрессного определения структурно-группового состава бензинов на основании заранее установленных математических зависимостей между результатами хроматографического анализа и спектрами поглощения тех же бензинов в ближней ИК-области. Для построения калибровочных моделей применен хемометрический метод множественной линейной регрессии; обучающие выборки составлены из проб бензинов того же типа, отобранных в разные дни и проанализированных по стандартной (ASTM) хроматографической методике. Полученные модели позволяют с погрешностью 2-3% отн. определять суммарные содержания парафинов, нафтенов и аренов в прямогонных бензинах и катализатах. Показано, что определять таким образом суммарное содержание олефинов на уровне менее 1% абс. не следует. Анализ пробы, включая регистрацию спектра и расчет по модели, проводится в автоматическом режиме. Время анализа (не более 10 минут) по сравнению со стандартной методикой сокращено в 20 раз. Разработанные методики метрологически аттестованы и апробированы в заводских условиях.

**Томский ПУ, кафедра ФАХ.** Предложен способ представления аналитического сигнала в виде пика с использованием параметров каркаса, образованного касательными к точкам перегиба и асимптотами ветвей аналитического сигнала, позволяющий количественно охарактеризовать форму пика с достаточной точностью. Выделен минимальный набор взаимно независимых параметров, позволяющий охарактеризовать положение, размер и форму пика. Проведено систематическое сравнение трех способов характеристики формы аналитических сигналов: способ с использованием статистических моментов распределения, контурный способ с использованием характерных точек на контуре пика и каркасный способ с использованием параметров каркаса, образованного касательными к точкам перегиба и асимптотами ветвей аналитического сигнала. Выявлены особенности и найдены границы применимости, определены достоинства и недостатки каждого из этих способов. Обнаружено сходство параметров контурного и каркасного способов в области реально наблюдаемой вариации формы сигнала в инверсионной вольтамперометрии (ИВ). Способ статистических моментов оказался непригодным для характеристики формы пика в методе ИВ. Установлена зависимость величины погрешности определения параметров в каркасном способе представления пиков от степени дискретизации профиля анализируемого пика. Параметры размера пика для способа статистических моментов показали большую устойчивость к влиянию шума по сравнению с контурным способом, в то время как параметры формы – меньшую. Наиболее выражено влияние шума на параметры каркасного способа характеристики свойств пика.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; СВРХБЗ.** В результате проведенного комплексного квантово-химического исследования созданы научные основы прогнозирования аналитических характеристик реакций азосочетания.

Развита методология выявления характера (специфическая и условно-универсальная сольватация) и величины вклада среды в физико-химические параметры из уравнений, связывающих те или иные свойства веществ в растворе и в газовой фазе.

Предложен подход к квантово-химическому исследованию переноса «гидрид-иона», основанный на анализе соответствия последовательностей изменения потенциалов ионизации, энтальпий и свободных энергий сродства к гидрид-иону, атому водорода и протону молекул субстратов, а также производных от них катионов, катион-радикалов, радикалов, анионов, экспериментально обоснованным рядам «гидридной» подвижности.

**Создание и модернизация комплексов программ обработки аналитической информации. В лаборатории молекулярного моделирования и спектроскопии ГЕОХИ РАН** на основе развитой теории и молекулярных моделей разработано программное обеспечение для суперкомпьютера, позволяющее для реальных крупных молекулярных систем, содержащих несколько десятков атомов, рассчитывать кинетику внутримолекулярных изомер-изомерных преобразований и их динамических спектральных проявлений. Достигнутая производительность созданных программ дает возможность осуществлять массовые, в масштабе реального времени расчеты спектров с временным разрешением и ставить компьютерные эксперименты по исследованию влияния различных факторов на вид спектров и кинетику молекулярных преобразований сложных многоизомерных структур. Модельные расчеты позволили выявить ряд важных физических закономерностей. Отметим, например, следующие:

- обнаружена своеобразная неустойчивость направления хода фотохимической реакции в зависимости от величин параметров молекулярной системы. Это очень важно, так как типичным для фотохимических процессов, особенно сложных, является как раз их мобильность и довольно сильная зависимость от постановки эксперимента;
- обнаружено, что возможен переход к конечной структуре, сильно отличающейся от начальной, через совокупность метастабильных промежуточных состояний;
- обнаружена быстрая (в узкой области изменения параметров) "инверсия" заселенностей изомеров, обусловленная конкуренцией оптических вибронных и безызлучательных межизомерных переходов.

Полученные результаты имеют принципиальное значение для количественных расчетов хода целого ряда процессов в нанобъектах.

**Уральский ГЭУ.** Создана англоязычная версия программно-математического обеспечения инверсионно-вольтамперометрического анализатора ИВА-5. Такая модернизация позволяет успешно представлять прибор на мировом рынке измерительной техники.

Завершен этап отладки специализированного программно-математического обеспечения нового портативного прибора – антиоксидантного тестера. При программировании использована система однотипных и легко понятных принципов управления прибором с дружественным пользователю интерфейсом (предусмотрены необходимые меню и подсказки). Особенностью разработанного ПО является наличие возможности исследования различных критериев определения момента стабилизации измеряемого параметра.

**НПО «СПЕКТРОН».** Разработана и поставляется со спектрометрами «СПЕКТРОСКАН МАКС» новая программа количественного анализа для кристалл-дифракционных спектрометров. По сравнению с предыдущими версиями программ количественного анализа добавлены следующие методические воз-

возможности: корректировка на дрейф по двум реперным образцам, реализация способа теоретических поправок, использование отношения интенсивностей аналитических линий в качестве аналитической (градуировочной) характеристики, расчет метрологических параметров измерения содержаний.

Разработано упрощенное программное обеспечение к анализатору серы в нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН S» для работы без компьютера.

**Томский ГУ.** Разработана компьютерная программа SIMCURV, реализующая алгоритм численного статистического моделирования кривой дифференцированного потенциометрического титрования катионов металлов в их смеси по реакциям дробного осаждения. По данным титрования, полученным методом Монте-Карло для различного уровня нормально распределенных погрешностей измерения электродного потенциала и переменного числа рабочих точек, спрогнозировано количественное влияние этих факторов (погрешностей измерения электродного потенциала и числа рабочих точек) на случайную погрешность оценивания последовательных точек эквивалентности.

**Использование ЭВМ для решения отдельных задач в различных областях аналитической химии. НИОХ СО РАН.** Проведена идентификация экстрактивных веществ торфов Томской области с использованием программной системы «ИК ЭКСПЕРТ».

**Омский ГУ.** Теоретическим путем выведены расчетные формулы, связывающие степень протекания реакции в произвольный момент титрования с величиной константы равновесия, количеством введенного реагента и коэффициентом разбавления титруемого раствора. Формулы применимы для реакций любого типа и использованы для компьютерного моделирования линейных кривых инструментального титрования (например, фотометрического). Показано, что традиционный способ нахождения т.экв. путем экстраполяции практически линейных участков кривой титрования (начального и конечного) при неколичественном протекании реакции приводит к систематическим погрешностям (заниженным результатам анализа). Разработан алгоритм прогнозирования таких погрешностей, применимый для реакций любой стехиометрии. В ходе компьютерного эксперимента показано, что величина погрешности возрастает при переходе к реакциям с меньшей константой равновесия, а также при использовании более разбавленных растворов титранта. Выводы подтверждены в реальном комплексометрическом титровании модельных растворов с фотометрическим контролем процесса.

**Томский ГУ.** Дано математическое описание процесса дифференцированного потенциометрического титрования смеси ионов металлов М и N низкодентатным лигандом Y с использованием индикаторного электрода, обратимого по лиганду. Модель использована в компьютерном эксперименте для расчета данных титрования методом Монте-Карло и решения обратной задачи моделирования – поиска последовательных точек эквивалентности и констант устойчивости комплексов MY и NY на основе кусочно-линейного преобразования кривой титрования.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ; Саратовский ГАУ, кафедра химии; ГЕОХИ РАН.** Квантово-химическими методами по комплексу программ «LEV» (ГЕОХИ РАН) оценено геометрическое строение и распределение электронной плотности в молекулах орто-, мета-, пара-, аминобензол-сульфокислот, исследовано распределение молекулярного электростатического потенциала вокруг молекул. Осуществлен теоретический прогноз преимущественного направления атаки протонами молекул аминобензол-сульфокислот. Показано, что из теоретически возможных «каналов сближения» – «над, под и в плоскости молекулы кислоты» с

наибольшей вероятностью реализуется направление атаки – под плоскостью бензольного кольца.

### ***Пробоотбор и пробоподготовка***

Стадии анализа сложных объектов, предшествующие измерению аналитического сигнала, определяют экспрессность и качество анализа в целом и обеспечивают реализацию возможностей инструментальных методов. Для успешного развития методов пробоподготовки важно выявить общие закономерности использования способов и приемов воздействия на аналитическую реакционную систему, часто независимо от метода последующего определения компонентов. Поэтому вполне закономерно, что на конференции «Аналитика России» секция «Пробоотбор и пробоподготовка» привлекла большое внимание специалистов.

На секцию было представлено 39 тезисов докладов, из которых 13 – устных, 26 – стендовых. Следует отметить методы и схемы оптимального отбора проб, разработанные на основе модели распространения примесей при мониторинге антропогенных источников (**ИНХ СО РАН**). Все шире используется для подготовки проб микроволновое излучение, оказавшееся перспективным как для растворения нетрадиционных материалов и проб, сырья (**ИГХ СО РАН, Кубанский ГУ**), так и для оптимизации других процессов: комплексообразования в растворах (получение хлоридных комплексов для последующего кулонометрического определения родия (**ИОНХ РАН**) и сорбционных системах (извлечение благородных металлов комплексообразующими сорбентами (**ГЕОХИ РАН**), экстракционного извлечения компонентов органической природы (**ГЕОХИ РАН совместно с МГУ**)). Среди работ, включающих в качестве этапа пробоподготовки концентрирование, важными и интересными представляются, в частности, результаты систематизации аналитических данных по мицеллярной экстракции (**Саратовский ГУ**). Новый вид сорбентов на основе полимеров с молекулярными отпечатками для концентрирования и извлечения органических соединений предложен в **МГУ**. Новые устройства для микротвердофазного концентрирования экотоксикантов при их определении газохроматографическими методами созданы в **СПбГУ**.

В **Уральском ГЭУ** предложен способ электрохимической пробоподготовки вина, который, благодаря использованию четырехэлектродного однокамерного электролизера, обеспечивает непрерывность проведения всех стадий вольтамперометрического анализа: электрохимической пробоподготовки, электрохимического концентрирования и измерения. В **Кубанском ГУ** разработаны новые адсорбционные и абсорбционные системы различной селективности на основе низкоплотных углеродистых материалов (пенографитов) и ряда растворителей, обеспечивающие совмещенный пробоотбор и концентрирование органических микропримесей из воздушной среды для целей экологического мониторинга.

В **Уральском ГЭУ** предложены два варианта пробоподготовки, основанные на использовании катионо- и анионообменных колонок, в анализе водопроводной и природной вод на содержание селена (IV).

В **Воронежской ГТА** обоснована возможность применения и оптимизирован пробоотбор равновесной газовой фазы пищевых продуктов и строительных материалов методом дискретной газовой экстракции.

В **СПбГУ (лаборатория газовой хроматографии)** на модельных системах нейропептидов, биогенных аминов и аминокислот оптимизирован вариант подготовки гомогенизата мозга к анализу на времяпролетном масс-



спектрометре MALDI-TOF и на системе капиллярного электрофореза «Капель-105».

*В качестве отличительной черты результатов, полученных в 2004 г., следует отметить (в основном по результатам Всероссийской конференции, поскольку число представленных в Совет отчетов невелико) рост числа работ с использованием физических способов воздействия на процессы, лежащие в основе подготовки проб к анализу, а также более широкое использование комбинированных методов подготовки в сочетании с современными, в частности, масс-спектрометрическими, методами определения. Это, несомненно, совпадает с тенденциями, наблюдаемыми в мировой аналитической практике.*

## МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

### *Методы обнаружения и идентификации*

**ИХТТ УрО РАН.** Завершен важный этап исследований по проблеме химической идентификации форм состояния микроколичеств радиоактивных и стабильных элементов в природных водных растворах методами распределения. Состояние мировой литературы по данной проблеме за последние 25 лет, результаты многолетних исследований форм состояния и сорбционного поведения микроэлементов в природных растворах, теоретический анализ механизмов сорбции отдельных ионно-молекулярных и коллоидных форм микроэлементов обобщены в монографии Е.В. Полякова «Реакции ионно-коллоидных форм микрокомпонентов и радионуклидов в водных растворах.» Екатеринбург: УрО РАН, 2003, 279 с., и обзоре Е.В. Полякова и Ю.В. Егорова «Современные методы определения физико-химического состояния микроэлементов в природных водах.» Успехи химии, 2003, т 72, №11, с.1103-1114.

**В ИК СО РАН** в 2004 году продолжены исследования по развитию теории, методологии и техники стехиографического метода дифференцирующего растворения (ДР), а также по применению этого метода для обнаружения, идентификации и количественного определения фаз в различных веществах и функциональных материалах. Получены новые данные о зависимостях, определяющих селективность и эффективность разделения смесей фаз (в т. ч. фаз переменного состава) в условиях динамического режима растворения: при изменяемых во времени концентрации компонентов растворителей и их температуры. Получены и обобщены экспериментальные данные об условиях перехода от инконгруэнтного к конгруэнтному растворению силикатных оксидных фаз и металлических сплавов. Получены данные о влиянии размеров проточного реактора стехиографа на эффективность процессов ДР, а также об условиях ДР, приводящих к перегрузке реактора.

Метод ДР использовали при изучении процессов формирования состава катализаторов на основе твердых гетерополисоединений, оксидных ванадий-титановых, фосфор-молибденовых, медно-цериевых катализаторов, катализаторов на основе волкнистых носителей, а также ультрадисперсных композитных сорбентов, в состав которых входят соли щелочных и щелочноземельных металлов, заключенные в поры матриц мезо- и микропористого силикагеля,  $\gamma$ -оксида алюминия, пористых углеродных материалов. Методом ДР проанализированы серии порошковых и монокристаллических образцов  $\text{LiCuVO}_4$ . Выявлена существенная пространственная неоднородность стехиометрического состава соответствующих порошковых материалов. Определен фазовый состав аморфных продук-

тов механохимического взаимодействия в системе Co-Al. Впервые получены данные о реальном стехиометрическом составе наночастиц феррита марганца, диспергированных в матрице боратных стекол. Во всех случаях данные ДР о качественном и количественном составе анализированных образцов согласуются с данными РФА, ИК, электронной микроскопии высокого разрешения. Эти результаты были использованы при детальной интерпретации физических и химических, в т.ч., каталитических и сорбционных свойств объектов исследования.

**В ИГХ СО РАН** продолжались работы по экспериментально-аналитическим методам диагностики неорганических форм нахождения микроэлементов в минеральных веществах, выполняемые совместно с лабораторией экспериментальной геохимии. По формам нахождения Hg, Cd, Pb, Au в сульфидных минералах проведена систематизация процессов поглощения рассеянных элементов реальными кристаллами минеральных фаз. Принципиально различными являются структурный и неструктурный механизмы захвата. Первый состоит в ионном обмене и взаимодействии микроэлемента с внутрикристаллическими дефектами, приводящими к таким формам нахождения элемента как изоморфная примесь, кластеры и ассоциаты примесей и точечных дефектов кристалла, примесные атмосферы дислокаций и дефектов упаковки, относящимся к явлениям изоморфизма и эндокриптии. Второй подразумевает взаимодействие микроэлемента с поверхностью кристалла и фиксацию его в формах поверхностных комплексов, неавтономных фаз или включений автономных фаз (в том числе эпитаксиальных), что характеризует явления сорбции, поверхностной преципитации и эпитаксии. Нередко обнаруживается 4-5 форм их нахождения, среди которых изоморфная форма не всегда превалирует. Поэтому анализ геохимических процессов на основе физико-химических закономерностей межфазного распределения микроэлементов должен предусматривать количественное выделение их структурных форм. Среди неструктурных форм микроэлементов в эндогенных условиях должны преобладать неавтономные фазы. В гидротермальных условиях роста кристаллов роль сорбционного захвата, в целом, незначительна и становится важной только при активизации специфических механизмов удержания примеси, связанных с дефектами структуры поверхности.

**В лаборатории газовой хроматографии СПбГУ** предложен новый способ вычисления температур кипения органических соединений любых гомологических рядов на основании данных для предыдущих гомологов с использованием рекуррентных соотношений. Метод не имеет аналогов среди ранее известных по простоте и точности получаемых результатов.

Выявлено неизвестное ранее свойство относительных хроматографических времен удерживания, позволяющее сравнивать их значения в разных режимах как газохроматографического анализа, так и в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ. На основании этого разработан новый критерий одновременной идентификации (подтверждения присутствия) нескольких компонентов смесей.

**На кафедре аналитической и экспертной химии Самарского ГУ** разработан метод идентификации товарных нефтей Поволжья по совокупности физико-химических параметров, определяемых стандартными методами. Предложен вариант идентификации нефтей и товарных нефтепродуктов с использованием метода имитированной дистилляции.

Разработан вариант идентификации автоэмалей с помощью сочетания методов ИК – спектрометрии и полумикроанализа. Разработана ВЭЖХ – методика идентификации характерных композиций нПАВ в моющих средствах.

**Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины.** Рассмотрены возможности вещественного анализа функциональных материалов, который

дает важную информацию о наличии и содержании в них разных форм существования элементов. Вещественный анализ отличается от фазового анализа как техникой, так и предметом исследования, поскольку его задачей является определение примесных соединений (включая сложные ионы) и валентных форм элементов, независимо от их распределения между фазами. На примерах ряда функциональных материалов показано, что наиболее прочные примесные соединения, например, примеси кислородсодержащих анионов и воду, а также валентные формы элементов в неорганических материалах можно определять с использованием обычных методов анализа, не являющихся элементными. Второй подход использует различия в растворимости и (или) скорости растворения разных химических соединений, входящих в состав исследуемого материала.

## **Методы разделения и концентрирования**

### **Сорбция**

**На кафедре АХ МГУ** начаты работы по синтезу и исследованию сорбционных свойств материалов с отпечатками органических соединений. Методом термической блочной полимеризации синтезированы полимеры на основе 4-винилпиридина, метакриловой кислоты и акриламида с молекулярными отпечатками (ПМО) ряда оксibenзойных кислот, никотиновой и 4-аминобензойной кислот, никотинамида, барбитала, гипотиозида, а также соответствующие полимеры сравнения и оценена их удельная поверхность. Установлено, что все синтезированные ПМО лучше всего сорбируют из водных растворов те соединения, в присутствии которых был осуществлен их синтез. Разработана методика динамического концентрирования 4-гидроксибензойной кислоты на микроколонке, заполненной ПМО на основе акриламида, с последующим определением кислоты в элюате спектрофотометрическим методом по реакции азосочетания с тетрафторборатом 4-нитрофенилдиазония. На основании изучения влияния природы и концентрации замещенных алкоксисиланов, концентрации ускоряющей гелеобразование фторидсодержащей добавки, природы и концентрации молекулы шаблона (на примере кверцетина и рутина) получены и охарактеризованы золь-гель материалы на основе оксида кремния с молекулярными отпечатками кверцетина и рутина.

Разработан метод концентрирования элементов из растворов на пленках. Пирролидиндитиокарбаминатные комплексы элементов, полученные в потоке, извлекали на микроколонке с гидрофобным сорбентом и десорбировали на полиэтилентерефталатную пленку ацетоном. Показано, что пределы обнаружения элементов рентгенофлуоресцентным методом при этом снижаются по сравнению с определением элементов на фильтрах и составляют 30-40 нг.

Изучены комплексообразующие свойства сорбента CM-52 на основе карбоксиметилцеллюлозы по отношению к ионам  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  и  $\text{Pb}^{2+}$ . Найдены оптимальные условия сорбции ионов металлов из растворов, изучено влияние pH на степень извлечения ионов металлов. Имобилизацией висмута I на природном цеолите получен сорбент для извлечения тяжелых металлов из растворов. Найдены оптимальные условия сорбции ионов меди(II). В динамических условиях показано влияние природы растворителя и способа импрегнирования цеолита раствором висмута I при имобилизации, а также концентрации ионов меди на сорбцию.

Разработан метод концентрирования фосфора и кремния в виде молибдофосфорной и молибдокремниевой гетерополиоксидов на сорбенте Amberlite XAD-8.

Найдены условия количественной сорбции и десорбции в динамических условиях (коэффициент концентрирования фосфора составил 500, кремния 100).

**В ГЕОХИ РАН** разработан способ динамического концентрирования платиновых металлов и золота сорбцией на волокнистом «наполненном» сорбенте ПОЛИОРГС 17-н. Синтезированы новые комплексообразующие сорбенты с группами фосфинатов, карбамоилметилфосфинатов и метилендифосфиндиоксида путем химического и нековалентного закрепления лигандов на полимерных матрицах – хлорметилированном сополимере стирола и акрилатном полимере ХАД-7. Показана возможность использования полученных сорбентов для концентрирования актиноидов из 3-5 моль/л  $\text{HNO}_3$  и для их разделения.

**В Уральском ГУ** совместно с *лабораторией синтеза олигомеров ИОС УрО РАН* на основе различных оксидных носителей (силикагели, белые сажи, макропористые стекла, оксид алюминия) и прямым синтезом (гидролитической поликонденсацией тетраалкоксисиланов с  $\gamma$ -аминопропилтриэтоксисиланом), а также реакцией сополиконденсации (золь-гель метод) тетраэтоксисилана,  $\gamma$ -аминопропилтриэтоксисилана и ряда модификаторов ( $\text{MeSi}(\text{OEt})_3$ ,  $\text{EtSi}(\text{OEt})_3$ ,  $\text{Ti}(\text{OEt})_4$ ,  $\text{AlONO}_3$ ,  $\text{ZrOCl}_2$ ) с последующим карбоксиэтилированием акриловой кислотой получен ряд сорбентов. Установлено, что наибольшей степени иммобилизации удается достигнуть для силикагелей, а наиболее удобным растворителем является метанол. Последующей реакцией с акриловой кислотой получены сорбенты с функциональными группами  $\beta$ -аланина. Степень карбоксиэтилирования для образцов составила 1.3-1.9, а наибольшее содержание функциональных групп ( $\nu_{\text{COOH}}=3.23$  ммоль/г) достигнуто для карбоксиэтилированного ксерогеля, полученного сополиконденсацией тетраэтоксисилана с  $\gamma$ -аминопропилтриэтоксисиланом. Полученные хелатные сорбенты охарактеризованы данными элементного анализа, ИК-Фурье, ЯМР  $^1\text{H}$  спектроскопии, термогравиметрии. Сорбенты имеют более высокую сорбционную емкость по отношению к ионам металлов (0.5-0.9 ммоль/г,  $\text{pH}=6.3$ ,  $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ,  $20^\circ\text{C}$ ), чем исходные сорбенты с первичной аминогруппой (0.05-0.2 ммоль/г) и проявляют высокую избирательность при извлечении ионов меди(II).

**В Красноярском ГУ** продолжены исследования сорбционных свойств силикагелей, химически модифицированных одновременно меркапто- и первичными аминогруппами. Исследована сорбция платины(II) и платины(IV) в зависимости от концентрации привитых групп, температуры,  $\text{pH}$  и концентрации  $\text{HCl}$ . Оптимизированы условия количественного выделения висмута(III) кремнеземом, химически модифицированным N-аллил-N'-пропилтиомочевинной из азотной и соляной кислот. С применением спектроскопии диффузного отражения исследованы спектральные характеристики окрашенного в интенсивно желтый цвет соединения, образующегося на поверхности сорбента, и разработана методика сорбционно-фотометрического определения висмута ( $c_{\text{мин.}} = 0,03$  мкг на 0,2 г сорбента,  $s_r = 0,06$ ). Исследована сорбция рения (VII) силикагелями, химически модифицированными меркапто- и дисульфидными группами, и показано, что рений(VII) в виде  $\text{ReO}_4^-$  извлекается химически модифицированными силикагелями только в присутствии лабильного агента  $\text{SnCl}_2$ , сорбция возрастает при повышении температуры. С применением силикагеля, химически модифицированного меркаптогруппами, разработан сорбционно-фотометрический метод определения рения (VII) ( $c_{\text{мин.}} = 0,4$  мкг на 0,1 г сорбента,  $s_r = 0,08$ ). Методику использовали для определения рения в алюмоплатинорениевом катализаторе.

**В Воронежском ГУ** продолжены работы по сорбции аминокислот на сульфокатионитах. Проведено термодинамическое описание сорбции, изучено влия-

ние межфазного переноса растворителя на избирательность сорбции аминокислот. Исследовано влияние температурного фактора и строения бокового радикала аминокислоты на равновесные, кинетические и динамические характеристики сорбции. Разработаны новые подходы к изучению кинетики сорбции аминокислот.

**В Воронежской ГТА** в динамических условиях изучено извлечение нафтолов и нафтолмоносульфокислот сольвотропными реагентами, импрегнированными в пенополиуретан. Изучена сорбция нафтол- и фенолсульфокислот, также их нитро- и нитрозопроизводных на поликарбонатах, модифицированных аминами или азотсодержащими гетероциклическими реагентами. Установлено оптимальное содержание модификатора в полимерной пленке, зависимость основных характеристик распределения от природы, положения и числа заместителей в ароматическом цикле. Изучена сорбция нафтол- и фенолсульфокислот смешанным полимером на основе 3,3',5,5'-тетра-бромбисфенола А и бисфенола А, модифицированного трибутиламином. Построены изотермы сорбции, интерпретирован механизм извлечения незамещенных и замещенных сульфосоединений. Разработаны новые способы экстракционно-хроматографического разделения нафтолов и нафтолсульфокислот и сорбционного концентрирования сульфосоединений с применением модифицированного поликарбоната.

Для исследования сорбции органических веществ на пленке биомодификатора на основе экстрактов мицелиарного гриба (вешенка обыкновенная) применен алгоритм «искусственные нейронные сети». Найдены физико-химические характеристики сорбатов, позволяющие с высокой точностью прогнозировать эффективность сорбции. Биопленки применены в качестве чувствительных покрытий электродов пьезорезонаторов.

**В Дагестанском ГУ** исследованы химико-аналитические свойства нового сорбента на основе силикагеля и аминодифосфоновой кислоты. Определена статическая обменная емкость по иону натрия, методом потенциометрического титрования изучены кислотные свойства и рассчитаны кажущиеся  $pK_{\text{ион}}$  активных групп сорбента. Исследовано влияние внешних силовых полей (УФ-облучение, магнитное поле, высокое давление) на интенсификацию сорбционного процесса. Установлено увеличение на 30% сорбционной емкости при проведении процесса в барометрической камере, при давлении 20 атмосфер по аргону. Показана возможность применения сорбента для концентрирования ряда токсичных металлов из вод. Осуществлена нековалентная иммобилизация цинкона, хинолиназо R и арсеназо M на амберлите и изучены сорбционные свойства полученных таким образом сорбентов. Для концентрирования ионов ртути(II) предложен хелатный сорбент полистирол-азо-тиазан-дитион-2,4 и разработана сорбционно-экстракционно-фотометрическая методика, позволяющая определять этот элемент на уровне концентраций  $10^{-5} - 10^{-4}$  мг/л ( $s_r=0,11$ ) в пробах сложного химического состава. Изучена сорбция бензойной, салициловой и аскорбиновой кислот на пенополиуретане (ППУ). Показано, что в отличие от бензойной и салициловой кислот сорбция аскорбиновой кислоты сопровождается хемосорбционными процессами окислительно-восстановительного характера с образованием дегидроаскорбиновой кислоты с концевыми азотсодержащими группами сорбента. Предложен визуально-тестовый метод определения аскорбиновой кислоты с применением ППУ в качестве твердофазного реагента. Изучены свойства модифицированных сорбентов на основе клетчатки. В качестве матрицы использованы хроматографическая фильтровальная бумага и вата; модификаторами выбраны реагенты трифенилметанового ряда: ксиленоловый оранжевый, алюминон, хромазурол S. Показана возможность использования полученных сорбентов для концентрирования и отделения алюминия от примесей.

**В Томском ГУ** разработана методика сорбционного концентрирования РЗЭ (Pr, Nd, Sm, Eu, Y, La) на волокне ВИОН КН-1. Методика опробована при анализе природной воды из геологической скважины. Величина  $s_T$  не превышает 0,2.

**На кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ** совместно с **Воронежской ГТА** на примере нескольких нитроалканов показано, что использование организованных наноразмерных Ленгмюра-Блоджетт пленок с оптимальным числом монослоев позволяет снизить предел обнаружения на порядок. Пленки выдерживают 80-100 циклов сорбция-десорбция при времени регенерации 1-3 минуты.

**В Дальневосточном ГУ** в статических и динамических условиях изучена сорбция цефалоспориновых антибиотиков и левомицетина сукцината на сорбентах, выпускаемых промышленностью.

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

**В НИИ химии Нижегородского ГУ им. Н.И. Лобачевского** изучены реакторы для химико-сорбционного концентрирования органических токсикантов из воздуха (альдегиды, кетоны, амины). Полученные данные позволили оптимизировать условия двухступенчатого концентрирования при отборе воздушных проб и промышленных выбросов.

**В ИХТТ УрО РАН** выполнено исследование форм состояния большого числа микроэлементов в системе «природный раствор гуминовых кислот – неорганическая кислота». Основной акцент сделан на исследование состояния природных (не измененных внесением дополнительных количеств элементов) форм микроэлементов в широком диапазоне кислотности раствора с помощью методов ионного обмена и коллоидно-химической экстракции с масс-спектральным окончанием. Показано закономерное уменьшение доли коллоидных форм гуматных комплексов s-, p-, d-, f-элементов с ростом pH раствора. Обнаружен резкий переход из молекулярного состояния в состояние собственной коллоидной фазы протонированных гуматных комплексов большинства исследованных микроэлементов при pH~4. Сформулирована термодинамическая модель сорбционного процесса с участием ионно-молекулярных и коллоидных гуматных комплексов микроэлементов в природных гуматных растворах, позволяющая получать оценку форм состояния микроэлементов в гуматных растворах по данным сорбционных экспериментов.

### **Экстракция**

**На кафедре АХ МГУ** исследованы экстракционные свойства новых несмешивающихся с водой растворителей - ионных жидкостей (ИЖ) бистрифлилимидов и гексафторфосфатов 1-метил-3-бутилимидазолия и 1,2-диметил-3-бутилимидазолия. Исследована экстракция ряда соединений (нитрофенолов, хлорфенолов, нафтолов, двухатомных фенолов, аминов, органических реагентов, кислот, а также катехоламинов – адреналина и добутамина). Установлено, что ИЖ, в состав которых входит трифлилимидный анион, обладают большей экстрагирующей способностью, чем изученные ранее ИЖ. Наибольшее извлечение наблюдается при использовании трифлилимидной ионной жидкости с бутилдиметилимидазолиевым катионом. С использованием пирена как флуоресцентного зонда определена полярность различных ИЖ; она уменьшается в ряду: диметилсульфоксид > ацетонитрил > [BMIm][Tf<sub>2</sub>N] > вода > [BMIm][PF<sub>6</sub>] ≈ ацетон >

этилацетат. На примере пирена исследована экстракция полиароматических углеводородов в ИЖ под действием микроволнового облучения.

Метод сверхкритической флюидной экстракции без использования органического растворителя использован для извлечения среднелетучих органических примесей из таблетированных форм ряда фармпрепаратов и органических спиртов.

На *кафедре химии Липецкого ГТУ* исследована экстракция сульфаниламидных препаратов гидрофильными растворителями (ацетонитрил, диметилформамид), рассчитаны коэффициенты распределения сульфадимезина, сульфадиметоксина и сульфаметоксазола в системах вода-высаливатель-органический растворитель. Разработаны экстракционные способы концентрирования и выделения сульфопрепаратов из объектов окружающей среды (вода, почва) и пищевых продуктов (мясо, молоко, яйца).

В *Нижегородском ГУ им. Н.И. Лобачевского совместно с ИХВВ РАН* в рамках программы ОХНМ РАН разработан метод микрокапельного экстракционного концентрирования. Объем экстрагента составляет 1-2 мкл, а объем водной фазы 1- 2 мл. В этих условиях величина коэффициента концентрирования приближается к коэффициенту распределения. Метод опробован на системе вода-четырёххлористый углерод. Коэффициенты концентрирования примесей ароматических и ненасыщенных хлорорганических веществ составили 60-120. Разработанный метод концентрирования органично сочетается с газохроматографическим анализом. Пределы обнаружения исследованных примесей в воде с использованием фотоионизационного детектора составляют  $10^{-8}$ - $10^{-9}$  %. Воспроизводимость микроэкстракционного концентрирования характеризуется величиной  $s_r=0,08-0,15$ . Разработанный метод не имеет аналогов.

В *Воронежской ГТА* изучено межфазное распределение гидроксиароматических сульфокислот между бинарными смесями растворителей (этилацетат, гексан, изопропиловый, н-бутиловый и диацетоновый спирты, циклогексанон, метилэтилкетон, ацетон) и водно-солевым раствором (сульфат аммония). На примере смеси ацетон – диацетоновый спирт исследовано влияние числа и природы заместителей в ароматическом цикле на экстракцию сульфокислот. Оптимизированы условия экстракции нафтолсульфокислот и азокрасителей смесью ацетон – диацетоновый спирт из насыщенного раствора сульфата аммония в присутствии катионо- и анионоактивных ПАВ. Изучена экстракция аминокислот трехкомпонентными смесями ацетон – изопропиловый спирт – этилацетат из растворов сульфата лития. Оптимальное соотношение компонентов установлено методом униформ-планирования. Изучена экстракция полигидроксибензолов (ПГБ) смесями трибутилфосфата с разбавителями, нанесенными на полиуретановую пену. Установлены эффективные системы, обеспечивающие практически полное извлечение ПГБ из разбавленных водных растворов. Изучена экстракция нитроанилинов в системах вод – карбонат калия – диметилформамид.

В *ИГХ СО РАН* исследованы фосфорорганические соединения (7 соединений) как перспективные экстрагенты для благородных металлов (Ag, Au, Pd, Pb). Показано, что экстракционное концентрирование перечисленных элементов органично сочетается с их атомно-абсорбционным определением как с пламенной атомизацией, так и с атомизацией в графитовой печи. Экстрагенты опробованы при определении золота и серебра в горных породах и стандартных образцах в сравнении с широко применяемыми сульфидами нефти и сделан вывод, что они не уступают последним, но дают более широкие возможности в выборе условий экстракции.

В **Воронежском ГУ** проведена экстракция рутина растворителями-гомологами из щелочных растворов. Степень извлечения рутина при однократной экстракции достигает 85% при использовании в качестве высаливателей галогенидов и сульфатов щелочных металлов. Изучена экстракция водорастворимых витаминов из водно-солевых растворов алифатическими спиртами. Установлены коэффициенты распределения и степень извлечения аскорбиновой и никотиновой кислот в изученных системах.

На **кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ** изучена возможность экстракции мицеллами ОП-10 органических реагентов (ОР): фенолкарбоновых кислот трифенилметанового ряда (ФКК), азо- и бисазосоединений, фенилфлуоронов. Установлен универсальный характер явления мицеллярной экстракции по отношению к большинству ОР в присутствии NaCl. На примере ФКК показано, что эффективность мицеллярной экстракции зависит от гидрофобности соединений, введения электролитов, знака заряда ионных форм реагентов.

В **Дальневосточном ГУ** исследовано влияние «солевого фона» на процесс экстракции хинолизинидиновых алкалоидов *Maackia Amurensis*.

На **кафедре АХ МГАТХТ** изучена возможность экстракционного разделения и концентрирования тантала и ниобия из сернокислых растворов с применением алифатических спиртов и кетонов, а также их смесей. Найдены условия, позволяющие применить этот процесс в технологии и анализе металлсодержащего сырья и продуктов. Исследовано влияние природы фосфорорганической кислоты ряда фосфорная-фосфоновая-фосфиновая на экстракцию галлия, индия и сопутствующих им элементов из кислых растворов. Различие в экстракционной способности кислот использовано для разработки эффективного способа извлечения и разделения данных элементов.

### **Другие методы**

На **кафедре АХ СПбГУ** выявлены физико-химические закономерности и аналитические возможности процесса динамической хроматомембранной газовой экстракции летучих органических соединений из неподвижной водной пробы. Разработаны адекватная физико-химическая модель и математическое описание указанного процесса с учетом адсорбции на поверхности твердофазного носителя. В отличие от исследованного ранее варианта хроматомембранной газовой экстракции с одновременным движением потоков анализируемой жидкости и потока газа-экстрагента, рассчитанного на использование больших объемов пробы, разработанный вариант позволяет анализировать пробы жидкости ограниченного объема (1-2 мл и менее), что предпочтительнее при проведении массовых лабораторных анализов. Рассмотрены закономерности хроматомембранного массообменного процесса в системе жидкость – газ применительно к насыщению кислородом (оксигенации) физиологического раствора и донорской крови. Выявлено влияние геометрических размеров и макропористой структуры бипористой матрицы на эффективность этого процесса. Подтверждена более высокая эффективность хроматомембранного варианта оксигенации водных растворов по сравнению с традиционным, основанным на диффузии кислорода через газопроницаемую мембрану.

В **лаборатории газовой хроматографии СПбГУ** предложена схема точного микротвердофазного концентрирования (ПМТФ) экотоксикантов, совмещающая стадии отбора и подготовки проб и позволяющая исключить операцию криофокусирования в ходе термодесорбции и последующего газохроматографи-



ческого анализа. С использованием предложенной схемы ПМТФ концентрирования разработаны способы и методики анализа ароматических углеводородов в газовых матрицах и водных растворах, обеспечивающие возможность определения простейших гомологов этого класса в водных растворах на уровне до 0,05 мкг/л, а в парогазовых смесях до 0,01 мг/м<sup>3</sup> ( $s_r \leq 0,15$ ), в том числе в табачном дыме, а также методика определения фосфина в составе продуктов высокотемпературного гидрогенолиза ФОС. Подготовлены и испытаны плоские концентраторы для твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ), заполненные углеродистыми материалами C<sub>60</sub> и карбохромом В при анализе водных растворов фенолов и крезолов (или газовой смеси ароматических углеводородов). Объем прокачанной газовой смеси варьировался от 50 до 200 мл. Показано, что концентраторы данного типа могут быть использованы для изучения реакции каталитического превращения нитрилов в амиды, а также для изучения продуктов термодеструкции полимеров. Установлено, что плоские концентраторы с индивидуальным фуллереном и ДБ-24-К-8 на инертном носителе могут обеспечить устойчивое определение простейших ароматических углеводородов в паро-газовых смесях на уровне ~0,01 мг/м<sup>3</sup>, что ниже ПДК.

**В институте сцинтилляционных материалов НАН Украины** предложен новый метод определения общего содержания растворенных и взвешенных веществ различной природы в природных и питьевых водах по длине непрозрачной части ледяного слитка, получаемого после направленной кристаллизации воды. Метод свободен от источников систематических погрешностей, присущих традиционному методу определения «сухого остатка», а также от ограничений методов определения суммы главных ионов, криоскопии, эбулиоскопии и измерения электропроводности. Достоинствами предложенного метода являются автоматизация процесса, его производительность (1,5 – 3 ч), небольшой объем пробы (15 мл) и возможность определять общую минерализацию газированной воды. Создан и исследован новый пористый сцинтиллятор для сорбционного концентрирования трансурановых элементов из природной воды и определения их концентраций по  $\alpha$ -излучению, измеряемому сцинтилляционным методом в условиях 4 $\pi$ -геометрии.

**Представленные материалы по методам разделения и концентрирования свидетельствуют, что основными методами по-прежнему остаются сорбционные и экстракционные. Среди новых сорбентов и экстрагентов, предложенных за отчетный период, можно отметить материалы с молекулярными отпечатками органических соединений и новые ионные жидкости (кафедра АХ МГУ), комплексообразующие сорбенты с группами фосфинатов, карбамоилметилфосфинатов и метилendifосфиндиоксида на основе сополимера стирола и акрилатного полимера ХАД-7 (ГЕОХИ РАН), химически модифицированные кремнеземы (Красноярский ГУ). Большое внимание уделялось аппаратурному оформлению процессов разделения и концентрирования. Разработан метод микрокапельного экстракционного концентрирования (ИХВВ РАН совместно с Нижегородским ГУ им. Н.И. Лобачевского), созданы реакторы для химико-сорбционного концентрирования альдегидов, кетонов и аминов из воздуха (НИИ химии Нижегородского ГУ), разработаны плоские концентраторы, заполненные углеродистыми материалами C<sub>60</sub> и карбохромом, для твердофазной микроэкстракции фенолов и крезолов и предложена схема проточного микротвердофазного концентрирования экотоксикантов в газовых матрицах и водных растворах (лаборатория газовой хроматографии СПбГУ), предложен хроматомембранный вариант оксигенации физиологического раствора и донорской крови (кафедра АХ СПбГУ). Весьма инте-**

*ресны проведенные исследования по разработке методов выделения и концентрирования лекарственных препаратов и биологически активных веществ: сульфаниламидных препаратов (кафедра химии Липецкого ТУ), цефалоспориновых антибиотиков, левомицитина сукцината и хинолизиновых алкалоидов (Дальневосточный ГУ), водорастворимых витаминов и рутина (Воронежский ГУ). В целом можно отметить, что большинство выполненных в 2004 г. научных исследований отражают мировые тенденции в развитии методов разделения и концентрирования.*

### **Титриметрия**

*На кафедре радиохимии СПбГУ установлена возможность применения слабоселективных сенсоров на основе полупроводниковых соединений из арсенида и антимонида индия в качестве индикаторных для кислотно-основного, осадительного, комплексометрического титрования анионов.*

*Омский ГУ.* Теоретическим путем выведены расчетные формулы, связывающие степень протекания реакции в произвольный момент титрования с величиной константы равновесия, количеством введенного реагента и коэффициентом разбавления титруемого раствора. Формулы применимы для реакций любого типа и использованы для компьютерного моделирования линейных кривых инструментального титрования (например, фотометрического). Показано, что традиционный способ нахождения т.экв. путем экстраполяции практически линейных участков кривой титрования (начального и конечного) при неколичественном протекании реакции приводит к систематическим погрешностям (заниженным результатам анализа). Разработан алгоритм прогнозирования таких погрешностей, применимый для реакций любой стехиометрии. В ходе компьютерного эксперимента показано, что величина погрешности возрастает при переходе к реакциям с меньшей константой равновесия, а также при использовании более разбавленных растворов титранта. Выводы подтверждены в реальном комплексометрическом титровании модельных растворов с фотометрическим контролем процесса.

*Томский ГУ.* Дано математическое описание процесса дифференцированного потенциометрического титрования смеси ионов металлов М и N низкоденатным лигандом Y с использованием индикаторного электрода, обратимого по лиганду. Модель использована в компьютерном эксперименте для расчета данных титрования методом Монте-Карло и решения обратной задачи моделирования – поиска последовательных точек эквивалентности и констант устойчивости комплексов MY и NY на основе кусочно-линейного преобразования кривой титрования.

*В Институте сцинтилляционных материалов НАН Украины* предложены приемы устранения источников систематических погрешностей, обусловленных присутствием воды на поверхности и в объеме колб для титрования, а также «метанольным эффектом» при определении воды в органических растворителях и функциональных материалах с использованием реактива К.Фишера. Показана эффективность использования фонового красителя – метиленовой сини – при визуальном установлении точки эквивалентности в случае применения разбавленных растворов титранта, необходимых для определения малых количеств воды.

## **Кинетические методы**

На кафедре АХ МГУ разработана методика определения 1,1-диметилгидразина по активирующему или ингибирующему эффекту в реакции окисления 3,3',5,5'-тетраметилбензидина кислородом воздуха с персульфатом в качестве инициатора для анализа природной воды и почвенных вытяжек на бумажном фильтре с использованием рефлектметра, а также с визуальной регистрацией.

## **Биохимические и биологические методы анализа**

Наиболее активно и успешно исследования в области биохимических методов анализа проводятся на кафедре аналитической химии Казанского ГУ; они посвящены созданию электрохимических ферментных и иммуноферментных сенсоров. Так, разработаны пероксидазные сенсоры на основе графитовых электродов, модифицированных полианилином, для определения активности пероксидазы, концентрации пероксида водорода и некоторых субстратов пероксидаз. Сигналом ферментного сенсора служит биокаталитический ток восстановления активного центра пероксидазы в присутствии пероксида водорода. Диапазон определяемых концентраций пероксида водорода в режиме проточно-инжекционного анализа – 50 мкМ - 10 мМ. Разработана методика определения промазина и хлоропромазина с пределами обнаружения 0.8 и 2 мкМ соответственно.

Разработаны методики определения остаточных количеств фосфорорганических пестицидов в зерне (рис, кукуруза, ячмень) и винограде с использованием амперометрических холинэстеразных сенсоров. Оценена скорость деградации фосфорорганических и карбаминатных пестицидов в виноградном соке в процессе его ферментации и в почвенных экстрактах в режиме биологической очистки (при контакте с суспензией активного ила).

Разработаны ДНК-сенсоры для определения антител к ДНК на основе изменения скорости окисления электрохимически активных индикаторов – производных фенола и комплексных соединений металлов.

Разработаны амперометрические иммуноферментные сенсоры на основе одно- и многоканальных печатных электродов для определения 10 пг/мл - 1 мкг/мл бактериального антигена (Аг) *Klebsiella pneumoniae* и 10 пг/мл - 10 мкг/мл специфических антител (Ат) против патогенного гриба *Candida albicans*. Сенсоры использованы для определения инфекционных и аллергических агентов в сыворотке крови человека.

Разработаны конкурентный и неконкурентный варианты метода электроиммуноанализа для определения РНКаз на примере панкреатической РНКазы (барназы) и РНКазы *Bacillus intermedius* (биназы), осуществляемые с помощью амперометрических иммуноферментных сенсоров. Нижние границы определяемых концентраций панкреатической РНКазы и РНКазы *Bacillus Intermedius* в неконкурентном варианте составили 1,2 и 3,1 мкг/мл соответственно, в конкурентном - с<sub>н</sub> РНКазы А - 21 нг/мл.

Предложена модель амперометрического иммуносенсора для определения сульфаметазина (с<sub>н</sub>=5,3 нг/мл). Показана возможность использования предлагаемых вариантов иммунохимического анализа для определения изученных соединений в лекарственных формах, сыворотке крови, пищевых продуктах (молоке), природной воде.

Предложены электрохимические иммуносенсоры на основе пероксидазы и антител против нонилфенола и цефтазидима, иммобилизованных совместно на

печатных углеродных электродах, позволяющие определять до 0.1 мкМ и 0.1 нМ указанных соединений.

**На кафедре НХ Казанского ГУ** разработана методика изучения реакционной способности такого сложного многофункционального биополимера, как иммобилизованная ДНК (д-ДНК). Спектрофотометрическим и вольтамперометрическим методами определены равновесные концентрации ионов металлов (Cu(II) и Fe(III)) в растворах д-ДНК. Предложенная методика может быть использована в анализирующих устройствах различного назначения для определения тяжелых металлов, их комплексов, комплексов платиновых металлов с противоопухолевой активностью, антител к ДНК на уровне 2-5 нМ.

Установлен характер влияния ионов Mn(II) и Zn(II) на каталитическую активность аспарагиновой протеиназы *Candida albicans*: Zn(II) при концентрациях 10 – 100 пМ и 0,01 - 10 мкМ и в диапазоне pH 3.2-6.3 ингибирует фермент, а при концентрации 1 мкМ и pH 5.5 активизирует. Ионы Mn(II) при концентрациях менее 0,5 мкМ и pH 3.2-6.3 проявляют только ингибирующее действие вплоть до денатурации фермента.

**На кафедре АХ МГУ** продолжают успешно развиваться работы по изучению свойств и применению в анализе ферментов, выделенных из различных источников, в частности щелочных фосфатаз животного и бактериального происхождения. В результате изучения влияния ионов щелочноземельных металлов на фосфатазы различного происхождения разработана методика определения ионов магния, кальция и бария ( $c_n$  - 14, 24 нг/мл и 0.8 мкг/мл, соответственно), основанная на использовании их либеративного действия на щелочную фосфатазу из тонкой кишки гренландского тюленя, предварительно ингибированную нитрилтриметилен-фосфоновой кислотой.

Показана возможность сочетания фототермической спектроскопии и иммуноферментного анализа для определения фемтомольных абсолютных количеств *l*-аминофенола в фармацевтических препаратах парацетамола. Определение *l*-аминофенола основано на распределении в поверхностном слое окрашенного трейсера TRITC-PAP (обладающего сродством к изучаемым антителам продукта взаимодействия триэтиламинродаминиоцианата и *l*-аминофенола) и неокрашенного определяемого продукта.

**На кафедре химической энзимологии МГУ** продолжают работы по созданию чувствительных и экспрессных методик поляризационного флуороиммуноанализа (ПФИА) для определения биологически активных веществ: нонилфенола – основного продукта деградации неионных детергентов, загрязнителя зерна охратоксина А, сульфадиазина, сульфаметазина (пределы обнаружения 3, 0,2 и 6 нг/мл соответственно) с использованием различных по специфичности антител и трейсеров. Предложен новый иммуноген и получены специфичные антитела на сульфаниламид, являющийся основным метаболитом фунгицида асулам, который используется для лечения пчел. Разработана методика ПФИА для определения сульфаниламида с пределом обнаружения 70 нг/мл в 50 мкл образца. Оптимизированы условия пробоподготовки образцов молока для проведения ПФИА. Время определения одного образца не превышает 10 мин.

Разработан быстрый и чувствительный метод определения нонилфенола (предел обнаружения - 10 нг/г) с использованием оптического биосенсора, основанного на использовании принципа поверхностного плазмонного резонанса.

Разработан иммуноферментный метод определения миоглобина в сыворотке/плазме крови пациентов для раннего диагностирования острого инфаркта миокарда.

**В Липецком ГТУ** изучены закономерности формирования аналитического сигнала пьезокварцевого иммуносенсора в жидких средах при определении сульфопрепаратов и фенолов. Разработаны экспрессные, высокочувствительные методики определения 1-100 нг/мл сульфаметоксазола, сульфадиметоксина и нилфенола в жидких средах в проточно-инжекционном режиме с применением пьезокварцевого иммуносенсора в качестве детектора.

**Результаты исследований, проводимых в перечисленных научных коллективах и посвященных созданию новых ферментативных и иммунохимических методов, биосенсоров, являются весьма заметным вкладом в развитие современного химического анализа. Они выполнены на высоком уровне и признаны мировым аналитическим - биохимическим сообществом, о чем свидетельствуют многочисленные публикации в международных изданиях.**

### **Тест-методы**

**Чувашский ГУ.** Изучена возможность применения для тест-определения ионов тяжёлых металлов в природных и сточных водах индикаторных бумаг с иммобилизованными дитизонатами металлов. Показана возможность обратимого изменения адсорбционных и оптических характеристик иммобилизованных дитизонатов при облучении, приводящего к варьированию селективности полученных тест-бумаг.

**ГЕОХИ РАН.** В развитие сорбционно-спектроскопических и тест-методов определения элементов на волокнистых, наполненных ионообменниками, материалах изучено влияние маскирующих комплексообразователей на повышение избирательности определения при совместном присутствии Th(IV), Zr(IV), U(VI), La(III) или Pd(II), Hg(II), Ag(I). Решена задача избирательного определения Th(IV) на фоне La(III), Zr(IV) и U(VI) с арсеназо М на твердой фазе ПАНВ-АНКБ-50. Показана возможность группового определения Pd(II), Hg(II) и Ag(I) и избирательного определения Pd(II) с дитизоном (ПО 10 нг/мл) из одной пробы на ПАНВ-АВ-17 путем измерения коэффициента диффузного отражения при двух длинах волн 580 и 680 нм соответственно.

**МГУ, кафедра АХ.** Разработан набор "НО-ТЕСТ" для экспрессного спектрофотометрического определения нитрат-ионов в крови и моче (совместно с Научным центром здоровья детей РАМН). Разработаны индикаторные трубки для определения ионов олова(II) в реагентах для получения радиофармпрепаратов (совместно с Медицинским радиологическим научным центром РАМН). Разработана тест-методика определения магния на основе его активирующего действия на каталитическую активность щелочной фосфатазы из кишечника цыпленка. Для визуальной регистрации аналитического сигнала (времени появления интенсивной синей окраски в пятне на поверхности носителя - хроматографической бумаги) использована сопряженная система из двух последовательно протекающих реакций: ферментативного гидролиза *п*-нитрофенилфосфата и некаталитической реакции образования продуктом первой реакции – фосфат-ионом – желтого фосформолибденового комплекса с последующим его восстановлением аскорбиновой кислотой.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ.** Разработаны индикаторные бумаги и ксерогели кремниевой кислоты с иммобилизованными нингидрином для тест-определения  $\alpha$ -аминокислот ( $\text{НГОС}_{\text{аланина}} = \text{НГОС}_{\text{валина}} = \text{НГОС}_{\text{изолейцина}} = 10^{-6}\text{М}$ ); *п*-диметиламинокоричным альдегидом и *п*-диметиламинобензальдегидом для тест-

определения ароматических аминов. Осуществлен синтез и проведена иммобилизация устойчивых солей диазония (тетрафторбората 4-хлорфенил-диазония и тетрафторбората 4-сульфофенил-диазония) на бумажных носителях. Определение концентрации  $\alpha$ -аминокислот и ароматических аминов проводили визуально и с помощью сканер-технологии. (НГОС<sub>□-нафтамина</sub> =  $10^{-6}$  М; НГОС<sub>п, м-фенилендиамина</sub> =  $5 \cdot 10^{-5}$  М; НГОС<sub>о-фенилендиамина</sub> =  $5 \cdot 10^{-3}$  М; НГОС<sub>новокаина</sub> =  $10^{-4}$  М).

**ИОНХ РАН.** Разработаны три группы новых аналитических реагентов для тест-методов определения приоритетных элементов с повышенными метрологическими характеристиками.

**Группа 1.** Синтезированы 1-фенил-3-метил-5-(4-метил-6-метоксипиримидин-2-ил)-формазан (1), 1-фенил-3-метил-5-(бензоксазол-2-ил)-формазан (2), 1-фенил-3-метил-5-(бензтиазол-2-ил)-формазан (3) и 1,5-бис(бензоксазол-2-ил)-3-метилформазан (4) и их мезоцеллюлозоаналоги. Реагенты 1-4 образуют интенсивно окрашенные соответственно в фиолетовый, пурпурный, темно-фиолетовый и синий цвета соединения с платиновым катализатором (ПК), содержащим два атома платины, ковалентно связанные с двумя бициклоеновыми фрагментами и двумя этокси группами. Взаимодействие идет с образованием из одного комплекса диплатины двух комплексов, каждый из которых включает один атом платины с одним бициклофрагментом ПК и одной молекулой формазана. В то же время с бромидом платины(II) формазаны образуют соединения серовато-черных цветов состава 1 : 1. Ковалентная иммобилизация формазанов 1-4 на модифицированную целлюлозную бумагу приводит к получению реагентных индикаторных бумаг (РИБ), которые не взаимодействуют с ПК по стерическим причинам. Разработан метод определения ПК с помощью РИБ. Определению не мешают щелочные, щелочно-земельные и тяжелые металлы.

**Группа 2.** Получены целлюлозные бумаги (ЦБА), содержащие ковалентно иммобилизованные 1,3-бис(2-аминофенил)-1,3-диоксапропан, 1,4-бис(2-аминофенил)-1,4-диоксабутан, 1,5-бис(2-аминофенил)-1,5-диоксапентан, 1,6-бис(2-аминофенил)-1,6-диоксагексан, 1,7-бис(2-аминофенил)-1,7-диоксагептан, 1,7-бис(2-аминофенил)-1,4,7-триоксагептан, 1,10-бис(2-аминофенил)-1,4,7,10-тетраоксадекан, 1,13-бис(2-аминофенил)-1,4,7,10,13-пентаоксатридекан. Двумя методами определена их статическая обменная емкость (СОЕ). Взаимодействием диазотированных ЦБА с пирокатехином (серия 1), 2-нафтолом (серия 2), гетерилгидразоном (серия 3) получены три серии РИБ. У серий 1 и 2 не проявляется склонность к взаимодействию с тяжелыми металлами, но три реагента проявляют избирательность при образовании окрашенных соединений с золотом(III); серия 3 характеризуется способностью к образованию в кислой среде окрашенных соединений с палладием.

**Группа 3.** Созданы реагентные индикаторные полосы (РИП) для определения нитрата. Преимуществом РИП перед известными является то, что определению нитратов не мешают нитриты. Выделен продукт цветной тест-реакции – 3-гидрокси-6-(2-карбокисфенилазо)-7,8-бензо-1,2,3,4-тетрагидрохинолин – и установлено его строение методами ИК,  $^1\text{H}$  ЯМР – спектроскопии, РСА. Проведено определение нитратов и нитритов в пищевых продуктах, напитках, винах, водах, природных источниках.

**Наиболее интересными достижениями в области тест-методов, отмеченными на всероссийском семинаре по тест-методам, прошедшем в Саратове в июне 2004 г., явились развитие работ в области метрологии визуальных тест-методов, создание новых аналитических тест-реагентов и тест-методов, перспективность иммуно-методов. Семинар собрал около ста докладов. Тенденция развития тест-методов характе-**

*ризуется некоторым спадом: закончился некоторый бум, вызванный повышенным интересом к данной теме некоторых известных ученых. Ни опережения, ни отставания от мирового уровня не наблюдается. Но наблюдается подвижка в производственном выпуске тест-средств в России.*

*Краткие, без конкретных данных отчеты не позволяют сделать какие-то крупные обобщения.*

## **Электрохимические методы**

### **Потенциометрия (в том числе ионометрия)**

**В Дагестанском ГУ** оценены электрохимические характеристики связанного водородного электрода в водных и водно-органических растворах борной кислоты с целью разработки ее потенциометрического метода определения. Изучено влияние ряда углеводов (глюкоза, фруктоза и сахароза) на потенциометрические характеристики борной кислоты. Наилучшие результаты получены с глюкозой. Возможно определение этой кислоты в ацетоновых и водно-ацетоновых растворах методами прямой потенциометрии и потенциометрического титрования.

**На кафедре АХ МГУ** исследованы пластифицирующие свойства ионных жидкостей по отношению к различным полимерным материалам, исследованы свойства мембран на основе полиметилметакрилата (для использования в ионселективных электродах). Показано, что ионная жидкость 1-бутил-3-диметилимидазолий бис[(трифторметил)-сульфонил]имид обладает пластифицирующими свойствами по отношению к полиметилметакрилату; мембрана, полученная на основе смеси данных соединений, проявляет потенциометрическую чувствительность к гидрофобным органическим катионам. Установлено, что пластифицированные о-нитрофенилоктиловым эфиром ПВХ-мембранные электроды на основе классических анионообменников проявляют высокоселективный катионный/анионный отклик в растворах ионных жидкостей с катионами - производными имидазола и анионами - гексафторфосфатом и бис[(трифторметил)-сульфонил]имидом. Это положено в основу экспрессного и надежного ионометрического определения растворимости в воде ионных жидкостей.

**СПбГУ, НИИ химии.** Установлены границы полной электродной функции на разных электродных материалах в редокс-системе  $I_3^-/I^-$ , изучена селективность этой системы в связи с потенциометрическим определением молекулярного кислорода по Винклеру как в чистых, так и в загрязненных примесями водах. Разработан способ бездиафрагменного кулонометрического генерирования стандартной добавки йода при определениях пероксида водорода и глюкозы с использованием иодометрии. Подтвержден 100% выход по току при бездиафрагменном электролизе и доказана обратимость функционирования индикаторных электродов в растворах системы  $I_3^-/I^-$  в условиях анализа глюкозооксидазным методом.

Продолжено систематическое изучение редоксметрических стеклянных электродов, индикаторная мембрана которых модифицирована углеродными материалами (мелкозернистый графит, активированный уголь и др.) для достижения редокс-селективности к компонентам окислительно-восстановительной системы  $O_2/H_2O_2$ . Доказана обратимость электродов к  $H_2O_2$  в диапазоне  $5 \cdot 10^{-6} - 10^{-1}$  М в щелочных средах ( $pH > 12.7$ ).

Для реализации потенциометрического анализа глюкозы в крови исследовано поведение платиновых электродов, поверхность которых модифицировалась компонентами системы  $I_2/I^-$ . Схема анализа включала ферментативное окисление

глюкозы кислородом до глюконовой кислоты и  $H_2O_2$  с последующим каталитическим взаимодействием  $H_2O_2$  с  $I^-$ . При определениях концентраций  $H_2O_2$  ниже  $10^{-3}$  М точность и воспроизводимость полученных результатов выше, чем в химических методиках. По сравнению с амперометрией потенциометрическая методика более проста.

**СПбГУ, кафедра радиохимии.** Разработаны мультисенсорные системы, расположенные на одном полупроводниковом субстрате Si/SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> в виде тонкослойной, чувствительной мембраны на основе полимерных пленок. Показана принципиальная возможность определения с помощью LSST-мультисенсорных систем концентрации ряда ионов (например, Li, K, Ca, Mg) существенно более низких, чем позволяют пределы обнаружения для отдельных сенсоров. Получены принципиально новые микробиосенсоры.

**Уральский ГУ.** Продолжены работы по созданию новых никель- и свинец-селективных электродов на основе перспективных неорганических материалов. Выполнено комплексное исследование физико-химических основ получения, химической устойчивости, аттестация и апробация в аналитической практике ИСЭ на основе никельсодержащих сложных ниобатов, гексаферритов свинца-стронция и интеркалатных соединений на основе диселенидов титана. Методом двухстадийного синтеза получены никельсодержащие интеркалатные материалы Ni<sub>x</sub>TiSe<sub>2</sub> (x = 0.05, 0.1, 0.2, 0.25, 0.33, 0.5, 0.65) со слоистой структурой и выполнена их рентгенографическая аттестация. С привлечением литературных данных и результатов собственного эксперимента обоснована возможность проявления Ni<sub>x</sub>TiSe<sub>2</sub> электродноактивных свойств, в частности, селективности по отношению к ионам Ni<sup>2+</sup>. На основе синтезированных интеркалатов сконструированы пленочные электроды с твердым контактом. Определены основные характеристики ИСЭ: коэффициенты селективности, время отклика (5 – 20 минут), время жизни электрода (до 1 года), рабочая область рН (2.0 – 5.5), крутизна и интервал линейности основной электродной функции. Сделан вывод о существенном расширении функциональных возможностей сложнооксидных соединений. Используемая керамическая технология доступна; материалы обладают химической стойкостью; электроды простоты в изготовлении и обладают удовлетворительными и воспроизводимыми электрохимическими характеристиками. Это свидетельствует о перспективности использования новых ИСЭ в реальной аналитической практике, в частности, для экспрессного определения тяжелых металлов в объектах окружающей среды.

**Томский ПУ, кафедра ФАХ.** С помощью рентгеновской фотоэлектронной и ИК-спектроскопии, а также лазерной эллипсометрии проведено комплексное изучение поведения органической пленки, образующейся на поверхности йод-селективного электрода при выдерживании его в моче. Показано, что пленка, образующаяся на поверхности мембраны электрода, представляет собой наносистему толщиной более 100 нм; с увеличением продолжительности выдерживания ИСЭ в анализируемом растворе возможен рост пленки до 200 нм. В состав пленки входят как неорганические, так и органические соединения, содержащие, по данным РФЭС, азот-, фосфор-, хлор- и сераорганические соединения и ряд других, что может соответствовать соединениям, содержащимся в моче (мочевая и молочная кислоты, мочевины, аминокислоты, белок). Введение в анализируемую пробу 30 % раствора этанола в соотношении 1:1 позволяет задержать образование пленки на поверхности мембраны на период проведения анализа. Так, за первые 10 мин толщина пленки на образцах-имитаторах уменьшается с 108 – 115 до 51-78 нм. Этот прием удаления пленки рекомендовано использовать при определении йодид-ионов в моче потенциометрическим методом с использованием



йод-селективного электрода.

**Томский ГУ.** Дано математическое описание процесса дифференцированного потенциометрического титрования смеси ионов металлов М и N низкоденатным лигандом Y с использованием индикаторного электрода, обратимого по лиганду. Модель использована в компьютерном эксперименте для расчета данных титрования методом Монте-Карло и решения обратной задачи моделирования – поиска последовательных точек эквивалентности и констант устойчивости комплексов MY и NY на основе кусочно-линейной преобразования кривой титрования. Разработана компьютерная программа SIMCURV, реализующая алгоритм численного статистического моделирования кривой дифференцированного потенциометрического титрования катионов металлов в их смеси по реакциям дробного осаждения. На данных титрования, рассчитанных методом Монте-Карло для различного уровня нормально распределенных погрешностей измерения электродного потенциала и переменного числа рабочих точек, спрогнозировано количественное влияние этих факторов на случайную погрешность оценивания последовательных точек эквивалентности.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ.** Установлены закономерности формирования фазовых границ твердоконтактных потенциометрических сенсоров, селективных к поверхностно-активным веществам различных типов. Показано определяющее влияние на их электроаналитические свойства природы электронных проводников, природы электродноактивных соединений (ЭАС), состояния ЭАС в водной и органической средах, состава и соотношения компонентов мембран. На основании закономерностей изменения электрохимических свойств сенсоров на основе алкилсульфатов алкилпиридиния ( $n=10-18$ ) показано, что растворимость ЭАС, константы экстракции дибутилфталатом, константы диссоциации в фазе мембраны зависят от длины углеводородного радикала алкилсульфата и катиона алкилпиридиния, входящих в состав ЭАС. Сопротивление мембран, скорости переноса, коэффициенты потенциометрической селективности, пределы обнаружения ПАВ зависят от гидрофобности ПАВ. Оценены величины инкремента  $-CH_2$ -групп в химические и электрохимические параметры мембран. Установленные закономерности влияния гидрофобности ПАВ на физико-химические параметры алкилсульфатов алкилпиридиния и электроаналитические характеристики мембран на их основе позволяют обоснованно выбирать ЭАС потенциометрических сенсоров для решения конкретных аналитических задач.

### **Вольтамперометрия и полярография (включая инверсионный вариант)**

**Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины.** Показана возможность определения ультрамалых содержаний таллия в питьевой воде (до  $3 \cdot 10^{-4}$  мг/л, что 7 раз меньше ПДК), а также в иодиде цезия в сцинтилляционных монокристаллах CsI:Na (до  $3 \cdot 10^{-7}$  мас.%) с использованием переменноточковой инверсионной вольтамперометрии на стационарном ртутном электроде клапанного типа, ацетатного буферного раствора в качестве фонового элетролита и комплекса III как агента, маскирующего Pb(II).

**Уральский ГЭУ.** Разработан метод прямой катодной вольтамперометрии с использованием модифицированных графитсодержащих электродов для оценки тиолдисульфидного соотношения биологических жидкостей. Суть метода состоит в определении доли ионов металла, вступивших во взаимодействие с соединениями, содержащими SH-группы, с образованием труднорастворимых тиолатов металла в соответствии с уравнением реакции:



Сигналообразующей является электрохимическая реакция восстановления ионов металла на поверхности толстопленочного модифицированного углеродсодержащего электрода. В присутствии тиолов происходит уменьшение тока восстановления ионов металла пропорционально количеству введенного тиола. Критериями выбора металла являлись способность образовывать труднорастворимые соединения с тиолами; простота ВА обнаружения ионов металла; большая прочность тиолата металла по сравнению с аммиачным комплексом того же металла. Наиболее полно всем этим требованиям удовлетворяли ионы кадмия, сигнал восстановления которых был использован в качестве аналитического.

Разработана и аттестована УНИИМ методика определения содержания кобальта в питьевых и природных водах методом инверсионной вольтамперометрии с использованием безртутного толстопленочного графитсодержащего электрода. Установлено, что нитрозо-R-соль обеспечивает наиболее высокую эффективность процессов концентрирования и определения кобальта по сравнению с другими органическими реагентами. Изучено влияние различных параметров (рН раствора, концентрации органического реагента, потенциала и продолжительности концентрирования, скорости развертки потенциала, концентрации мешающих элементов) на аналитический сигнал кобальта. Предел обнаружения кобальта составляет  $7.3 \times 10^{-12}$  моль/л (0.4 нг/л) при продолжительности концентрирования 30 с.

Разработана и аттестована УНИИМ методика определения общего содержания железа в питьевых и природных водах. Предложено использовать толстопленочный графитсодержащий электрод, модифицированный каломелью, для определения железа (III) методом инверсионной вольтамперометрии. Установлено, что из всех изученных органических реагентов пирокатехол обеспечивает наиболее высокую чувствительность определения железа (III). Предел обнаружения железа (III) составляет  $3.6 \times 10^{-10}$  М (или 0.02 мкг/л) при продолжительности концентрирования 30 с. Зависимость аналитического сигнала железа (III) от его концентрации в растворе линейна в диапазоне 0.05 – 5 мкг/л.

**Уральским ГЭУ совместно с МГУ** исследовано влияние различных факторов на свойства пленочных золь-гель сенсоров, модифицированных органическими реагентами; найдены оптимальные условия вольтамперометрического определения железа, свинца и кадмия.

**Казанский ГУ, кафедра АХ.** Предложен способ определения антимикробного препарата биопаг на уровне 0.001 мг/л по изменению сигнала окисления на стеклоуглеродном электроде метиленового синего, образующего с определяемым соединением молекулярные комплексы. Изучено влияние компонентов сточных вод (тяжелые металлы, поверхностно-активные вещества) на аналитические характеристики определения биопага.

Найдены рабочие условия электрохимической генерации супероксид анионрадикала в методе циклической вольтамперометрии. Изучены его реакции с жирорастворимыми антиоксидантами

Проведено сравнение электрохимического поведения этанола на графитовых электродах, модифицированных покрытием из гексацианоферрата (II) железа (III) (берлинская лазурь), гексацианоферрата (II) рутения (III) (ГЦФР) и гексацианорутената (II) рутения (III) (ГЦРР). Установлено, что на пленочном электроде из берлинской лазури окисления этанола не происходит, а на электродах с ГЦФР и ГЦРР наблюдается многократное увеличение тока окисления медиатора при  $E = 1.0$  В, в области окисления частиц Ru(IV), т.е. эти комплексы проявляют каталитическую активность при окислении этанола. Разработан способ вольтамперомет-

рического определения этанола на электроде, модифицированном пленкой из ГЦРР. Предложен способ амперометрического детектирования этанола на этом электроде в условиях проточного анализа. Способ вольтамперометрического определения этанола на графитовом электроде с покрытием из ГЦРР апробирован на алкогольных напитках. Установлено, что матричные компоненты не мешают определению этанола. Предлагаемый способ определения этанола по сравнению с гостированной методикой отличается высокой чувствительностью, точностью, экспрессностью и использованием малых объемов проб.

Установлено, что частицы родия, электроосажденные на графитовом электроде с поливинилпиридиновой пленкой, проявляют электрокаталитическую активность при окислении гидрохинона и пирокатехина. По сравнению с немодифицированным графитовым электродом каталитический эффект проявляется в уменьшении потенциала на 150 мВ и в многократном увеличении тока окисления органического соединения. Использование композитного электрода приводит к улучшению аналитических и метрологических характеристик вольтамперометрического определения этих антиоксидантов. Каталитический отклик модифицированного электрода был использован для определения адреналина, норадреналина и допамина, содержащих в своей структуре пирокатехиновый фрагмент, в различных фармпрепаратах.

**Дальневосточный ГУ.** Методами вольтамперометрии на платиновом и графитовом электродах в водных и смешанных водно-органических фоновых электролитах в широком диапазоне рН и потенциалов исследовано электрохимическое поведение ряда производных дифениламина. Установлена корреляция констант протолитических и окислительно-восстановительных равновесий изучаемых реагентов. Синтезированы и изучены методами ИК-, ЭПР- и люминесцентного анализа комплексы неодима, тербия и европия с реагентами дифениламинового ряда. Изучены электроаналитические и электрокаталитические свойства полученных комплексов.

**ИХТТ УрО РАН.** Метод вольтамперометрии с пастовым угольным электродом применен для определения форм состояния и уровня концентрации гидрохинона, гуминовых кислот и продуктов их фотоокисления в водной суспензии гидроксида титана. Обнаружены промежуточные неустойчивые продукты фотоокисления, связанные с восстановлением адсорбированного кислорода на поверхности диоксида титана. В ходе работ по изучению электрохимической активности систем  $V_2O_5 - TiO_2$  метод вольтамперометрии использован для определения концентрации валентных состояний титана, ванадия в поверхностных слоях соединений  $H_2VTi_{11}O_{31}$ .

**Томский ПУ, кафедра ФАХ.** Разработан теоретический подход, позволяющий рассчитывать смещение потенциала анодного пика металла при его селективном электроокислении из сплава, представляющего собой твердый раствор или интерметаллическое соединение. Теплота смешения при образовании электрохимического сплава рассчитывалась по уравнению Полинга (в случае образования на электроде твердого раствора) или с использованием подхода, предложенного Кубашевским (в случае образования на электроде интерметаллического соединения), и основанного на изменении координированности атома металла при образовании соединения.

Исследовано электроокисление ртути после электроосаждения ее в сплав с металлами - золотом, медью, таллием и кадмием. Металлы использованы в качестве модификаторов графитовых электродов с целью перевести процесс электроконцентрирования ртути из структуры адсорбционной пленки в структуру фазы металла. Показано, что использование золота в качестве модификатора позволя-

ет проводить определение ртути в объектах окружающей среды на уровне ПДК. Количество модифицирующего металла не должно быть большим ( $< 1 \cdot 10^{-5}$  г), чтобы избежать искажения вольтамперной кривой абсорбированным водородом. При количественном определении ртути методом ИВ с золотографитовым электродом применена ранее разработанная методика компенсации систематической погрешности учета базовой линии, что позволило значительно снизить систематическую погрешность определения ртути в природных водах и почвах. Найдены рабочие условия определения перренат-ионов методом инверсионной вольтамперометрии с использованием графитовых и модифицированных графитовых электродов.

Разработаны, аттестованы и внесены в Федеральный Реестр новые методики вольтамперометрического определения серебра в природных, минеральных и питьевых водах в диапазоне концентраций от 0,0005 до 0,05 мг/дм<sup>3</sup>; ртути в муке, крупах, хлебе и хлебопродуктах в диапазоне от 0,007 до 1,0 мг/кг.

**МГУ, кафедра АХ.** Предложены различные математические и методические подходы к выделению индивидуальных вольтамперометрических сигналов из общего контура в системе As(III) – Cu(II) – Hg(II), полученных на золотых и золотографитовых электродах. Показаны преимущества вейвлет-преобразования перед методами фильтрации шумов, традиционно используемыми в вольтамперметрическом анализе. Проведено сравнительное изучение вольтамперометрического поведения некоторых алифатических аминов и аминокислот на электродах, изготовленных из меди и серебра. Показано, что модифицированный медный электрод предпочтительнее для амперометрического детектирования алифатических аминов в жидкостной хроматографии без предварительной дериватизации.

Предложена новая конструкция датчика для инверсионного вольтамперометрического анализа, позволяющая осуществлять стадии электроконцентрирования и электрорастворения концентратов в разных по составу растворах без размыкания цепи. Возможности заметного увеличения избирательности анализа при использовании датчика продемонстрированы при анализе образцов, содержащих «тяжелые» солевые и органические матрицы, без предварительной минерализации, например, природных вод и соков. Разработана высокочувствительная инверсионно-вольтамперометрическая методика определения селена на предварительно модифицированном медью ртутно-пленочном электроде с применением автоматической системы замены растворов без размыкания цепи. На основании систематического изучения влияния ряда факторов (природы и структуры органического соединения R, природы электродного материала, состава и концентрации фона, электрохимических параметров) на процессы образования и растворения электрохимических концентратов состава J<sub>2</sub>BrR предложена селективная и высокочувствительная методика определения иода в пищевых продуктах и напитках.

Оптимизированы процессы модифицирования поверхности дисковых электродов из углесталла, стеклоглерода и графита на предложенном новом фоне электролита (NH<sub>4</sub>Cl + аскорбиновая кислота) ад-атомами Hg, Cu, Bi и Sb. Получена новая информация о характере влияния различных факторов на параметры аналитических сигналов и процессы разряда-ионизации компонентов указанной системы с использованием различных вариантов инверсионной вольтамперометрии.

**Томский ПУ, кафедра ФАХ.** Найдены условия количественного определения антибиотиков стрептомицина и левомицетина в водных и водно-органических средах методами дифференциальной, дифференциально-импульсной и циклической вольтамперометрии. с использованием ртутно-пленочного электрода Предложено математическое описание аналитического сигнала стрептомицина с использованием уравнения бигаусса для несимметричных пиков. Определены фи-

зико-химические параметры электродной реакции, имеющие аналитическое значение. Оценен предел обнаружения и разработаны экспрессные методики количественного химического определения стрептомицина в лекарственных препаратах (глазных каплях, порошках); левомицетина – в молочных продуктах на уровне 0,5 ПДК. Методики метрологически аттестованы и внесены в Ф.Р. МВИ.

Найдены условия количественного определения жирорастворимого витамина Е в поливитаминных препаратах, лекарственных средствах методом адсорбционной катодной и анодной вольтамперометрии и циклической вольтамперометрии в апротонных неводных средах. Определено число электронов, принимающих участие в электродном процессе. Показано определяющее влияние рН среды на катодные пики витаминов. Разработаны и метрологически аттестованы методики определения витаминов в лекарственных препаратах, биологически активных добавках к пище и кормах для животных и птиц.

**Иркутский ГУ.** Разработана методика определения поверхностно-активных свойств гуминовых и лигно-гуминовых веществ с помощью полярографии и спектроскопии ЯМР  $^{17}\text{O}$ .

**ИПМ УрО РАН.** Предложен способ системной селективности для вольтамперометрического определения элементов Ш-УІ групп периодической системы Д.И.Менделеева в растворах, содержащих органические растворители с высокой сольватирующей способностью. Способ основан на использовании принципа управления селективностью вольтамперометрического определения d-металлов в донорноактивных средах – диметилформаид- и диметилсульфоксид-содержащих фоновых электролитах и заключается во введении в анализируемый раствор органических растворителей и создании условий для образования и разряда на электроде смешаннолигандных комплексов, включающих в состав координационной сферы молекулы органических растворителей. Способ системной селективности предполагает избирательное формирование электроаналитических сигналов деполяризаторов на катодном и анодном участках циклической вольтамперограммы в зависимости от концентрационных соотношений фоновых компонентов, что позволяет повысить чувствительность и точность определений, исключить процедуры разделения и отделения сопутствующих элементов. Способ реализован на практике при вольтамперометрическом определении галлия, индия, меди и кадмия, РЗЭ, урана и ряда других элементов.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ.** Установлены корреляционные зависимости, связывающие потенциалы полярографического восстановления хинонов с их сродством к электрону.

**Кубанский ГУ.** Изучены особенности электрохимического поведения ряда органических веществ (метиленового голубого, 2-меркаптобензимидазола, цистеина и др.) на поверхности стеклоуглеродного электрода в растворе и при закреплении их в полимерную матрицу. Рассчитаны кинетические характеристики процессов.

**Кубанский ГТУ.** Исследован механизм образования предельного каталитического тока восстановления германия (IV) с миндальной кислотой, происходящего на границе ртутный капающий электрод/раствор. Экспериментальные данные показали, что градуировочные зависимости “предельный каталитический ток – концентрация лиганда” при различных концентрациях германия проходит через максимум с ростом концентрации миндальной кислоты. Обнаружено, что восстановление комплекса германия (IV) наиболее легко происходит при соотношении металл: лиганд = 1:3. При дальнейшем увеличении концентрации лиганда образуется каталитически неактивный комплекс состава 1:4, что объясняет прохождение аналитического сигнала через максимум с ростом концентрации лиганда.

## **Кулонометрия**

**Казанский ГУ, кафедра АХ.** Разработаны способы определения некоторых катехоламинов методами кулонометрического титрования и циклической вольтамперометрии. Предложена методика электрохимического определения адреналина и допамина в фармпрепаратах. Гальваностатическую кулонометрию применяли для оценки интегральной антиоксидантной емкости крови и ее компонентов у пациентов с патологиями различного генеза.

**ГЕОХИ РАН.** Продолжены работы по развитию метода потенциостатической кулонометрии. Определение двух и более компонентов в реальных объектах является сложной задачей и практически не реализовано на практике. Развитие метода потенциостатической кулонометрии в направлении многокомпонентного определения элементов является перспективной задачей. Разработаны методики определения ряда благородных металлов в объектах медицинского и косметического назначения. Для препаратов косметического назначения, имеющих сложную биоорганическую матрицу (лосьонов, мазей, гелей), разработаны методики кулонометрического определения серебра. Для стоматологических сплавов сложного состава (до пяти компонентов в различных соотношениях, включая легирующие добавки) разработаны методики кулонометрического определения Au, Cu, Pt и Pd с высокими метрологическими параметрами: с погрешностью на уровне 0,1-0,5% и относительным стандартным отклонением на уровне 0,005 и менее.

**Общая картина научных исследований и разработок в области электроанализа мало чем отличается от той, которая была в предыдущем году. Лаборатории, кафедры и группы исследователей следовали в основном традиционной тематике, в которой существенных новационных решений не наблюдается. Большинство подходов сформулированы ранее. Слабое внимание уделяется новым электрохимическим датчикам, детекторам, преобразователям для сенсоров химического состава (в том числе и биосенсорам) и устройствам, работающим в потоке жидкости. Практически не проводятся исследования морфологии поверхности электродов, модифицированных для последующего применения в качестве трансдьюсеров, с применением физических методов. Органический вольтамперометрический и кулонометрический анализ также практически не представлен. Эти перечисленные проблемы, чаще всего имеющие биомедицинский характер, актуальны и их разрабатывают в лабораториях западных стран. Обращает на себя внимание, что число исследовательских групп, представивших отчеты по электроаналитике, значительно меньше, чем число групп, участвовавших на последней конференции по ЭМА в 2004 году и представивших материалы для тезисов. Вероятно, целесообразно рассмотреть вопрос о представлении отчетов о НИР 1 раз в два года.**

## **Химические сенсоры**

Развитие исследований в области химических сенсоров в настоящее время идет по пути совершенствования уже известных типов сенсоров, применения новых материалов и новых подходов к созданию чувствительных мембран, а также к расширению областей применения сенсоров. Получает все большее развитие использование мультисенсорных систем на основе слабоселективных сенсоров и

математических методов обработки сигналов измерений, в результате чего созданные на этой основе аналитические устройства типа «электронный нос» и «электронный язык» применяются для решения конкретных аналитических задач. Интенсивность исследований в области сенсоров видна по многочисленным докладам на специальных международных конференциях Eurosensor XVIII (Рим, 2004), IMCS-04 (Токио, 2004), Eurot(r)ode (Мадрид, 2004), Eurosensor XIX (Барселона, 2005), ISOEN-05 (Барселона, 2005), причем последняя конференция целиком посвящена «электронному носу» и «электронному языку». Планируется провести следующую конференцию ISOEN в 2007 г. в Санкт-Петербурге. Основные тенденции в развитии сенсоров находят отражение в отечественных разработках, причем особое внимание уделяется биосенсорам, «электронному языку», пьезосенсорам, ПАВ-сенсорам, оптическим сенсорам и др.

В качестве примера исследований в области сенсоров можно привести темы некоторых защищенных кандидатских диссертаций:

Кудинов Д.А. (Воронежская ГТА) «Определение летучих органических соединений с применением пьезосенсоров».

Кирсанов Д.А. (СПбГУ) «Электропроводящие материалы на основе фосфиноксидов для мультисенсорных систем типа «электронный язык».

Михалева Н.М. (Саратовский ГУ) «Массивы потенциометрических сенсоров для раздельного определения гомологов анионных и неионных поверхностно-активных веществ».

Лысина М.Б. (СПбГУ) «Спектроскопия усиленного поверхностного комбинационного рассеяния» (сформулированы требования к новым сенсорным веществам для создания оптических сенсоров на основе УПКР).

Ниже представлены некоторые важные исследования, проведенные в различных университетах и академиях страны.

**НИИ химии Нижегородского ГУ.** С целью разработки сенсорных материалов для мультисенсорной системы мобильной станции атмосферного мониторинга в высокоэффективных ячейках сенсорного типа на основе многократного нарушенного полного внутреннего отражения и поверхностно-акустической волны проведены исследования газоадсорбционных, газодиффузионных и сенсорных свойств тонких (менее 0.3 мкм) пленок функциональных полимеров пяти классов в отношении пяти газов – приоритетных загрязнителей атмосферного воздуха: диоксида серы и азота, оксида углерода, аммиака и сероводорода. Найдены закономерности, связывающие химическое и фазовое строение полимеров с их газоадсорбционными, газодиффузионными и сенсорными свойствами. Кинетические кривые сорбции указывают на наличие «быстрых» и «медленных» центров сорбции газов большинством исследованных полимеров, что объясняется микрогетерогенностью фазовой структуры полимеров. Установлены вклады физической и химической сорбции в общую сорбцию газов – адсорбатов.

**Уральский ГЭУ.** Предложены подходы для создания новых сенсоров и оптимальная технология изготовления сенсоров различного назначения. Создана установка трафаретной печати для серийного производства электрохимических сенсоров. Изучены основные этапы, которые являются специфичными для метода трафаретной печати. Установка состоит из вакуумного насоса, станка для трафаретной печати с набором комплектующих деталей (рамки с сетчатыми трафаретами, ракели) и сушильного шкафа.

Исследованы токопроводящие (углерод- и серебросодержащих) и изоляционные материалы для создания сенсоров для оценки оксидантного стресса, тиол-дисульфидного равновесия и микроэлементного состава биологических жидкостей.

Сенсоры для оценки оксидантного стресса. Критериями выбора материала индикаторного электрода являлись быстрое установление потенциала и прямо-пропорциональная зависимость потенциала от логарифма отношения концентраций окисленной и восстановленной форм медиатора. Из большого количества изученных материалов (стеклоуглеродные, платиновые, золотые) критериям выбора наиболее соответствовали электроды, изготовленные из металлической платины или платиносодержащей пасты ГП-226. Для изготовления электрода сравнения в процессе потенциометрического измерения предложена сереброхлоридсодержащая паста ПСХП-1, показывающая хорошую стабильность потенциала электрода во времени.

Сенсоры для оценки тиол-дисульфидного равновесия. При инверсионно-вольтамперометрическом определении органических тиолов и дисульфидов наиболее стабильный катодный отклик цистеина был получен с использованием рабочего электрода, изготовленного напылением серебра на полимерную подложку, и углеродсодержащего сенсора, изготовленного из пасты Carbon conductor 2513 с последующим модифицированием рабочей поверхности электрода гидроксидом или хлоридом ртути(I).

Сенсоры для инверсионно-вольтамперометрического определения содержания ионов меди, свинца, кадмия, железа и цинка в крови. Разработаны электроды, изготовленные путем нанесения на подложку пасты Carbon conductor 2513 с последующим модифицированием рабочей поверхности электрода нерастворимым соединением ртути и нафтоном для защиты электрода от ПАВ, содержащихся в биологических жидкостях и мешающих определению ионов металлов, а также исключения из анализа растворимых солей ртути.

С помощью золь-гель и screen-printed технологий создан керамический композиционный электрод для определения селена(IV), обладающий большей чувствительностью и селективностью по сравнению с другими рассмотренными углеродсодержащими электродами. Изучено влияние типа и количества графитового порошка, модификатора, катализатора, порообразователя на свойства керамического композиционного электрода. Установлено, что увеличение размера пор в электроде снижает селективность определения селена(IV). Градуировочный график линеен 0.1 - 20 мкг/дм<sup>3</sup> при 10 с концентрирования. Относительное стандартное отклонение определения 1.0 и 0.05 мкг/дм<sup>3</sup> селена(IV) (n = 5) 0.03 и 0.08. Предел обнаружения селена (IV) равен 0.02 мкг/дм<sup>3</sup> при 90 с концентрирования. Получены результаты анализа природных и минеральных вод на содержание селена(IV).

Разработан безртутный толстопленочный графитсодержащий электрод, модифицированный формазаном, для определения марганца (II) методом катодной инверсионной вольтамперометрии. Предел обнаружения марганца (II) с помощью этого электрода составляет 0.04 мкг/л при продолжительности концентрирования 60 с. Зависимость аналитического сигнала марганца (II) от его концентрации в растворе линейна в диапазоне 0.1 – 30 мкг/л.

**СПбГУ, кафедра радиохимии.** Разработаны химические сенсоры на полимерной основе, содержащие фосфиноксиды в качестве активных веществ. Сенсоры успешно применены для определения ионов цинка на уровне их активности 10<sup>-9</sup> моль/л в сложных растворах, представляющих сточную воду морских судов и приготовленных на морской воде (около 0.5 моль/л натрия и другие характерные компоненты), и одновременно содержащей ряд переходных металлов (медь, свинец, кадмий) в концентрациях 10<sup>-3</sup>-10<sup>-4</sup> моль/л. Мультисенсорная система была использована для создания «электронного языка».



**В Липецком ТУ** изучена сорбция токсичных соединений (фенол, формальдегид, аммиак, ацетон, нафталин) покрытиями пьезокварцевых газовых сенсоров. Подобраны составы покрытий для определения токсикантов в воздухе в проточно-инжекционном режиме на уровне ПДК и ниже. Предложены мультисенсорные системы на основе пьезокварцевых сенсоров. Для обработки сигналов массива сенсоров применен математический аппарат метода искусственных нейронных сетей.

**НИИ химии СПбГУ, лаборатория ионометрии.** В отчетном 2004 году в лаборатории завершен крупный этап разработки оптических сенсоров нового поколения. Речь идет о сенсорах, использующих эффект усиленной поверхностью комбинационного рассеяния (УПКР). Спектроскопия УПКР – быстро развивающаяся область спектроскопии, активно применяемая для исследования монослоев молекул на микрошероховатых поверхностях или на коллоидных частицах металлов. Благодаря уникальной чувствительности этого метода перспективно развитие его аналитических возможностей, в том числе для распознавания частиц, не имеющих собственного колебательного спектра. В проведенной работе теоретически и экспериментально изучено влияние комплексообразования селективного фрагмента бифункционального лиганда (БФЛ) с компонентом раствора (ионом лития) на спектр усиленной поверхностью серебра комбинационного рассеяния адсорбированного БФЛ. В качестве БФЛ применялись производные 1,10-фенантролина и 2,2'-бипиридила, ряд которых был синтезирован впервые. Новизна работы состоит в формулировке требований к новым сенсорным веществам для создания оптических датчиков на основе аналитического сигнала УПКР; в разработке модели поверхностного комплекса с переносом заряда как анион-радикала с учетом влияния металла подложки; в синтезе двух новых БФЛ, представляющих собой азагетероциклы с селективными фрагментами краун-эфиров.

На основе предложенных БФЛ могут быть созданы оптические датчики для распознавания компонентов раствора, не имеющих собственного колебательного спектра. Датчики смогут детектировать следовые количества определяемых компонентов за счет эффекта УПКР.

**В Томском ГУ** предложены прозрачные полимерные сенсоры с иммобилизованными реагентами для простого и быстрого химико-аналитического контроля объектов окружающей среды, воды и напитков. Контроль достигается визуальным или УФ-спектрофотометрическим детектированием изменения окраски сенсора. Синтезированы индикаторные материалы на Fe(II, III), Cu(II), сумму тяжелых металлов и аскорбиновую кислоту с пределом обнаружения на уровне ПДК и ниже.

**МГАТХТ им. М.В. Ломоносова, кафедра химии и технологии редких и рассеянных элементов.** Изучена чувствительность резистивных газовых сенсоров, изготовленных на основе координационных соединений d-элементов VIII группы с 4N-макролигандами (порфирины, тетраазааннулены), диоксимами, оксидоксимами, по отношению к электронодонорным (типа  $H_2S$ ,  $NH_3$ ,  $SO_2$ ) и электроноакцепторным ( $Cl_2$ ,  $Br_2$ ,  $I_2$ ) газам и парам. Показано, что действие электронодонорных газов на поверхность сенсоров имеет обратимый характер и сопровождается изменением электрофизических свойств поверхности, функционально связанным с содержанием определяемых газов в воздухе. Действие электроноакцепторных газов на поверхность газочувствительных соединений вызывает протекание объемных химических реакций, сопровождающихся образованием новых комплексов, обладающих повышенной чувствительностью к электронодонорным газам. Предложен вероятный механизм протекающих процессов. Рассмотрена роль паров в реакционной способности газочувствительных комплексов и найдены эмпирические уравнения связи проводимости поверхностного слоя некоторых комплексов с содержанием паров воды и концентрацией определяемого газа в воздухе. Показано,

зано, что данные сенсоры могут быть использованы в системах контроля состава газовых сред и экологического мониторинга атмосферы.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ.** Исследованы объемные свойства мембран на основе алкилсульфатов алкилпиридиния в условиях диффузионного массопереноса и приложенного потенциала. Установлены зависимости проницаемости и потоков ионов от концентрации электродноактивных соединений (ионных ассоциатов алкилпиридиния с гомологами алкилсульфатов натрия), природы и концентрации контактирующих растворов. С увеличением числа метиленовых звеньев в молекулах ионных ПАВ указанные характеристики уменьшаются, что связано с процессами диссоциации электродноактивных соединений в фазе мембран. С уменьшением толщины мембран проницаемость и потоки ионных ПАВ возрастают, что связано с диффузионными процессами в исследуемых мембранах. Проницаемости и потоки ионов ПАВ зависят от времени контакта мембран с раствором ионных ПАВ: через 2-3 мин данные параметры принимают стационарные значения. Полученные зависимости свидетельствуют о том, что электродноактивные соединения в фазе мембраны находятся в диссоциированном состоянии, и переносчиками зарядов в мембранах являются ионы алкилсульфатов и алкилпиридиния. Установлена неоднородность поверхности исследуемых ПВХ-пленок: размеры пор варьируют в достаточно широких пределах - 55-100 нм. Различные размеры пор связаны, вероятно, с возможной агрегацией молекул нинилфенолов. Оценены параметры перекрестной чувствительности немодифицированных и модифицированных ПАВ-сенсоров и показана возможность их применения в мультисенсорных системах типа «электронный язык» для анализа многокомпонентных растворов гомологов поверхностно-активных веществ. Обработка аналитического сигнала проводилась методом искусственных нейронных сетей.

**Совместно с ИБФРМ РАН** показаны перспективы повышения селективности ПАВ-мембран путем модифицирования их поверхности поливинилхлоридными молекулярными ситами. Установлено, что модифицированные сенсоры позволяют детектировать гомологи алкилсульфатов, алкилпиридиния с различной длиной углеводородного радикала ( $C_{10}$ - $C_{18}$ ); полиоксиэтилированные нинилфенолы, различающиеся числом оксиэтильных групп ( $m=10$ -100). Структура поверхности поливинилхлоридных мембран и молекулярных сит исследована методом электронной микроскопии.

### ***Анализ в потоке***

**На кафедре радиохимии СПбГУ** разработаны хронопотенциометрические системы типа «электронный язык» с динамическим мультисенсорным детектированием. Неизвестная концентрация компонента рассчитывается не только по амплитуде выходного сигнала, но и по полному очертанию пика с использованием средств многомерной обработки данных. Возможность практического применения таких систем продемонстрирована на примере одновременного определения переходных металлов в сложных по составу растворах при использовании мультисенсорного детектора на основе сквозных полимерных сенсоров.

**На кафедре АХ СПбГУ** разработана методика проточно-инжекционного определения сурьмы с предварительным экстракционно-хроматографическим центрированием. Разработана теоретическая модель процессов массопереноса в многофазных жидкостных потоках в каналах микрофлюидных аналитических систем. Показано, что модельные результаты удовлетворительно совпадают с экспериментальными данными. Продолжены исследования микрочипового ДНК анали-

затора, в котором реализован метод полимеразноцепной реакции в режиме реального времени (real-time ПЦР). Исследованы характеристики системы термодублирования, позволяющей быстро и с высокой точностью контролировать температуру в микрореакторе ПЦР-чипа.

**В Липецком ГТУ** изучены закономерности функционирования пьезокварцевых иммуносенсоров как детекторов в ПИА. Предложена информационно-измерительная система для ПИА на основе массо-чувствительных пьезокварцевых сенсоров с использованием малогабаритных мобильных приборов, предназначенная для анализа сред различной плотности и вязкости и позволяющая получать результаты в режиме реального времени. Разработаны методики определения сульфаметоксазола и нонилфенола в различных объектах.

**На кафедре АХ МГУ** предложен автоматизированный комплекс оборудования для проточного сорбционно-жидкостно-хроматографического определения гидрофобных органических соединений в водных растворах. Цикл анализа включает концентрирование соединений на миниколонке с сорбентом, их десорбцию, улавливание всего концентрата в петле инжектора и хроматографическое определение соединений.

Для последовательного инъекционного определения алюминия подобраны условия для его комплексообразования в неравновесных условиях потока с хромазуролом S и эриохромцианином в присутствии хлорида цетилпиридиния. Для последовательного инъекционного определения анилинов в природных и сточных водах изучены условия их диазотирования и последующей конденсации с азосоставляющей. На основании изучения влияния последовательности, скорости и объемов поступления пробы и реагентов разработаны полностью автоматизированные методики определения алюминия и анилина.

**В РХТУ им. Д.И. Менделеева** разработан способ проточно-инъекционного определения малых концентраций нитрит-ионов в поверхностных природных и сточных водах на основе их избирательной реакции с тиоцианатами и спектрофотометрической регистрацией сигнала в сочетании с предварительным *on-line* ионообменным концентрированием. Квантово-химическими методами доказана стабилизация продукта аналитической реакции – мононитрозо-S-тиоцианата и его аддуктов – с сильными кислотами в водных растворах. Производительность анализа - 300 определений в час. Предел обнаружения нитритов ( $3\sigma$ ) – 1,5 нг/мл. С использованием фотохимического восстановления нитратов до нитритов разработанный способ распространен и на определение нитратов, и на анализ их смесей с нитритами.

**На кафедре стандартизации и сертификации и АХ МГАТХТ им. М.В. Ломоносова** разработан автоматизированный метод определения иридия на основе каталитической реакции в системе непрерывного проточного анализа с воздушной сегментацией. Использовали каталитическую реакцию окисления сульфазена периодатом калия. Реакцию катализируют комплексные хлориды иридия, что позволяет определять иридий непосредственно в хлоридных растворах после вскрытия проб, минуя стадию сульфатизации. Диапазон определяемых концентраций составил  $1 \cdot 10^{-3}$  –  $1 \cdot 10^{-1}$  мкг/мл; или 0.05 - 25 % (масс) иридия в пробе.

## **Хроматографические методы**

### **Тонкослойная хроматография**

**В ИНХС РАН** предложена и реализована установка для круговой электроосмотической тонкослойной хроматографии, которая по сравнению с традиционной круговой ТСХ, характеризуется более высокой экспрессностью разделения (скорость движения хроматографических зон увеличивается в 1,8-3,4 раза), более высокой эффективностью разделения и сужением первоначально широких зон.

**В Саратовском ГУ на кафедре АХ и ХЭ** методом тонкослойной хроматографии с использованием подвижных фаз на основе циклодекстринов исследовано хроматографическое поведение 50 органических реагентов различных классов (азосоединений, основных и кислотных трифенилметановых реагентов, хинолинов, нитроанилинов, аминокислот). Найдены оптимальные условия разделения соединений различных классов в подвижных фазах на основе циклодекстринов, показана возможность применения циклодекстриновых подвижных фаз в ТСХ для разделения и определения степени чистоты коммерческих препаратов органических реагентов и красителей.

**В СПбГУ в лаборатории газовой хроматографии** предложен вариант мицеллярной высокоэффективной тонкослойной хроматографии (ВЭТСХ) для совместного определения жирорастворимых (витамины А и Е) и водорастворимых витаминов группы В (В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>6</sub> и В<sub>12</sub>) при использовании фракционного элюирования: первая подвижная фаза – бензол; вторая – водный раствор додецилсульфата натрия (0.02 моль/л). Проведена модификация пластин с использованием анионного детергента (додецилсульфата натрия с различной концентрацией) и введением его в состав подвижной фазы.

### **Газовая хроматография**

**В МГУ на кафедре АХ** разработан способ хроматографического определения фосфатов и фосфонатов в органических экстрактах, основанный на сочетании хромадистилляции и газовой хроматографии. Изучены возможности атомно-эмиссионного детектирования различных органических соединений (фосфаты, фосфонаты, ПХБ, ПАУ, n-алканы и др.) в зависимости от структуры и элементного состава соединений и найдены условия, минимизирующие зависимость сигнала этого детектора от строения определяемых веществ.

**В ИК СО РАН** продолжены исследования «золь-гель» технологии приготовления пористослойных поликапиллярных колонок (ПКК) для анализа газов. Ранее были проведены исследования по созданию ПКК с неподвижной фазой на основе оксида алюминия. Однако решать задачи разделения смесей полярных соединений, например галогенуглеводородов, на таких колонках затруднительно. В 2004 году на основе золь-гель реакций удалось получить пористослойные ПКК с оксидом кремния в качестве неподвижной фазы. Такие колонки открывают новые возможности в экспрессном разделении легкокипящих веществ и позволяют проводить разделение легких углеводородов, а также полярных соединений – галогенуглеводородов.

**В СПбГУ в лаборатории газовой хроматографии** предложен новый подход для описания хроматографических аномалий полярных сорбентов, модифицированных полярными неподвижными фазами (при увеличении содержания

фазы не только объемы удерживания, но и индексы удерживания имеют минимумы). Разработан способ сравнения хроматографических свойств неподвижных фаз и сорбентов не только с ранее известными индивидуальными фазами или сорбентами, но их сочетаниями. Способ основан на оригинальном алгоритме сравнения констант Мак-Рейнольдса. Разработан метод проверки на термодинамическую согласованность изотермических данных парофазного газохроматографического анализа концентрационной зависимости давления насыщенного пара бинарной смеси с параллельным расчетом состава сосуществующей жидкой фазы.

### ***Высокоэффективная жидкостная хроматография***

**В МГУ на кафедре АХ** сформулированы основные принципы использования градиентов потока в сочетании с пористыми монолитными хроматографическими колонками. Обнаружено улучшение эффективности разделения соединений на пористых монолитных колонках по сравнению с изофлюэнтным режимом элюирования в изократических условиях. Получен новый хиральный сорбент для ВЭЖХ – силикагель, модифицированный N-(3-сульфо, 3-карбокси)пропионилхитозаном. Изучены хроматографические параметры данного селектора в обращенно-фазовом и полярно-органическом вариантах жидкостной хроматографии. Предложен новый способ получения хиральных сорбентов с использованием гетерофазной реакции для ковалентной пришивки хирального фрагмента  $\alpha$ -хлорацетиламиноэтилбензола к аминогруппе  $\gamma$ -аминопропилсиликагеля.

**В Самарском ГУ** изучено хроматографическое поведение и разработана методика определения моноалкилгликозидов, диэтаноламидов алкилбензолсульфокислот, сорбитола, смесей нПАВ в сырье для производства моющих средств.

**В ГЕОХИ РАН** разработан жидкостной хроматограф для противоточной хроматографии. Прибор предназначен для разделения и определения элементов (в том числе радионуклидов) и органических веществ при анализе сложных многокомпонентных растворов, объектов окружающей среды (почв, илов, донных отложений), геологических образцов, а также особо чистых реагентов.

Разработаны математические модели и компьютерные программы для моделирования методов высокоэффективной хроматографии (газовой и ионной), базирующиеся на фундаментальных теоретических разработках в области описания равновесия и кинетики в процессах адсорбции и ионного обмена. Проведена дальнейшая модернизация созданной в ГЕОХИ программы для адекватного моделирования ионной хроматографии, IONCHROM, с целью расширения класса рассчитываемых с ее помощью режимов анализа ионных смесей, в частности, для режимов многомерного и градиентного анализа.

### ***Хромато-масс спектрометрия***

**На кафедре АХ МГУ** предложен способ определения следовых содержаний изобутилкарбонилгептафторпроизводных аминокислот в органических растворах (экстрактах), основанный на извлечении примесей из раствора испарением в присутствии сорбента и ГХ/МС анализе всего концентрата.

**В Дальневосточном ГУ** методами LC-MS и GC-MS исследована фрагментация дитерпеновых алкалоидов *Aconitum kirinense*. Проведена оптимизация условий хроматографического разделения дитерпеновых алкалоидов. Показана возможность разделения и идентификации этого класса соединений, выделенных

из *Aconitum kirinense*, методом GC-MS. Алкалоид тугиаконитин, представитель дитерпеновых алкалоидов *Aconitum kirinense*, присутствует в растении в виде трех изомеров. Методом GC-MS исследован состав хинолизидиновых алкалоидов *Maackia Amurensis*. Впервые идентифицированы N-ацетилцитизин и 4,5-дегидромаакиамин.

### **Иные хроматографические методы**

**В МГУ на кафедре АХ** ведутся работы по хроматофокусированию и моделированию внутренних градиентов pH. Показана возможность формирования градиентов pH с использованием однокомпонентных элюентов, содержащих карбоновые кислоты или аминокислоты в качестве активного компонента внутри катионообменной колонки, заполненной сорбентом на основе сверхсшитого полистирола с карбоксильными группами. С применением техники индуцирования получены нисходящие градиенты pH в капиллярах со свободной неподвижной фазой.

**В Воронежском ГУ** проведены квантовохимические расчеты структуры и свойств ионообменников. Определяющий вклад в селективность при хроматографических разделениях дают силы эластической деформации. Показано, что образование и разрыв водородной связи, образующейся между гидратными молекулами фиксированных ионов и противоионов, являются факторами, снижающими селективность ионообменников. Анализ оптимизированных структур ионообменников показал, что электростатическое взаимодействие между противоионами и фиксированными ионами оказывает малое влияние на селективность при ионном обмене.

### **Капиллярный электрофорез**

**В МГУ на кафедре АХ** изучены реакции азосочетания фенолов с фторборатом 4-нитрофенилдиазония в капилляре. Изучены возможности определения фенольных соединений в варианте электрофоретически опосредованного микроанализа. Изучено влияние некоторых растворителей на чувствительность термолинзовых измерений в капиллярном электрофорезе. Получены данные о влиянии органического растворителя на величину сигнала. С использованием хирального селектора – сульфата декстрана, изучена возможность разделения ряда хиральных веществ основного характера, включающих лекарственные вещества (тербуталин, хлорциклизин, карбиноксамин, тетрагидрозолин, хлорфенирамин, гидроксизин, доксиламин, хлорокин, орфенадрин и флуоксетин) методом капиллярного электрофореза. Установлена высокая энантиоселективность селектора по отношению к соединениям, содержащим азот в ароматическом кольце. Использован новый хиральный селектор в капиллярном электрофорезе – гептакис(6-амино,6-дезоксид)- $\beta$ -циклодекстрин – для разделения энантиомеров анионных веществ: миндальной кислоты, карбоновых и арилпропановых кислот и производных аминокислот. Исследовано влияние pH и состава буфера на хиральное разделение веществ. Применение пер-6-амино- $\beta$ -ЦД как хирального селектора впервые в капиллярном электрофорезе позволило достичь разделения энантиомеров смеси семи карбоксибензиламинокислот.

**В Ростовском ГУ на кафедре АХ** методом капиллярного электрофореза на немодифицированном кварцевом капилляре проведено разделение иодогалогенидов и галогенидов холинового ряда. Разработанные методики позволяют определять иодогалогениды в присутствии иона аммония. Методики апробированы

при количественном определении исследуемых веществ в модельных фармформах состава органический иодогалогенид: поливинилпирролидон (ПВП) 1:4.

**В СПбГУ в лаборатории газовой хроматографии** изучены возможности различных вариантов концентрирования стероидных гормонов в сыворотке крови и в моче в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии: *стэкинга* и *свипинга*. Стэкинг имеет место, когда проба перед вводом разбавляется буфером или водой; аналиты движутся с высокой локальной скоростью, концентрируясь на границе, отделяющей зону высокой проводимости рабочего электролита и низкой – образца. При *свипинге* аналиты концентрируются псевдостационарной фазой (мицеллами). Проводимость раствора образца близка проводимости рабочего электролита. На модельной смеси стероидов проведен сравнительный анализ методов концентрирования: стэкинга с обращенно-мигрирующими мицеллами, стэкинга с высокопроводящей матрицей (с использованием добавки NaCl), стэкинга с усилением поля и свипинга. Процедура стэкинга позволила увеличить УФ-концентрационную чувствительность при МЭКХ определении стероидов в 15-30 раз, а свипинга – в 100 раз (50 нг/мл).

## **Спектральные методы**

### **Методы атомного спектрального анализа**

**Атомно-флуоресцентный/эмиссионный анализ.** В **ИПТМ РАН** исследованы возможности одновременного использования лазерного флуоресцентного и эмиссионного методов анализа для контроля состава газовой фазы при катодном распылении в тлеющем разряде металлов и сплавов. Модернизирована система регистрации флуоресцентного сигнала, улучшено отношение сигнал/шум в несколько раз, благодаря чему удалось измерить флуоресценцию в диапазоне более низких энергий тлеющего разряда. При сравнении флуоресцентных спектров, полученных при разных энергиях разряда, получены следующие результаты:

- при малой энергии разряда флуоресцентный спектр представляет собой дублет. При этом линии дублета не являются симметричными, а имеют резкий спад со стороны коротких длин волн и более плавный – со стороны длинных. Возможно, это обусловлено наличием еще более тонкой структуры вращательных уровней, которая уже не может быть разрешена системой регистрации флуоресцентного сигнала;
- при увеличении энергии разряда в спектре появляются дополнительные линии, повторяющие по форме первый дублет, однако сдвинутые от него в сторону более длинных длин волн на величины 1.8 нм и 3.5 нм ( $50$  и  $100 \text{ см}^{-1}$ ), соответственно, и меньшей интенсивности, что может быть объяснено возбуждением в этих условиях части молекул оксида из первых колебательных уровней.

**В ГЕОХИ РАН** предложен и изучен источник атомизации и возбуждения, который создает новые возможности для измерения быстро изменяющихся концентраций металлов в потоке. Источник представляет собой тлеющий разряд атмосферного давления, который горит между двумя струями электролита. Размер факела составляет 1-5 мм, напряжение 0.5-1.2 кВ, сила тока - от 20 до 200 мА. В спектре разряда содержатся линии металлов, присутствующих в катодной струе. Обновляемость поверхности обеих струй обеспечивает отсутствие эффекта памяти. Высокие скорости потоков жидкости и плазмы и малые размеры факела обеспечивают малые времена отклика источника (порядка  $10^{-3}$ с). Получены гра-

дуировочные зависимости, изучено влияние скорости потока и температуры на сигнал.

**В УГТУ-УПИ** усовершенствована аппаратура и способы измерения аналитического сигнала при анализе ферросплавов методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с введением проб вдуванием в дуговой разряд. Получено значительное улучшение метрологических характеристик анализа и скорости проведения измерений. Разработана термодинамическая модель термохимических процессов для метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Модель позволяет изучать наблюдаемые явления и прогнозировать оптимальные методические условия анализа. Изучена возможность применения отрицательных атомных ионов в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

**В Томском ГУ** изучено и введено в практику атомно-эмиссионного спектрального анализа компьютерное термодинамическое моделирование (ТДМ) высокотемпературных процессов, протекающих в электродуговых источниках возбуждения при формировании аналитического сигнала. ТДМ позволяет оптимизировать поиск носителей и спектральных буферов. Моделирование проводится с помощью многоцелевого программного комплекса АСТРА. С применением ТДМ разработаны и внедрены в лабораторную практику методики анализа корундовой и циркониевой нанокерамики на содержание оксидных модификаторов и примесей.

**Атомно-абсорбционный анализ. В СПбГУ на кафедре АХ совместно с НПКФ "Люмэкс"** разработан атомно-абсорбционный анализатор с газоразрядной атомизацией. В нем предложена и успешно использована схема с ортогональным расположением тонкостенного металлического полого катода, позволяющая существенно увеличить давление балластного газа и, соответственно, чувствительность метода. С использованием разработанного анализатора создан и опробован метод анализа дымовых выбросов. В методе используется высокоэффективное ударное осаждение в полой катоде при больших линейных скоростях прокачки. Достигнутые пределы обнаружения позволяют определять содержание элементов не только в дымовых выбросах, но и в окружающем воздухе практически в реальном времени.

**Кубанский ГУ.** Теоретически и экспериментально обоснована методология определения кинетических параметров уравнения Аррениуса, описывающая процесс формирования свободных атомов в условиях ЭТААС с графитовой печью. Обоснованы допущения и условия проведения измерений. Схема апробирована посредством измерения значений энергии активации ( $E_a$ ) атомизации ряда элементов.



## **Методы молекулярного спектрального анализа**

**Люминесценция.** В Кабардино-Балкарском ГУ на кафедре неорганической и физической химии синтезирован новый замещенный сульфосалициловой кислоты - метилбутиловый эфир сульфосалициловой кислоты (МБССК), с которым тербий образует яркую люминесцентную реакцию зеленого цвета с максимумом свечения ионов тербия в комплексе Tb:МБССК= 2:3. Установлены яркие люминесцентные реакции европия и самария в растворах комплексов с МБССК в мицелярных средах. Полученные люминесцентные реакции ионов Tb, Eu и Sm в комплексах с МБССК позволяют определять эти элементы отдельно при их совместном присутствии с низким пределом обнаружения.

**В МГАТХТ им. М.В. Ломоносова на кафедре стандартизации и сертификации** исследован процесс тушения люминесценции диспрозия переходными элементами. Установлено, что процесс тушения описывается уравнением Штерна-Фольмера, оценены коэффициенты, определяющие взаимосвязь интенсивности излучения диспрозия и концентрации элементов -тушителей. Разработана методика определения Re, Mo, W при их совместном присутствии в оксидных смесях.

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ и ЗАО НИТА-Фарм** изучили влияние природы органических оснований и мицелл анионных, катионных и неионных ПАВ на флуоресценцию ионов европия (Ш) и тербия (III), сенсibilизированную представителями антибиотиков группы фторхинолонов. Показано, что интенсивность флуоресценции смешаннолигандных хелатов обоих металлов растет только в присутствии мицелл анионных ПАВ, причем для европия с ципрофлоксацином и энрофлоксацином в присутствии фенантролина (ФЕН) она на 20% больше, чем для хелатов тербия. В случае норфлоксацина, наоборот, сильнее флуоресцирует хелат тербия. Разработаны методики флуориметрического определения в мицеллах додецилбензолсульфоната натрия ципрофлоксацина в фармпрепарате «Ципролет», норфлоксацина в фармпрепарате «Ренор», а также ципрофлоксацина и энрофлоксацина в плазме крови с пределами обнаружения  $1.5 \cdot 10^{-8}$  –  $2.3 \cdot 10^{-7}$  М. ( ).

**В Саратовском ГУ на кафедрах АХ и ХЭ и общей и НХ** изучено влияние внутреннего (на примере бромпирена) и внешнего (на примере пирена и ионов таллия (I)) тяжелых атомов на фосфоресценцию полициклических ароматических углеводородов при комнатной температуре. Показано, что на фосфоресценцию пирена оказывает влияние тип и концентрация тяжелого атома, концентрация мицеллообразующего ПАВ, а также сульфита натрия, используемого для связывания растворенного кислорода. Сделан вывод, что эффект внутреннего тяжелого атома менее подвержен влиянию внешних условий, а использование внешнего тяжелого атома позволяет варьировать интенсивность и время жизни фосфоресценции люминофоров, солюбилизированных в мицеллах додецилсульфата натрия.

**Спектрофотометрия.** В Кабардино-Балкарском ГУ и ГЕОХИ РАН обнаружено существование новой фотометрической реакции на рений в комплексе с бензилглиоксимом (БГ). При восстановлении Re(VII) до Re(IV) раствором SnCl<sub>2</sub> в сильноокислой среде и добавлением раствора БГ наблюдается образование комплексов, растворы которых окрашены в ярко желтый цвет. Время образования комплексов – 30 мин. при pH= 1.45. Комплексы максимально поглощают световую энергию при  $\lambda=458$  нм. Растворы реагента не поглощают в области спектра при  $\lambda=458$  нм. Соотношение компонентов Re(IV):БГ= 2:3. Установлена возможность экстракции комплексов этиловым эфиром уксусной кислоты.

**В Дагестанском ГУ** экстракционно-фотометрическим методом исследовано взаимодействие димедрола и папаверина с сульфоназо. Установлено образование малорастворимых ассоциатов, хорошо экстрагируемых бутанолом, найдены оптимальные условия их образования и экстракции. Определены состав, сольватное число, обсуждены механизм образования и структура рассматриваемых ионных ассоциатов. Исследована продолжительность их экстракции, рассчитаны степень экстракции (96,5-97,5%) и коэффициент распределения (для димедрола  $15,4 \pm 0,5$ ; для папаверина  $13,8 \pm 0,3$ ). Разработаны методики экстракционно-фотометрического определения димедрола и папаверина, которые применены к анализу готовых лекарственных форм и отличаются достаточными чувствительностью, экспрессностью и избирательностью.

Проведено спектрофотометрическое изучение комплексообразования в системе: алюминий-трифенилметановый краситель (ПКФ, КО, Хр S)-трис-(гидроксиметил)-аминометан (ТГМАМ). Разработана новая методика фотометрического определения Al в питьевой воде ксиленоловым оранжевым в присутствии ТГМАМ.

**В Институте сцинтилляционных материалов НАН Украины** показана возможность определения Се (IV) по уменьшению окраски тропеолина 00 в серноокислом растворе. Метод использован для определения Се (IV) в сцинтилляционных монокристаллах  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , легированных церием.

**В Омский ГУ** показано, что при взаимодействии анионных форм трифенилметановых красителей с полимерными катионными флокулянтами, например, хлоридом полидиаллилдиметиламмония (ХП) в водном растворе образуются неэкстрагируемые ионные ассоциаты. Это ведет к сдвигу или перераспределению интенсивности полос поглощения в спектрах красителей (видимая область) и может быть использовано для спектрофотометрического определения микрограммовых количеств нормируемых флокулянтов в водных растворах. Из 14 исследованных красителей наиболее перспективно применение эритрозина и бенгальского красного. Разработанные методики позволяют определять ХП в водопроводной воде и других гидрохимических объектах на уровне ПДК этого флокулянта с погрешностью порядка 10% отн. Пробоподготовка не требуется. Нижняя граница определяемых концентраций может быть снижена на порядок за счет перехода к измерению люминесценции ассоциатов ХП с теми же реагентами. Для уменьшения влияния примесей, в частности, катионов металлов и ПАВ, в ходе спектрофотометрического определения флокулянтов рекомендован метод добавок.

**В МГУ на кафедре АХ** в присутствии катионного и неионогенного поверхностно-активных веществ (ПАВ) фотометрическим и цветометрическими методами изучено комплексообразование вольфрама(VI), ванадия(V), титана (IV), меди(II), олова(IV) и алюминия(III) с пирогаллоловым красным (ПК) и бромпирогаллоловым красным (БПК). Найдены оптимальные условия образования комплексов и стехиометрия компонентов. Изучена кинетика взаимодействия алюминия с ПК и БПК в присутствии ПАВ. Определены молярные коэффициенты поглощения и молярные коэффициенты цветометрических функций комплексов в присутствии бромида цетилпиридиния (ЦП) и ОП-7. Установлено, что молярные коэффициенты цветометрических функций на 1-1.5 порядка выше молярных коэффициентов поглощения.

Методами спектрофотометрии, цветометрии и спектроскопии диффузного отражения выбраны оптимальные условия комплексообразования железа(III) с тиоцианат-ионами. Изучены цветометрические характеристики комплекса в растворе и в форме сорбата на анионообменнике АВ-17. Разработана методика определе-

ния железа в хлориде алюминия методами фотометрии и спектроскопии диффузного отражения без разделения компонентов.

**В Уральском ГУ** изучено влияние поверхностно-активных веществ (катионных, неионогенных) на протолитические и комплексообразующие свойства ароматических ариламинопропионовых кислот (ААПК), а также на светопоглощение комплексов ААПК с ионами меди(II). Установлено, что двадцатикратный молярный избыток по отношению к ААПК катионных и неионогенных ПАВ при компенсации их собственного светопоглощения не изменяет оптических свойств комплексов ААПК с ионами меди(II). Последнее может быть использовано при разработке методики определения меди(II) с ААПК в промышленных и сточных водах в присутствии точно известного количества ПАВ. Разработаны методики определения меди(II) в продуктах металлургического производства методами прямой и дифференциальной спектрофотометрии с использованием ААПК. Диапазон определяемых концентраций меди от 1 до 24 %, относительная погрешность 8%. Проведена метрологическая аттестация методики определения меди в штейнах, свидетельство о метрологической аттестации (№ 253.06.03.170/04) выдано Государственным комитетом РФ по стандартизации и метрологии ФГУП "УНИИМ". Методика может быть использована в аналитических лабораториях металлургических предприятий.

**В Саратовском ГУ на кафедре АХ и ХЭ совместно с кафедрой химии Саратовского ГАУ** разработаны способы фотометрического определения о-, м-, п-амино-бензолсульфо кислот с органическим реагентом п-диметиламинокоричным альдегидом в сочетании с аПАВ линейного строения в объектах окружающей среды на уровне долей ПДК (НГОС 0,01 мкг/см<sup>3</sup>).

**В Ростовском ГУ на кафедре АХ** спектрохимическое изучение равновесий в системе органический галогенид – иод – растворитель позволило проследить влияние таких факторов как тонкая структура органического катиона, донорно – акцепторные и протолитические свойства растворителей на комплексообразующую способность галогенид-ионов. Определение констант устойчивости полигалогенидов хинолиния и изохинолиния выполнено методом разбавления по полосе переноса заряда триодид-аниона и с использованием функции среднеиодного числа, рассчитанной по концентрации свободного иода. Разработан экспрессный экстракционно-спектрофотометрический метод количественного определения диодбромидов 1-пропилизохинолиния, а также триодидов 1,2-диметилхинолиния и 1-этилхинолиния в виде ионных ассоциатов с красителем эозином ( $S_r \leq 0.06$ ). Предложенные методики могут быть использованы для мониторинга лекарственных препаратов и биообъектов. Научные исследования поддержаны грантом РФФИ 02-03-32448.

**Инфракрасная спектроскопия. Саратовский ГУ, кафедра общей и неорганической химии.** В ГЕОХИ РАН профессором Л.А. Грибовым был предложен подход к анализу индивидуальных веществ и малокомпонентных смесей в газовой фазе с использованием ИК-спектроскопии. В настоящей работе реализована замена материальных эталонов математическими, создаваемыми с помощью квантовохимических расчётов абсолютных интенсивностей в ИК-спектрах перечисленных ниже углеводородов, в растворе. Подобного рода исследования ранее не проводились. Показана возможность количественного определения индивидуальных веществ и малокомпонентных смесей методом ИК-спектроскопии без построения градуировочного графика, на безэталонной основе (замена реальных эталонов математическими). В качестве объектов исследования выбраны растворы изооктана, цетана и их смесей с бензолом при разных концентрациях и раз-

личных соотношениях в четыреххлористом углероде. Выбор бензола в качестве второго компонента продиктован, с одной стороны, отсутствием перекрывания его полос поглощения (СН групп) в области  $3000\text{ см}^{-1}$  с аналогичными полосами изооктана и цетана, с другой, его широкой распространённостью в нефтепродуктах. Выбор растворителя обусловлен тем, что именно четыреххлористый углерод является наиболее эффективным экстрагентом для углеводородов нефтепродуктов. ИК спектры сняты на однолучевом приборе Infracum ST801 при длине оптического пути 2,91 мм. Концентрацию растворов устанавливали гравиметрически. В качестве эталона использовали значения абсолютных интенсивностей, рассчитанных различными квантовохимическими методами для молекул индивидуальных веществ (газовая фаза) (программный комплекс GAMESS). Выбор наиболее оптимального квантовохимического метода обусловлен лучшим совпадением рассчитанных частот в ИК-спектрах с экспериментальными в области валентных колебаний (СН) групп. Расчёты выполнялись полуэмпирическими всевалентными (AM1, PM3, MNDO) и ab initio методами. Для каждой молекулы, геометрия которой была рассчитана любым из перечисленных методов, частоты и интенсивности были рассчитаны всем спектром указанных методов. Интегральные интенсивности полос определяли из экспериментальных ИК-спектров методами приближенного интегрирования (Симпсона и трапеций). Важно отметить, что начальное и конечное значения спектральной кривой по шкале частот, между которыми производится интегрирование, должны быть практически равными нулю.

Проведён безэталонный ИК-спектроскопический анализ содержания изооктана, цетана в их различных смесях с бензолом с погрешностью 10-15%.

### **Масс-спектрометрия**

**В ИГХ СО РАН** применительно к прибору с магнитным сектором ELEMENT 2 (Finnigan MAT) оценены спектральные помехи, вызванные наложениями масс-спектров определяемых элементов и масс ионов других элементов или их соединений, которые могут привести к существенным искажениям величины аналитического сигнала. Несмотря на то, что этот прибор имеет возможности высокого разрешения, в практике анализа РЗЭ для обеспечения низких пределов обнаружения используют в основном низкое разрешение:  $m/\Delta m=300$ , при котором спектральные помехи одного уровня с квадрупольными приборами ИСП-МС. Поэтому проблема спектральных наложений продолжает оставаться актуальной при проведении анализа на этом приборе.

Спектральные помехи для ИСП-МС ELEMENT 2 оценены на основе двух характеристик:

- Относительных концентраций полиатомных ионов металла  $MeX^+/Me^+$ , найденных с помощью сертифицированных одноэлементных растворов. (Измерены отношения оксидов и гидроксидов влияющих элементов: например,  $BaO/Ba^{2+}=0,0025$ ;  $BaOH^+/Ba^{2+} = 0,00082$ ;  $NdO/Nd^{2+}=0,092$  и т.д., что на одном уровне с квадрупольными ИСП-МС. Отношения  $BaCl^+/Ba^{2+}$  и  $BaF^+/Ba^{2+}$  при концентрациях в растворе кислот  $HCl = 1\%$  и  $HF = 0,05\%$ , оказались соответственно равны 0,00023 и 0,00012. Несмотря на такие низкие относительные концентрации влияющих соединений в плазме, их помехи могут быть значительным при высоком содержании соответствующего элемента в пробе).
- Кажущихся концентраций  $C_{K,j}$  определяемых РЗЭ, которые как бы имеются в пробе при наличии спектральных наложений. Оценки отношений  $\Sigma C_{K,j}$

(для многокомпонентных систем) к содержанию аналита в образце ( $C_A$ ) позволили также оценить погрешности результатов при ИСП-МС анализе проб конкретного состава в условиях спектральных наложений.

Проведено сравнение полученных данных с результатами ранее выполненных аналогичных исследований для квадрупольного ИСП-МС прибора PQ-2<sup>+</sup> (Thermo Elemental). Для корректировки аналитического сигнала при наличии спектральных помех разработан алгоритм и программа с привлечением имеющихся возможностей редактора Excel фирмы Microsoft.

**СПБГУ, кафедра АХ совместно с НПКФ "Люмэкс"** выполнили исследования новой конструкции источника ионов для разрабатываемого времяпролетного масс-спектрометра. С целью оптимизации аналитических параметров разрабатываемого источника с импульсным тлеющим разрядом исследовано влияние процессов транспортировки ионов в импульсном полом катоде. В результате исследования определены оптимальные давления, скорости прокачки Ar и He и геометрия используемых катодов.

**В предлагаемом отчете объединены методы оптической и масс-спектрометрии. Представлены основные методы элементного и молекулярного спектрального анализа. Работы выполнены на достаточно высоком научном уровне, хотя каких-то принципиально новых, «революционных» результатов в отчет не представлено. К сожалению, не появляются новые центры в ВУЗ'ах и научных организациях, в которых ведется работа по развитию или применению методов аналитической спектрометрии. Обращает на себя внимание значительное отставание российских аналитиков от мирового уровня в использовании наиболее мощных на сегодняшний день методов элементного анализа на базе индуктивно-связанной плазмы. Эти методы заняли в последнее десятилетие доминирующее положение на Западе как в научно-исследовательских центрах, так и аналитических лабораториях крупных фирм. В России эти дорогостоящие аналитические инструменты начали приобретать наиболее успешные металлургические и химические предприятия, однако хронические проблемы финансирования не позволяют использовать эти приборы и методы анализа в научных и учебных центрах.**

**Мало по сравнению с мировой практикой в отчете представлено и работ по развитию комбинированных методов анализа, в которых разделение и концентрирование сложных смесей сопровождается on-line детектированием компонентов инструментальными спектроскопическими методами.**

**Следует отметить интересную работу, выполненную на кафедре общей и неорганической химии Саратовского ГУ, в которой исследована возможность количественного определения изооктана, цетана и их смесей с бензолом при разных концентрациях и различных соотношениях в четыреххлористом углероде методом ИК-спектроскопии без построения градуировочного графика. В работе предпринята попытка замены образцов сравнения результатами квантовохимических расчетов. Авторы сообщают об успешном безэталонном определении указанных веществ с точностью 10-15%.**

## **Рентгеновские методы**

**В ИГХ СО РАН** исследованы возможности рентгеновского спектрометра с волновой дисперсией S4 Pioneer (Германия) и установки для рентгенофлуоресцентного анализа с возбуждением синхротронным излучением (г. Новосибирск) для определения содержания элементов в некоторых биологических материалах. Выполнены оценки погрешности определения содержания элементов от K до Sr с калибровкой спектрометра по линиям спектра соседних элементов и по линии рассеянного первичного излучения. Количественные определения могут быть выполнены с погрешностью порядка 10% отн. при уровне содержания от 5 ppm до 1%. Такой способ калибровки имеет хорошую перспективу при существующем дефиците стандартных образцов состава биологических объектов.

Разработаны методики неdestructивного рентгенофлуоресцентного определения Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Sr и Zn в растениях на основе способа теоретических поправок и способа стандарта-фона. Разработка методик позволила в условиях дефицита СО биологического происхождения обеспечить количественными данными решение задач долговременного мониторинга и биогеохимической направленности. Оценены влияния поглощения излучения, вторичной флуоресценции и возбуждения флуоресценции рассеянным излучением пробы. Их влияние на результаты РФА растений прямым способом внешнего стандарта характеризуется относительным стандартным отклонением, равным (%) 1,0 – 3,3 для Na, Mg, Al, Si; 5,4 – 7,7 для P, S, Cl; 14 – 16 для K, Ca и 24 – 30 для Mn, Fe, Sr. Способ теоретических поправок реализует наиболее эффективный учёт матричных эффектов - величины стандартного отклонения уменьшаются в несколько раз по сравнению с прямым способом внешнего стандарта. Выявлено, что на точность РФА растений влияет изменение однородности распределения элементов в растении в зависимости от видовых особенностей, среды произрастания. Для водных растений неоднородность распределения элементов меньше по сравнению с наземными растениями.

Изучено влияние изменения во времени (старения) излучателей стандартных образцов растительного происхождения на точность результатов РФА растений. Показано, что отклик элемента на старение растительного материала индивидуален и растёт в направлении  $K \approx P < S < Mg \approx Ca, Si < Fe, Mn < Al$ . Выявленная закономерность использована для снижения влияния эффекта на точность РФА растений.

**В ИЗК СО РАН** разработаны методики рентгенофлуоресцентного определения содержания Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Rb, Ba, La, Ce, Nd, Pb, U, Th в горных породах на рентгенофлуоресцентном спектрометре S4 Pioneer (Германия). Методики испытаны в рамках программы GEOPT (An International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Международное профессиональное тестирование аналитических геохимических лабораторий), выполнено определение содержания ряда элементов в образце отложений (15 раунд, апрель 2002 г.). Тестирование организовано Международной ассоциацией геоаналитиков. По результатам тестирования отмечено хорошее совпадение полученных результатов для V, Cr, Co, Ni, Zn, Rb, Ba, La, Ce, Nd, Pb.

**В Иркутском ГУ** изучен процесс избирательного возбуждения излучением элементов матрицы рентгеновской флуоресценции элементов с малыми атомными номерами (углерод, азот, кислород, фтор). Рассмотрены три варианта эффекта избирательного возбуждения. Показано, что суммарный их вклад в интенсивность рентгеновской флуоресценции может в отдельных случаях достигать 20 % и более. Вклад каскадных К – L-переходов в суммарный эффект оказался не столь велик, как ожидалось.

Рассмотрен процесс комптоновского взаимодействия рентгеновского первичного излучения, рассеянного на образце, и флуоресцентного излучения с материалом детектора в рентгенорадиометрической аппаратуре. Показана существенная роль этого фактора в формировании фоновой составляющей аналитического сигнала для длинноволновой области рентгеновской флуоресценции.

Предложен вариант определения фоновой составляющей аналитического сигнала при реализации способа фундаментальных параметров на многоканальных рентгенофлуоресцентных спектрометрах. Вариант предполагает регрессионное согласование расчётных и экспериментальных интенсивностей ограниченного числа СО. Предложенный подход опробован при анализе высоколегированных сталей и гомогенизированных горных пород. Правильность определений соответствует требованиям ГОСТ'a.

**На кафедре ФТТ Ростовского ГУ** с привлечением эксперимента на математической модели показана целесообразность построения уравнений связи в РФА многокомпонентных систем на основе математического планирования эксперимента по Шеффе. При этом отпадает необходимость использования техники вычисления коэффициентов по формулам Шеффе, сама возможность которой применительно к РФА ранее была обоснована только для случая 3-компонентных систем. Показана целесообразность расчёта названных коэффициентов в случае многокомпонентных образцов путём решения системы линейных уравнений.

**Научно-производственное предприятие «Квант»** для решения проблемы РФА «нестандартных» по размерам и форме образцов в качестве аналитического сигнала предложили использовать отношения интенсивностей спектральных линий компонентов. Установлена независимость отношения интенсивностей от количества аналита, формы образца, качества поверхности, что снимает основные требования РФА к объектам анализа. Показана возможность количественного анализа нестандартных образцов с использованием образцов сравнения иных размеров и формы. Обоснованы случаи количественного анализа бинарных систем без использования образцов сравнения.

**В ИОНХ РАН** показано, что с помощью изучения зависимости относительной интегральной интенсивности последней эмиссионной линии выбранный серии характеристического рентгеновского спектра исследуемого компонента, кроме определения степени окисления атома в твёрдом веществе возможно количественное определение ряда структурных характеристик.

Разработан ряд новых способов количественного рентгенофлуоресцентного анализа сильно неоднородных проб (неоднородность по плотности и пространственному распределению концентрации определяемого компонента, микрорельефу поверхности, толщине, гранулометрическому составу), позволивших значительно снизить погрешности определения и упростить пробоподготовку.

**На кафедре АХ МГУ** разработана методика качественного обнаружения и количественного определения степени окисления металлов в тонких оксидных пленках с помощью рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Методика основана на деконволюции спектров сложной формы с использованием различных вкладов гауссовой и лоренцевой составляющей для спектральных линий спин-

орбитальных дублетов остовных уровней металлов в окисленном и неокисленном состоянии. В методике также учитывается асимметрия спектральных линий металлов. Методика апробирована при исследовании тонких оксидных пленок тугоплавких металлов, полученных с помощью термического окисления и ионно-лучевого синтеза в контролируемых условиях высокого вакуума.

**В Институте химии ДВО РАН** выполнено исследование закономерностей межэлементного влияния (МЭВ) для метода рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (TXRF). Экспериментально показано, что для элементов от Al до Zr ход кривых изменения коэффициентов МЭВ в функции атомного номера элемента  $A=f(Z)$  практически идентичен для различных источников возбуждения (рентгеновские трубки с Mo-, Ag- анодами, Pu-238). На форму кривых МЭВ существенно влияет выбор размера, положения аналитических областей определяемых элементов. Создан банк данных коэффициентов МЭВ, на основе которого разработан новый программно-аналитический комплекс (ПАК) IK-TX05 для спектрометра TXRF-8030c (фирма FEI-АТОМИКА, Германия). Комплекс устраняет систематические погрешности занижения результатов многоэлементного анализа в области  $Z < 25$ , характерные для ПАК-Oxford, которым штатно укомплектованы спектрометры этого типа.

**НПП "Буревестник"** разработал программу измерения и расчёта химического сдвига линий рентгеновских спектров "СДВИГ-W" для портативного рентгеновского сканирующего спектрометра СПАРК-1-2М. Программа обеспечивает автоматическое управление работой спектрометра в процессе измерения профилей линий в диапазоне длин волн от 0.045 до 0.28 нм с последующей визуализацией сдвига и расчётом его численного значения. Разработана программа идентификации материалов по их рентгеновским спектрам "ИДЕНТ-W" для спектрометра СПАРК-1-2М. Программа обеспечивает автоматическое управление работой спектрометра в процессе измерения заданных оператором линий с последующим расчётом степени их близости по абсолютным или относительным интенсивностям. В программе использован оригинальный алгоритм идентификации, обеспечивающий как количественную оценку близости сравниваемых образцов по нормализованным евклидовым расстояниям между ними в пространстве интенсивностей, так и расчёт вероятности их отличия друг от друга. Программа может быть использована и без спектрометра СПАРК-1-2М при вводе интенсивностей (или численных значений любых других факторов). Программа функционирует в оболочке WINDOWS-98 и выше.

Для серийно выпускаемого рентгеновского энергодисперсионного анализатора БРА-17-02 разработана методика количественного определения содержания оксида железа в кварцевых песках в диапазоне концентраций от 0.01% до 0.20%. Повторяемость результатов анализа – 0.001%; погрешность анализа – 0.005%, что не превышает погрешности химического анализа для кварцевых песков, регламентируемой ГОСТ 50220 – 92. Оптимизация условий анализа на БРА-17-02 достигается путём фильтрации первичного излучения. Стабилизация положения спектра производится по реперному элементу (патент № 2237885). Внедрение анализатора БРА-17-02 и методики РФА оксида железа в кварцевых песках на ГОКе ОАО «Кварц» (Ульяновская обл.) даёт большой экономический эффект по сравнению с методом химического анализа за счёт повышения производительности в 30-40 раз.

**НПО «Спектрон»** разработана и поставляется со спектрометрами "СПЕКТРОСКАН МАКС" новая программа для проведения количественного анализа в случае кристалл-дифракционных спектрометров. По сравнению с предыдущими версиями программ количественного анализа добавлены следующие ме-



тодические возможности: корректировка на дрейф по двум реперным образцам, реализация способа теоретических поправок, использование отношения интенсивностей аналитических линий в качестве аналитической (градуировочной) характеристики, расчёт метрологических параметров измерения содержаний. Разработано упрощённое программное обеспечение к анализатору серы в нефтепродуктах "СПЕКТРОСКАН S" для работы без компьютера.

**ИГХ СО РАН** создана база данных экспериментальных коэффициентов учёта наложения аналитических линий Ti, Cr, Ba, V в шпинелях; Ta, Nb, Sn, Ca, Si и Fe в касситеритах и танталониобатах; Pt, Pd, Ag, Ru, Rh, Ir, Au и Os в минералах группы платины для рентгеноспектрального микроанализатора Superprobe-733.

**В Институте рентгеновской оптики** в ходе исследований по созданию нового поколения рентгеновских спектрометров типа «XFA-Sensor», предназначенных для определения различных компонентов в растворах с пределами обнаружения от нескольких десятков до нескольких сот ppb (мкг/л), разработаны и испытаны сорбционные сенсоры многоразового использования, изготовленные из поликапиллярных трубок или пластин, состоящих из сотен тысяч микроканалов, каждый из которых содержит одну микрогранулу сорбента. Микрогранулы сосредоточены в одном из торцов поликапиллярной трубки и образуют активный сорбционный слой, контактирующий с анализируемым раствором. Выбор сорбентов определяется аналитической задачей. Проведён теоретический анализ кинетики процессов сорбции и десорбции компонентов в разработанных системах. Проведены химико-аналитические исследования на экспериментальном рентгенофлуоресцентном анализаторе с использованием модельных растворов различного состава и сенсоров на основе сорбционных материалов различного типа, включая сильнокислотные и слабокислотные катиониты, а также комплексообразующие молекулярные сорбенты. Показана возможность качественного и количественного анализа двухкомпонентных и многокомпонентных растворов, содержащих цветные и тяжёлые металлы в концентрациях от 50 ppb и выше. Проведена экспериментальная верификация кинетической модели.

**Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины.** На примере рентгенофлуоресцентного определения Вг в щелочных растворах трибромфенола с использованием квазитвёрдых излучателей на основе агара или стекловидных излучателей на основе сахарозы показана возможность экспрессного рентгенофлуоресцентного определения галогенов при элементном анализе органических соединений. Показана возможность и эффективность использования метода «скользящего отражения» для существенного повышения отношений сигнал/фон и снижения пределов рентгенофлуоресцентного определения элементов в аналитических концентратах.

**Приборы. НПП "Буревестник".** Освоен серийный выпуск рентгеновского энергодисперсионного анализатора серы в нефти и нефтепродуктах АСЭ-1 с диапазоном измерений 0.015 - 5% S. Прибор аттестован как средство измерения, соответствует требованиям стандартов ASTM D 4294-98 и ГОСТ Р 51947-2002, и может быть использован в лабораториях предприятий нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности. Предел обнаружения - 0.002%, основная аппаратурная погрешность - 0.5% отн.

**НПО «Спектрон».** По малогабаритным рентгеновским спектро-метрам проведены следующие работы:

Разработана и проведена через Госстандарт эксплуатационная документация на анализатор "СПЕКТРОСКАН S" (для определения содержания серы в нефти и нефтепродуктах); получены Сертификат об утверждении типа СИ, описание типа, сертификат соответствия, Санитарно-эпидемиологическое заключение об

освобождении от регламентации как ИИИ. Проведены межлабораторные испытания во ВНИИНП (для «СПЕКТРОСКАН S» и «СПЕКТРОСКАН МАКС») на соответствие ГОСТ и ASTM. Для обеих моделей получены Заключение ТК 31 с рекомендацией применять аппараты для контроля серы в нефтепродуктах. В ряде государств СНГ приборы внесены в Госреестры СИ.

Проведено макетирование и испытание нового поколения кристалл-дифракционных сканирующих спектрометров для воздушной области спектра (взамен существующих «СПЕКТРОСКАН МАКС- G» и GF1(2)E).

**Институт рентгеновской оптики.** Создан пилотный образец нового поколения портативных рентгеновских спектрометров «XFA-100, который был продемонстрирован на выставке «Analytica 2004» в г. Мюнхене. Прибор может быть использован для экологического мониторинга, в том числе, контроля природных и сточных вод, управления технологическими процессами, связанными с переработкой растворов, а также в других областях.

**ВИМС, лаборатория химико-спектральных методов анализа.** Разработан энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр «ЭРА» (№25925-03 в Госреестре средств измерений РФ, сертификат Госстандарта России RU.C.31.002.A №16312). «ЭРА» - спектрометр с маломощной острофокусной рентгеновской трубкой и полупроводниковым детектором с воздушным охлаждением, предназначен для определения в стационарных или полевых условиях массовой концентрации элементов от Ti до U, содержащихся в образцах (в виде порошков, плёнок, аэрозольных фильтров и т.п.). Потребляемая мощность не более 200 Вт, масса – не более 20 кг. Питание в стационарных условиях ~220 в, в полевых – от малогабаритного аккумуляторного блока. Программно-методическое обеспечение спектрометра позволяет проводить одновременное определение более 30 элементов. Для геологических проб из представительной навески (10-30 г) после предварительной химической подготовки возможно определение  $n \cdot 10^{-3}$  –  $10 \cdot n$  г/т Au, Pt, Pd, Ir, Ru, Rh, а также  $n \cdot 10^{-3}$  –  $10 \cdot n$  г/т Ag. Благородные металлы определяют из одного раствора разложения пробы. Методики определения благородных металлов после предварительного экстракционного обогащения и анализа порошковых проб с определением цветных металлов, As и Ag, аттестованы, их метрологические характеристики удовлетворяют требованиям по точности анализа, предъявляемым при подсчёте запасов ГКЗ России. При анализе порошковых проб спектрометр «ЭРА» обеспечивает пределы обнаружения (в % масс.) не хуже  $3 \cdot 10^{-4}$  по Mo;  $0.5 \cdot 10^{-3}$  по Cu, Zn, Ni, Rb, Y, Zr, Nb, Sr;  $1 \cdot 10^{-3}$  по U, Th, Bi, Sb, Pb, V, Ti, Ge, Se, Ga, W, Hg, In, Au, Pt, Ir, Ta, Tl, Cr;  $3-5 \cdot 10^{-3}$  – по As, Sn, Cd, Hf, Ba;  $10^{-2}$  – по Mn, Fe, Yb, Ce, La, Sc. По Ag предел обнаружения может быть достигнут  $2-4 \cdot 10^{-4}$ . Поэтому одна из возможных сфер применения спектрометра - использование его для экспрессного выявления геохимических и иных аномалий. Прибор сертифицирован по радиационной безопасности.

**Геологический институт СО РАН.** Разработан и изготовлен энергодисперсионный рентгеновский поляризационный спектрометр ЭДПРС-1, предназначенный для многоэлементного анализа различных типов проб без сложной пробоподготовки. В спектрометре заложена оригинальная рентгенооптическая схема с повышенной светосилой, которая пока не используется зарубежными фирмами, выпускающими спектрометры этого класса. Возможно одновременное определение содержания элементов, аналитические линии которых лежат в диапазоне от 4 до 40 кэВ (элементы от Cr до Sm и ряд элементов с высокими Z по L-серии). На ЭДПРС возможно определение кларковых содержаний группы Rb-Nb, Sn, Ba, La и Ce в большинстве типов горных пород. Пороги обнаружения Ag и лёгких платиноидов 0,5 ppm, Sb-Te - 2 ppm, Ba - 5 ppm. ЭДПРС удобен для обзорного экс-

пресс-анализа и отбора проб перед дорогостоящими анализами на благородные элементы и РЗЭ. При испытаниях с образцом медно-никелевой руды и сорбировании на модифицированный  $\text{SiO}_2$  предел обнаружения Pd составил 0,1 ppm, а для Au - 0.017 ppm. Прибор оказался удобен при анализе рудных и экологических проб. Проанализированы партии геологических проб с содержанием Mn, Cu, Zn и Pb 5-10%, Fe 20-40% и выше, партия проб с содержанием Hg до 5%, партия проб с In до 37 ppm наряду с As, W, Ag, Sn, Sb, Cs. Определены пробы с большим содержанием (сотни ppm) Ag, Cd, Sn, Sb, Se и Te, пробы с высокими содержаниями Gd, Dy, пробы с большим содержанием Ta, Nb, U. Анализировались растения или их зола, почвы (экологические пробы) с повышенными содержаниями U или W, Mo и ряда токсичных элементов (Cu, Zn, As, Cd, Pb, Bi). В части образцов почв, донных осадков и водных организмов обнаруживаются I, Br на уровне 1-200 ppm в дополнение к обычному набору элементов.

### ***Методы локального анализа и анализа поверхности***

***На кафедре АХ МГУ*** построены теоретические модели для описания термолинзового эксперимента для различных случаев строения поглощающего твердого оптически прозрачного образца. На их основе рассчитаны градуировочные характеристики для оптических полимерных материалов (полиэтилентерефталата, полистирола), кварца и стекла. Сравнение теоретических градуировочных с экспериментальными данными показало хорошее согласие. При переходе от стекла к полимерным материалам чувствительность определения окрашенных соединений на поверхности повышается на 1-2 порядка.

***В Воронежском ГУ*** для исследования поверхности ионообменника с целью установления его порового состава был использован метод сканирующей силовой микроскопии (ССМ). Установлено, что происходит перестройка структуры анионообменника: уменьшение микро- и макропор и увеличение мезопор. Анализ, проведенный методом ССМ, позволяет сделать вывод о том, что аниониты имеют неоднородное распределение пор по размерам. Они содержат мезопоры и макропоры и незначительное количество микропор и каналов, что говорит о гетерогенности их структуры. Разработан метод лазерной интерферометрии для одновременного использования в качестве локально-распределительного и динамического анализа растворов при применении видеозаписи протекающих процессов. Это позволило изучить колебательные диссипативные процессы, возникающие при электромембранном разделении веществ.

### ***Ядерно-физические методы анализа***

В области ядерно-физических методов заметен вклад активационных методов с использованием ускорителей (гамма-активация), методов определения радионуклидов и их форм нахождения в природных образцах а также методов, нацеленных на локальный (в том числе послойный) анализ.

***В ГЕОХИ РАН*** разработан метод цифровой активационной автордиографии, основанный на двумерной количественной денситометрии с использованием сканеров высокого разрешения. Впервые предложено использовать сочетание гамма-активации и цифровой автордиографии для определения ЭПГ и золота. Найдено, что все ЭПГ и золото активируются тормозным излучением микротрона, что использовано для анализа природных силикатных образцов методами автордиографии и гамма-спектрометрии. Разработаны методология математической

обработки автордиографических изображений для повышения селективности метода автордиографии. Предел обнаружения ЭПГ и золота методом цифровой гамма-активационной автордиографии в силикатных образцах составляет от двух наногамм до его долей, в зависимости от элемента, а пространственное разрешение метода— от 10 до 20 мкм. Разработаны методики определения платины, иридия и золота в геологических образцах.

С целью оценки безопасности глубинного захоронения жидких радиоактивных отходов (ЖРО) изучен механизм образования истинных коллоидов плутония в системе модельная грунтовая вода –  $\text{Pu}(\text{OH})_4$ . Спектрофотометрические и ультрафильтрационные исследования показали, что нерастворимая форма является полимером с размерами частиц 10-100 нм.

С применением масс-спектрометрии вторичных ионов и трекового метода впервые зафиксированы коллоидные частицы актинидов в пробах пластовых вод, отобранных на полигоне закачки ЖРО ФГУП «СХК». Показано, что уран в образцах загрязненных пластовых вод не связан с другими макроэлементами и находится в виде частиц истинных (собственных) коллоидов. При этом коллоиды урана являются активными сорбционными центрами для других актинидов (нептуния, плутония, америция), концентрация которых значительно ниже, чем урана.

Методом гамма-активационного анализа на микротроне определено объемное содержание углерода и азота в различных метеоритах. Образующиеся при фотонейтронных реакциях радионуклиды С-11 и N-13 выделяли высокотемпературной экстракцией, после чего детектировали их радиоактивность методом гамма-гамма совпадений аннигиляционных гамма-квантов. Показано, что наблюдается четкая корреляция темной окраски образцов с содержанием углерода (средняя концентрация  $10^{-2}$  % масс.), в то время как для азота (концентрация в образце  $2-6 \cdot 10^{-3}$  % масс.) такой корреляции не обнаружено. Полученные данные позволяют предположить, что углерод вносился в различные структурные дефекты хондритов в результате его перераспределения при газовой активности на родительских телах.

**В Иркутском ГУ** разработана методика определения содержания фосфора в пищевых продуктах, донных отложениях, остеологическом материале с использованием количественной спектроскопии ЯМР P-31 и потенциометрии.

Разработана методика количественного определения содержания дейтерия на фрагментах молекул органических веществ методом спектроскопии ЯМР  $^2\text{H}$  в сильных магнитных полях ( $> 6\text{T}$ ) без стабилизации резонансного условия (отношение частота/поле). Установлены количественные критерии дифференциации этанолов и водно-этанольных композиций различного сырьевого происхождения. Предложен алгоритм идентификации водно-органических растворов по их компонентному и изотопному составу.

**В ВИМСе** разработаны и утверждены методические рекомендации "Масс-спектрометрическое определение дейтерия в водах, нефтях и газах нефтегазовых месторождений", предназначенные для масс-спектрометрического определения изотопного состава водорода в газовой фазе, с использованием специально очищенного  $\text{H}_2$ , выделенного из водородосодержащих соединений.).

**На кафедре АХ СПбГУ** разработан пакет программного обеспечения для обработки мессбауэровских и рентгено-флуоресцентных спектров, регистрируемых многофункциональным мессбауэровским рефлектметром в условиях скользящего падения. Пакет позволяет одновременно обрабатывать серию спектров, измеренных при различных углах скольжения с целью получения профиля распределения элементного и фазового состава по глубине. Разработка позволила выполнить селективный вещественный анализ по глубине многослойный структур

Fe/Cr, Fe/V, Fe/C, а также ультратонких пленок FeCrNi. В исследуемых системах выявлено наличие процессов фазового расслоения и роста содержания атомов железа в приповерхностной области.

**В НИИ ядерной физики МГУ** исследована возможность применения разрезного микротрона для инструментального гамма-активационного анализа некоторых стандартных образцов (донные отложения и илы). Облучение проводили фотонами с энергией 20-50 МэВ, а количественное измерение продуктов активации выполняли с использованием полупроводниковой гамма-спектрометрии. Показано, что метод обеспечивает определение как элементов основы (Cl, Na, Mg, K, Ti, Fe), так и микропримесей, включая те, которые трудно или невозможно определить методом НАА (Pb, Ni, Zr, Tl).

**ГИРЕДМЕТ совместно с МГАТХТ (кафедрой стандартизации и сертификации)** разработана и аттестована методика нейтронно-активационного определения палладия, платины и рутения в соединениях и сплавах. Показатели точности (правильности и прецизионности) методики оценены с помощью набора аттестованных смесей (АС). Опорные значения содержаний в АС получены атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой. Методика может применяться для арбитражного анализа, а также добровольной сертификации материалов, содержащих большие количества платиновых металлов.

## АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

В 2004 г. рынок аналитических приборов продолжал расширяться за счет производства отечественных разработок, а также высокой доступности зарубежной аналитической аппаратуры. И этому способствует активная работа таких организаций, как «Информ – прибор»; организация выставки аналитических приборов «АналитикаЭкспо», выставок при проведении конференций, конгрессов и семинаров, деятельность таких фирм, как ЭКОНИКС, АКВИЛОН, ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ, которые наряду с реализацией аппаратуры зарубежных производителей выпускают серийно приборы собственной разработки. Отечественная серийная аналитическая аппаратура пополняется за счет успешной работы таких фирм, как НИКО (Москва), выпускающая высококачественную технику эксперимента для ионометрического анализа, фирмы «Инфратрон» (Москва), выпускающую автоматизированные высококласные, универсальные полярографы ПЛС-2А, «Вольта», «Люмекс» (Санкт-Петербург), «Лига» (Саратов), «Техноаналит» (Томск), АО Черметавтоматика (Москва) и др. Кроме того на российский рынок без посредников начала поступать продукция Гомельского завода измерительных приборов, включающая традиционный перечень ионселективных электродов и лабораторных приборов для электрохимического анализа.

В отчетном году наряду с отечественной аппаратурой, которая себя зарекомендовала на рынке потребителей аналитических приборов, были реализованы следующие виды работ, направленные на пополнение техники эксперимента аналитической лабораторий.

Освоен серийный выпуск:

- стационарного анализатора аэрозолей ДАСТ для измерения концентрации пыли в воздухе в диапазоне (0,01-30) мг/м<sup>3</sup> для стационарных и передвижных лабораторий контроля загрязнения атмосферы;
- переносного анализатора аэрозолей ДАСТ-1 для измерения концентрации пыли в воздухе в диапазоне (0,1-100) мг/м<sup>3</sup>;

- многоканальных газоанализаторов «Эксперт» и «Монолит» для определения содержания  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $SO_2$ ,  $NO$ ,  $NO_2$ , и  $CH_4$  в выбросах топливосжигающих установок (**ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ООО «Мониторинг»**).

Сертифицированы лазерные анализаторы размеров частиц «Ласка-1К», «Ласка-2К» (**ООО НПФ АП «Люмэкс»**).

Выпущена опытная партия прецензионных кулонометрических установок ПКУ-03, в которых систематическая погрешность определения составляет 0,1% (**ПО «Маяк» совместно с ГЕОХИ РАН**).

Закончена опытно-конструкторская работа по созданию криоскопа термоэлектрического КМТ-1 для измерения температуры замерзания молока. (**НПП «Буревестник»**).

Завершены разработки следующей аналитической аппаратуры:

- многофункциональный программируемый потенциометрический анализатор (**Уральский ГЭУ**);
- прибор для потенциометрического определения йодид-ионов в биологических жидкостях и объектах окружающей среды (**Томский ПУ, кафедра ФАХ**);
- микрофторидный анализатор, содержащий флуоресцентный детектор, шприцевые насосы и микрофлюидный интерфейс (**СПбГУ, кафедра АХ совместно с кафедрой АХ МГУ**);
- анализатор вольтамперометрический АВА-3 с автоматической подачей градуировочных растворов и расширенными техническими характеристиками (**НПП «Буревестник»**);
- времяпролетный масс-спектрометр с ортогональным источником ионов и электрораспылением для сочетания с жидкостным хроматографом;
- прибор (секвенатор) и набор реактивов для детального анализа фрагментов ДНК путем разделения капиллярным электрофорезом в геле с четырехканальным детектированием сигналов флуоресценции;
- анализатор нуклеиновых кислот «АНК» с набором реактивов для количественного анализа ДНК. В Российской Федерации отсутствуют аналоги анализатора. При создании прибора были применены оригинальные технологические решения (**ИАНП РАН**).
- Жидкость - жидкостный противоточный хроматограф для аналитического и препаратного разделения веществ и определения элементов (**ГЕОХИ РАН и ИАНП РАН**). Разработанная система не имеет аналогов в мировой практике создания жидкостных хроматографов;
- типоразмерный ряд фторопластовых многоканальных динамических установок «МИКРОГАЗ-Ф» для непрерывного приготовления от двух до пяти компонентных газовых смесей известного состава с примесями дозируемых газов (**Кирово-Чепецкий химкомбинат, НПП «Дельта», Москва, ООО «Информаналитика», С-Петербург**). Разработанная установка не имеет аналогов в РФ и за рубежом.

В **ИАНП РАН** были разработаны способы химической модификации внутренней поверхности капилляра для стабилизации электроосмотического потока в капиллярном электрофорезе. В **МГУ на кафедре АХ** проведены эксперименты, которые показали возможность использования электрофореза на микрофлюидных чипах (прибор МСЕ-2010) для экспрессного и чувствительного определения веществ различного класса.

**В отчетный период в области аналитического приборостроения была налажена поставка серийной аппаратуры отечественного и зару-**

*бежного производств. Кроме того, проводился большой объем работ по разработке новых аналитических средств, направленных на расширение возможностей различных методов анализа. При этом, в ряде случаев были созданы оригинальные средства, не имеющие аналогов в мировой практике.*

## **АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ**

### *Неорганические соединения*

**В Институте сцинтилляционных материалов НАН Украины** изучены условия переведения в раствор нового электрооптического материала – сложного оксида  $\text{Ca}_3\text{Ga}_{2-x}\text{Ge}_3\text{Mn}_x\text{O}_{12}$  – и прецизионного определения в нем элементов основы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Разработан ряд методик определения активирующих примесей в новых сцинтилляционных материалах с помощью молекулярной абсорбциометрии, флуориметрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с дуговым источником возбуждения, а также вольтамперометрии: церия – во фторалюминатах кальция и стронция, европия – во фториде лития, гадолиния, неодима – в молибдате свинца, таллия – в дигидрофосфате аммония, Ga, Gd, La, Nb, Nd, Y, Yb – в вольфрамате свинца, железа – в селениде цинка. Изучены условия определения титана в сырье для красителей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией проб определены свинец и кадмий в уксуснокислых вытяжках из фарфоровой, керамической и стеклянной посуды.

**На кафедрах АиФХ и ОиНХ Челябинского ГУ совместно с ОАО «Челябинский цинковый завод»** предложен новый реактив 1-нафтилметиламмоний метилсульфат (а также способ его синтеза), который служит diaзосочетающим реагентом при разработке методики контроля нитритного азота (окислов азота) в технической серной кислоте.

**В ИПТМ РАН** разработана методика атомно-эмиссионного количественного определения 18 примесных элементов в золе, остающейся после утилизации промышленных и бытовых отходов. Установлено, что при разбавлении золы графитовым порошком в соотношении 1 : 9 характер испарения примесей из графита идентичен характеру их испарения из анализируемого образца. Систематическая погрешность определения примесей в золе по образцам сравнения на основе графитового порошка отсутствует. Методика позволяет определять одновременно As, Ba, Fe, Mn, Cu, Cr, Pb, Sn, Al, Mn, Bi, Ti, Ca, V, Cd, Zr, Ag, Zn. Относительное стандартное отклонение определений составляет 20- 25%.

**В институте химии ДВО РАН** разработан новый фторидно-атомно-абсорбционный способ определения кремния, отличающийся от трудоемкого силикатного анализа простотой исполнения и экспрессностью. Способ включает фторирование исходного кремнийсодержащего образца гидродифторидом аммония ( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ ) при относительно невысокой температуре (120-200°C), последующее выщелачивание спека водой и атомно-абсорбционное определение кремния непосредственно во фторидном водном растворе. Предлагаемый способ применим практически к любому виду исходных образцов в широком диапазоне концентраций кремния. Невысокие температуры фторирования, использование практически одного реагента, минимум операций, возможность определения сопутствующих кремнию элементов выгодно отличают предлагаемый способ от существ-

вующих. В основу концентрирования и более точного определения микропримесей в кремнийсодержащих материалах положен процесс сублимации  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  выше  $300^\circ\text{C}$ .

**В ИХТТ УрО РАН** с помощью приборов фирмы МЕТАВАК выполнено определение содержания азота, кислорода и углерода, серы в новых соединениях карбидов, нитридов, оксикарбонитридов ряда переходных металлов элементов III - VI групп и в магнитных и наноматериалах на их основе. Достигнуты показатели относительной погрешности определения (1 - 4) отн. %.

**В НПО «СПЕКТРОН»** разработаны методики определения

- массовой доли алюминия, кремния, фосфора, серы, титана, ванадия, хрома, марганца, кобальта, никеля, меди, ниобия, молибдена и вольфрама в пробах углеродистых и легированных сталей рентгенофлуоресцентным методом на спектрометре “Спектроскан МАКС-GV”. (Свидетельство ВНИИМ №242/19 – 2004);
- массовой доли оксида хрома, оксида железа, оксида кальция, оксида кремния, оксида алюминия, оксида магния и фосфора в хромовых рудах на спектрометре “Спектроскан МАКС-GV”. (Свидетельство ВНИИМ №242/43 – 2004);
- массовой доли диоксида титана, пятиоксида фосфора, оксида алюминия, оксида железа и серы в сфеновом концентрате на спектрометре “Спектроскан МАКС-GV”. (Свидетельство ВНИИМ №242/27 – 2004);
- массовой доли ванадия, хрома, железа, кобальта, меди, цинка, мышьяка, селена, кадмия, свинца и висмута в водах методом выделения комплексов ПДТК на спектрометрах “Спектроскан МАКС”. (Свидетельство ВНИИМ №2420/66 – 2004);

Переаттестованы методики рентгенофлуоресцентного определения массовой доли (валового содержания) элементов: хрома, кобальта, никеля, меди, цинка, мышьяка, стронция и свинца, а также оксидов  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  в порошковых пробах почв на аппаратах рентгеновских для спектрального анализа “СПЕКТРОСКАН МАКС”. (Переаттестация в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725 1-6; Свидетельство ВНИИМ №2420/69-2004).

Разработаны методические рекомендации применения рентгенофлуоресцентного метода для

- оценки наличия привнесений химических элементов в зонах повреждения, возникших при различных видах травм и патологических состояний;
- определения магния, алюминия, кремния, калия, кальция, хрома, марганца, железа и других в магнезитах (спектрометр “Спектроскан МАКС-GV”);
- определения элементов от магния до урана в отходах (спектрометры серии “Спектроскан МАКС”);
- определения толщин покрытий (спектрометр “Спектроскан МАКС-G”).

**На кафедре АХ МГУ** разработана методика рентгенофлуоресцентного определения мольного отношения металлов в гетеробиметаллических комплексах (ГМБК), в состав которых входят 3d и 4f элементы. Методика использована для определения соотношения металлов в ГМБК различных типов, а также в пленках ГМБК на оксидных подложках.

**В Уральском ГУ** разработаны методики определения меди(II) в продуктах металлургического производства методами прямой и дифференциальной спектрофотометрии с использованием ароматических ариламинопропионовых кислот (ААПК). Диапазон определяемых концентраций меди от 1 до 24 %, относительная погрешность 8%. Проведена метрологическая аттестация методики определения



меди в штейнах, свидетельство о метрологической аттестации (№ 253.06.03.170/04) выдано Государственным комитетом РФ по стандартизации и метрологии ФГУП "УНИИМ". Методика может быть использована в аналитических лабораториях металлургических предприятий.

**В ИГХ СО РАН** разработаны методики РСМА количественного анализа минералов с высоким содержанием Cr и V; индивидуальных частиц мелкодисперсных порошков алюминия и определения Pt в нерастворимом углеродистом веществе.

**В ИХВВ РАН** разработана методика определения водорода в алюминии с помощью тандемного лазерного масс-рефлектрона. Методика основана на применении предварительной импульсной очистки поверхности от фона адсорбированных газообразующих примесей сдвоенным лазерным импульсом. Аналитические характеристики исследованы на комплекте ГСО алюминиевых сплавов (**ВИЛС**). Получена линейная зависимость аналитического сигнала от определяемого содержания в интервале  $1 \cdot 10^{-5} - 6 \cdot 10^{-4}$  % масс. Относительное стандартное отклонение определения не превышало 0,23. Предел обнаружения, рассчитанный по линии дейтерия, составил  $3 \cdot 10^{-8}$  % масс. (Грант РФФИ 03-03-32947, Программа ОХНМ РАН, № 2). Разработана методика атомно-эмиссионного анализа диоксида теллура высокой чистоты. Методика пробоподготовки включала автоклавное вскрытие граммовых аналитических навесок в парогазовой фазе дифторида ксенона с одновременным концентрированием нелетучих примесей, которые определяли атомно-эмиссионным методом с использованием дугового разряда постоянного тока в качестве источника света. Концентрирование примесей осуществляли в углублениях фторопластовой подложки отгонкой в парах дифторида ксенона летучего гексафторида теллура, образующегося при химическом превращении диоксида теллура. Полученный концентрат примесей переносили в кратер графитового электрода. При таком способе концентрирование примесей в замкнутом объеме обеспечивает низкое значение поправки контрольного опыта. Правильность результатов анализа проверяли способом "введено-найдено", варьированием массы аналитической навески, сопоставлением с результатами прямого атомно-эмиссионного определения, а также межлабораторным анализом. Пределы обнаружения примесей (3s-критерий) Fe, Mg, Mn, Pb, Bi, Ni, Co, Ag, Cu, Na, Ca и др. из 1 г аналитической навески составляют  $10^{-6} - 10^{-8}$  % масс. Относительное стандартное отклонение  $\leq 0,4$ . **Совместно с ИПТМ и ОМ РАН** разработана методика анализа высокочистого, в том числе изотопно обогащенного, кремния, включающую автоклавное концентрирование примесей в тefлоновых контейнерах и ИСП МС определение, а также методику концентрирования примесей на поверхности анализируемой пробы с последующим анализом концентрата методом лазерной масс-спектрометрии (ЛМС). Правильность результатов определения в образцах кремния различной чистоты удовлетворительна. Пределы обнаружения распространенных примесей (Na, Mg, Mn и Fe) составили  $n \cdot 10^{-5} \div n \cdot 10^{-6}$  % масс. и для примесей нераспространенных элементов  $n \cdot 10^{-7} \div n \cdot 10^{-9}$  % масс. При использовании ЛМС анализа концентрата пределы обнаружения по всем примесям лежат в интервале  $n \cdot 10^{-7} \div n \cdot 10^{-9}$  % масс. (Программа ОХНМ РАН, № 2).

**В ИВТЭ УрО РАН** методом КРС проведены систематические исследования некоторых веществ, композитов, функциональных материалов, свойства которых зависят от структуры дальнего и ближнего порядка, а именно: индивидуальных оксидов и соединений на их основе, в том числе дефектных твердых растворов. Так, в ряду  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$  и  $\text{Tb}_4\text{O}_7$  – оксидов с одинаковым структурным типом флюорита – впервые показано, что с уменьшением количества атомов кислорода изменяется характер спектров КРС, что напрямую связано с появлением дефек-

тов в кислородной подрешетке. С помощью высокотемпературного варианта спектроскопии КРС исследовано температурное поведение оксидов Al, Tl, Zn, Ga, Bi, твердых растворов на основе оксида висмута с добавками других оксидов, галлата лантана (чистого и допированного), т.е. исследование динамики их кристаллической решетки. На многочисленных примерах показана эффективность применения этого метода для исследования процессов синтеза, полиморфных превращений, процессов упорядочения – разупорядочения.

**В Томском ГУ** разработаны методики анализа контактного сплава Pd-Ag-Cu марки 2.119.175 и сплава-припоя Ag-Pb-Ni потенциометрическим титрованием раствором диэтилдитиокарбамина натрия с использованием индикаторного стеклоуглеродного электрода. Показано, что при титровании азотнокислого раствора сплава Pd-Ag-Cu при pH 4-5 последовательно (с отдельными скачками потенциала) осаждаются диэтилдитиокарбаминаты Pd(II), Ag(I) и Cu(II), а в щелочной среде (аммиачно-тарtratный буфер) – последовательно осаждаются Ag(I) и Cu(II). При титровании раствора сплава Ag-Pb-Ni (буфер – карбамид, pH 6) последовательно осаждаются этилдитиокарбаминаты Ag(I), Pb(II) и Ni(II) с проявлением трех скачков потенциала. Для повышения точности результатов анализа кривые титрования обрабатывали с помощью компьютерной программы DIFTM, реализующей алгоритм преобразования кривой титрования в линию многофазной регрессии. Величина  $s_T$  не превышает 5 %.

Предложен простой и экспрессный метод анализа основного состава полупроводниковых селенидов меди и ртути методом потенциометрического титрования раствором диэтилдитиокарбамина натрия с использованием индикаторного стеклоуглеродного электрода. При анализе азотнокислого раствора, содержащего медь(II) и селен(IV), сначала в слабокислой среде (pH  $\geq 5$ ) титруют медь(II), а затем в кислой среде (pH 3) – селен(IV). В смеси ртути(II) и селена(IV) сначала в аммиачно-тарtratном буферном растворе (pH не больше 6) титруют ртуть(II), а затем, подкисляя раствор азотной кислотой до pH 2-3, титруют селен(IV). При титровании  $1 \cdot 10^{-3}$  М растворов аналита величина  $s_T$  не превышает 5 %.

**Региональный аналитический центр «МЕХАНОБР ИНЖИНИРИНГ АНАЛИТ».** Разработана методика и проведен полный анализ большого количества проб хромитов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. Метрологические характеристики: точность (прецизионность и правильность) удовлетворяют нормативам рутинных методов. Работа выполнена по заказу МНПО «Полиметалл».

**В ВИМСе** подготовлены к рассмотрению и утверждению методические рекомендации "Неполный полуколичественный шлихо-минералогический анализ на минералы-индикаторы кимберлитов с оценкой их минералогических особенностей", разработанные **ЦАЛ Ботубинской геологоразведочной экспедиции АК "АЛРОСА"**. Разработаны и утверждены рекомендации "Использование электронного облучения в практике исследования кварца методом ЭПР". Разработаны и утверждены инструкции "Количественное определение монтмориллонита в бентонитах методами дифференциального термического и дифференциального термогравиметрического анализов", и "Количественное определение талька и сопутствующих минеральных фаз в талькосодержащих породах методами дифференциального термического и термогравиметрического анализов", разработанные **ЦНИИГеолнеруд**, г. Казань.

## **Благородные металлы**

7 организаций прислали аннотации научных работ по благородным металлам за 2004 г.

По–прежнему большое внимание уделяется определению благородных металлов в геологических объектах. В **ИНХ СО РАН** проведены исследования по повышению чувствительности анализа за счёт устранения матричных и спектральных влияний при использовании АЭС-ИСП и МС-ИСП методов. Предложено проводить групповое коцентрирование металлов смесью п-алкиланилина и сульфидов нефти в доступном техническом разбавителе – закислительной фракции – и применять групповую реэкстракцию Au, Pd, Pt тиомочевинными и Pd, Rh, Ru аммиачными растворами. На модельных растворах металлов (0.01–0.1 мкг/мл) достигнуто 98-100% извлечение как на стадии 10-кратного экстракционного коцентрирования, так и реэкстракции. Оптимизированы отдельные процедуры пробоподготовки углеродсодержащих геологических образцов (месторождение Сухой Лог): обжига в присутствии нитрата аммония, условий автоклавного разложения и обработки растворов вскрытия. Правильность общей схемы пробоподготовки подтверждена результатами анализа стандартного образца состава черносланцевой руды КЧС-50 методом ААС-ЕТА.

**В ИГХ СО РАН** выполнено разделение форм золота в пиритах золоторудных месторождений и получены оценки структурной составляющей примеси золота, являющиеся прямыми индикаторами его активности в рудообразующих флюидах. Использован метод СВАДМ (статистические выборки аналитических данных по монокристаллам) совместно с данными эксперимента и математической обработкой кривых зависимости концентрации равномерно распределенного золота от удельной поверхности. Содержания структурного Au в рудных пиритах эпитеpmальных (Северное Приохотье, Приамурье) и мезотермального (Зун-Холба) месторождений составляют 0.23 – 0.54 г/т, тогда как в соответствующих околорудных метасоматитах 0.01 - 0.11 г/т. Формы кривых для рудных пиритов и пиритов метасоматитов резко различны, что указывает на разные механизмы поглощения золота, причина чего в настоящее время выясняется путем детальных исследований поверхности.

**В ГЕОХИ РАН** разработан метод цифровой гамма-активационной автордиографии, предназначенный для изучения локального распределения элементов платиновой группы (ЭПГ) и золота в геологических образцах. Предел обнаружения метода составляет доли нанограмма при пространственном разрешении 10-20 мкм. Метод основан на двумерной количественной денситометрии с использованием сканеров высокого разрешения. Впервые предложено использовать сочетание гамма-активации и цифровой автордиографии для определения ЭПГ и золота. Найдено, что все ЭПГ и золото активируются тормозным излучением микротрона, что использовано для анализа методами автордиографии и гамма-спектрометрии. Разработаны методология математической обработки автордиографических изображений для повышения селективности метода автордиографии, алгоритмы, структура и функциональность компьютерной программы. Оценены пределы обнаружения ЭПГ и золота методом цифровой гамма-активационной автордиографии в силикатных образцах, составившие от двух нанограмм до его долей, в зависимости от элемента. Пространственное разрешение метода— от 10 до 20 мкм. Разработаны методики определения платины, иридия и золота в геологических образцах. Предложена методика для оценки коэффициента распределения элементов между включением и вмещающей матрицей

на примере природных образцов ферроплатины и кварца. Оценена глубина залегания включений в образце природного кварца (до 500 мкм). Предложена методика для оценки толщины пленки золота на различных участках образца пирита (3-10 мкм).

**В ИОНХ РАН** продолжены исследования превращений нитрокомплексов Pt-металлов, используемых в технологии Pt-содержащих продуктов и их анализе для отделения от неблагородных металлов, в гексахлоридные комплексы. Найдены условия микроволнового нагрева для перевода гексанитрородиата ( $\text{Rh}(\text{NO}_2)_6^{3-}$ ) в гексахлорородиат ( $\text{RhCl}_6^{3-}$ ) в диапазоне содержаний родия от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-2}$  моль/л. После МВ-пробоподготовки родий определяют спектрофотометрическим методом по спектру поглощения  $\text{RhCl}_6^{3-}$ . Возможно последовательное определение родия и иридия в виде хлорокомплексов из одного раствора без разделения: сначала кулонометрическим методом определяют иридий – по реакции восстановления  $\text{Ir}(\text{IV}) \rightarrow \text{Ir}(\text{III})$ , а затем спектрофотометрическим методом определяют родий. МВ-нагрев ускоряет замещение лигандов  $\text{NO}_2^-$  на  $\text{Cl}^-$  в 10-15 раз.

**В ИВТЭ УрО РАН** в рамках темы «Исследование состава и структуры продуктов высокотемпературных электрохимических и физико-химических процессов методами атомной и молекулярной спектроскопии» закончен этап «Исследование взаимодействия тетрахлорида платины с хлоридами одно- и двухвалентных металлов методом спектроскопии КРС, в том числе образцов, синтезированных в экстремальных условиях». Изучено взаимодействие платины с хлоридами одно- и двухвалентных металлов при температурах, превышающих на 10 – 30 °С их точки плавления под давлением 8 – 10 атм в запаянных кварцевых капиллярах. Установлено, что в спектрах КРС полученных сплавов хлоридов платины с хлоридами  $\text{MCl}$  ( $\text{M} - \text{Cs} - \text{Li}$ ) и  $\text{M}'\text{Cl}$  ( $\text{M}' - \text{Ba} - \text{Mg}, \text{Pb}, \text{Cd}, \text{Mn}, \text{Co}, \text{Zn}$ ) присутствуют линии, отвечающие колебаниям  $\nu_1(\text{A}_{1g})$ ,  $\nu_2(\text{E}_g)$ ,  $\nu_2(\text{E}_g)$  и  $\nu_5(\text{F}_{2g})$  комплексной октаэдрической группировки  $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ , лежащие в интервале частот 353-336, 323-311 и 175-167  $\text{cm}^{-1}$ , соответственно. Полоса  $\nu_5$  в отдельных случаях расщеплена. Сделан вывод, что в условиях экспериментов могут образовываться безводные гексахлороплатинаты (IV) щелочных, щелочноземельных и переходных металлов, большинство из которых ранее было получено только в виде гидратов. Работа важна для совершенствования технологии извлечения платиновых металлов из первичного и вторичного сырья.

**В МГАТХТ им. М.В. Ломоносова** разработан метод определения иридия на основе каталитической реакции в системе непрерывного проточного анализа с воздушной сегментацией и фотометрической регистрацией. Использовали каталитическую реакцию окисления сульфарсазена периодатом калия. Реакцию катализируют комплексные хлориды иридия, что позволяет определять иридий непосредственно в хлоридных растворах после вскрытия проб. Диапазон определяемых концентраций составил  $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-1}$  мкг/мл или 0.05 - 25 % масс. иридия в пробе. Разработана методика подготовки технологических проб к определению иридия, которая включает обжиг, сплавление с пероксидом натрия и растворение плава в соляной кислоте. Полученный раствор пригоден для измерения. Правильность результатов подтверждена результатами анализа ГСО. Оценены показатели точности методики.

**На кафедре ОиНХ Саратовского ГУ** продолжается разработка новых эффективных методов определения металлов платиновой группы (МПГ) в сложных матрицах. Методом капиллярного электрофореза (КЭФ) исследовано состояние родия (III) и иридия(IV) в растворах минеральных кислот и установлена связь их химических форм с каталитической активностью в реакции окисления N-метилдифениламин-4-сульфоуксусной кислоты (МДФАСК) и трифениламин-4-

сульфоокислоты (ТФАСК) периодат-ионами в слабокислой среде. Показано, что высокой каталитической активностью в этих реакциях обладают только катионные формы родия (III) и иридия (IV), которые доминируют в растворе после обработки  $\text{HClO}_4$ , причем каталитическая активность иридия (IV) значительно превышает каталитическую активность родия (III), что позволяет использовать реакции окисления аминов для дифференциального определения катализаторов. Проведена оценка синергетического эффекта родия (III) и иридия (IV) на скорость реакции окисления МДФАСК периодат-ионами и определен диапазон соотношений катализаторов, в котором возможно их дифференциальное определение. Установлено, что константа скорости реакции окисления МДФАСК периодат-ионами, катализируемой иридием, не меняется до 40-кратного избытка родия. Дальнейшее увеличение содержания родия в смеси приводит к снижению синергетического эффекта ~ на 20%. Определению не мешают 10000-кратные избытки  $\text{Co}$  (II),  $\text{Cu}$  (II),  $\text{Ni}$  (II), 1000-кратные избытки  $\text{Pt}$  (IV) и  $\text{Pd}$  (II), 500-кратный избыток  $\text{Au}$  (III), 10-кратный избыток  $\text{Fe}$  (II). Мешающее влияние рутения (IV), также обладающего каталитической активностью, можно избежать на стадии пробоподготовки четырёхкратной термообработкой хлорной кислотой. Предложена методика дифференциального каталитического определения иридия (IV) и родия (III), апробированная на искусственных смесях и образце сложного состава КП-5. Для определения иридия (IV) и родия (III) использован метод пропорциональных уравнений, так как изучаемая система отвечает всем требованиям этого метода (отношение констант скорости не меньше четырёх и отсутствие в системе синергизма). Накопленные теоретические представления о пространственном и электронном строении молекул ариламинов свидетельствуют о возможности использования реагентов с электроноакцепторными заместителями для каталитического определения металлов, присутствующих в растворе в анионной форме.

Изучена реакция каталитического окисления сульфофенилантрахиноновой кислоты (СФАК) сульфатом церия в присутствии палладия (II). Определению не мешают 1000-кратные избытки  $\text{Co}$  (II),  $\text{Cu}$  (II),  $\text{Au}$  (III), 100-кратный избыток  $\text{Ir}$  (IV), 50-кратный -  $\text{Ru}$  (IV), 25-кратные избытки  $\text{Ni}$  (II),  $\text{Pt}$  (IV),  $\text{Rh}$  (III), 5-кратный -  $\text{Fe}$  (III). Проведено определение палладия по этой реакции в искусственных смесях. Предложенная индикаторная реакция окисления СФАК сульфатом церия (IV) является чувствительной и избирательной и позволяет расширить ассортимент реактивов на палладий.

Продолжаются работы по пересмотру действующих и разработке новых стандартов на методы анализа благородных металлов и их сплавов в соответствии с планом НИР *Гохрана России*. В 2004–2005 гг. разработаны проекты ГОСТ Р «Золото. Методы анализа» (сборник содержит 3 стандарта на методы анализа золота, руководитель разработки – *Гуредмет*) и ГОСТ Р «Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа» (разработчик – *Иргуредмет*).

### ***Природные и синтетические органические вещества, элементоорганические соединения, полимеры***

***В ИХВВ РАН совместно с Нижегородским ГУ им. Н.И. Лобачевского*** проведена идентификация и определение примесей органических и галогенорганических веществ в тетрахлориде кремния высокой чистоты. Идентификацию осуществляли хромато-масс-спектрометрическим методом с использованием прибора Agilent 6890/5973N с ионизацией электронным ударом. Расшифровку полученных масс-спектров проводили с использованием библиотеки NIST 98. Для повышения эффективности газохроматографического разделения примесей и аб-

солютного их концентрирования впервые применен метод бинарной фазы переменной емкости. При анализе использовали капиллярную колонку HP-5MS 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм; изотермическое разделение занимает при 30°C 2 мин, температуру изменяют от 20°C/мин до 100°C. Идентифицированы примеси линейных и циклических углеводородов, ароматических соединений, бром- и хлорорганических веществ. Пределы обнаружения идентифицированных веществ в режиме селективного ионного мониторинга составляют  $5 \cdot 10^{-8}$ - $7 \cdot 10^{-9}$  % мол., что в 11-200 раз лучше опубликованных в литературе. Разработана методика высокочувствительного газохроматографического определения ароматических и ненасыщенных органических веществ в оксихлориде фосфора. Для устранения влияния основного компонента на результаты анализа использовали предварительный гидролиз оксихлорида фосфора с последующим микроэкстракционным концентрированием примесей. В качестве экстрагентов использовали n-пентан и четыреххлористый углерод высокой степени чистоты. Для хроматографического разделения примесей использовали кварцевую капиллярную колонку FFAP 60 м × 0,32 мм × 0,25 мкм. Регистрацию примесей проводили фотоионизационным детектором с энергией излучения 10,2 eV. Обнаружены примеси бензола, толуола, трихлор- и тетрахлорэтилена. Пределы обнаружения идентифицированных веществ составляют  $6 \cdot 10^{-8}$ -  $9 \cdot 10^{-9}$  %, что на 1-2 порядка лучше опубликованных в литературе. (Программа ОХНМ РАН, № 2).

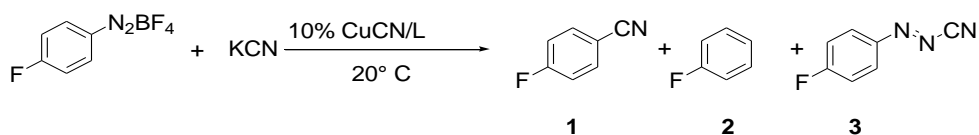
Создан автоматизированный лазерный счётчик субмикронных частиц в высокочистом моносилане с  $90^{\circ}$ -геометрией и оптическим способом формирования счётного объёма. Счётчик может быть подключён in-line в любую газовую линию как на стадиях синтеза и очистки, так и на финишной стадии - перед разложением моносилана. Предел обнаружения по размеру составляет 0,1 мкм (при расходе газа <  $10 \text{ см}^3/\text{мин}$ .); диапазон определяемых концентраций --  $10$ - $10^6 \text{ см}^{-3}$ . В конструкцию счётчика для контроля погрешности совпадений при ФЭУ-детектировании включена оригинальная металлическая ячейка с кварцевыми окнами, дающая возможность одновременно детектировать частицы с помощью ФЭУ и проводить наблюдение цифровой фотокамерой. Счётчик использован для контроля технологических стадий получения и очистки высокочистого моносилана.

#### ***Челябинский ГУ, кафедра АиФХ, АОО Челябинский цинковый завод.***

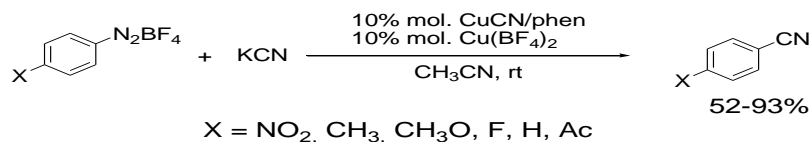
Предложены две методики потенциометрического титрования щелочью ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты в присутствии больших количеств синтетических жирных кислот. Методики предназначены для контроля абсолютной и относительной ионообменной емкости экстрагента, обусловленной концентрацией алкилфосфорных кислот в синтетических жирных кислотах фракции C7-C9 или другом разбавителе в процессе оборота экстрагента в технологических циклах по извлечению индия. Предложено два варианта этого метода: 1) титрование раствора пробы в спирте; 2) титрование раствора пробы в несмешивающемся с водой растворителе (гексане, четыреххлористом углероде) в двухфазной системе, дополнительно содержащей водный раствор соли (NaCl, KCl, MgSO<sub>4</sub>). Создана Excel-программа для автоматизации обработки кривых титрования, занесения и хранения результатов анализа в базе данных.

**ООО НПФ АП «Люмэкс»** разработал и аттестовал методику определения алкилбензолсульфоокислоты (основного вещества), серной кислоты, несульфированных соединений, а также цветности методом спектроскопии ближней ИК-области.

**В ИНЭОС РАН** предложены новые ЯМР-спектральные методики контроля за ходом цианирования борфторида 4-фторфенилдиазония цианидом калия.



Методика позволила разработать каталитический вариант реакции цианирования по Зандмейеру и продемонстрировать применимость данной реакции для синтеза широкого круга арилнитрилов.



Осуществленная реакция цианирования интересна тем, что дорогостоящий катализатор на основе палладия заменен комплексами меди.

Разработаны ПМР-методики, позволяющие оценивать изменение конформации водорастворимых поли-N-виниламидов, в частности, поли-N-винилпирролидонов (ПВП), которые являются моделями природных белковых полимеров с амидной группой. Полимеры находят широкое применение в медицине. Гомо- и сополимеры N-винилпирролидона являются сорбентами, коагулянтами, переносчиками в организме биологически активных веществ и входят в состав большого числа лекарственных препаратов. Область применения ПВП постоянно расширяется, поскольку даже небольшие модификации приводят к полимерам с новыми функциональными свойствами. Исследованы спектры ЯМР <sup>1</sup>H растворов в хлороформе-d<sub>1</sub> полимера ПВП (эпокси-поли-N-винил-пирролидон), модифицированного аминокислотами (глицин, β – аланин, γ-аминомасляная кислота, ε – аминокaproновая кислота). Показано, что сигналы воды, адсорбированной полимерами, имеют в спектрах ЯМР <sup>1</sup>H различное положение и интенсивность, указывая на изменение конформации полимеров при модификации.

Продолжены разработки новых методик анализа тиофосфорорганических соединений методами ЯМР <sup>1</sup>H, <sup>31</sup>P, <sup>19</sup>F и <sup>13</sup>C. Так, в отчетный период проведены следующие исследования в этом направлении.

Исследованы стереоизомерные превращения в растворах новых (тио)фосфорилированных тиазолидин-4-онов (ЯМР-мониторинг с момента растворения образца до установления равновесия и изучение концентрационной зависимости), существующих в индивидуальном состоянии в виде E,Z-изомеров. Установлено, что для соединений с фосфорильной группой в неполярных растворителях сохраняется ВМВ связь, стабилизирующая E,Z-изомер, тогда как в полярных протонных или биполярных апротонных растворителях ее разрушение приводит к смещению равновесия в сторону Z,Z-изомера. Поскольку ВМВ связь в соединениях с тиофосфорильной группой является менее прочной или в принципе отсутствует в соединениях с R'R''(S)PS-фрагментом, в ряду этих соединений образование до 40% Z,Z-изомера фиксируется уже в растворах CDCl<sub>3</sub> и C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>. Методом ЯМР также показано, что изомеризация протекает по имин-енаминному механизму.

Методом ЯМР <sup>31</sup>P проведено систематическое исследование особенностей протекания перегруппировки Арбузова с галогенацетатами и галогенформиатами в ряду 2-алкокси-3-алкил(или H)-1,3,2-оксазафосфинанов, где в зависимости от заместителя в алкоксильной группе у атома фосфора и у циклического атома азота реакция протекает либо по атому кислорода (с образованием как циклического продукта, так с размыканием цикла), либо по атому азота (метилхлорформиат, стерически незагруженный атом азота). Кроме того, методом ЯМР <sup>31</sup>P исследова-

на гидролитическая стабильность полученных 2-карбметоксиметил-2-оксо-1,3,2-оксазафосфинанов.

Методом ЯМР  $^{31}\text{P}$  показано, что N-алкиламида фосфорилуксусных кислот с празеодимом(III) образуют комплексы двух типов состава 2:1 и 3:1, тогда как их диалкилзамещенные аналоги способны образовывать только комплексы  $\text{ML}_2$ .

Установлено, что присоединение фосфинов к альдимидам на основе ксилленфенилендиамина протекает без прототропной перегруппировки и приводит к новым типам олигодентатных лигандов с трех- или четырехкоординированным атомом фосфора (схема 3).

С использованием спектроскопии ЯМР высокого разрешения на ядрах  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$  и  $^{31}\text{P}$  установлено строение O,O-бисполифторалкилтрифторметилфосфонатов  $\text{CF}_3\text{P}(\text{O})(\text{OR}_\text{F})_2$  [ $\text{R}_\text{F} = \text{CF}_3\text{CH}_2$ ,  $\text{HCF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2$ ,  $(\text{CF}_3)_2\text{CH}$ ,  $\text{CF}_3\text{CHMe}$ ] – потенциально эффективных фосфорорганических пламегасителей. Показано, что бис(1-трифторметилэтиловый) эфир с псевдоасимметрическим атомом фосфора образуется в виде смеси трех диастереомеров, причем преобладающей является рацемическая *d/l*-форма, в спектрах ЯМР  $^{19}\text{F}$  которой наблюдается эффект магнитной неэквивалентности 1-трифторметильных радикалов.

**В ИНЭОС РАН** предложены методики фотометрического определения аминогрупп в органических соединениях различного строения (первичные, вторичные, третичные амины, мочевины и т.п.) с нингидрином и иодистым соединением палладия. Методики нашли применение для определения содержания аммонийного азота в природных и сточных водах.

Показана возможность автоматического CHN анализа новых металлокарборанов.

Предложены новые варианты определения Cl, Br, S в органических веществах простого состава с использованием экспресс-гравиметрии и титриметрии.

Проведен элементный анализ государственного (международного) стандартного образца состава п-хлоранилида тетрафторпропионовой кислоты ГСО-8217-2002 (МСО-0617:2003) на содержание C, H, N, F, Cl.

Предложен метод определения карбоновых кислот ( $\text{C}_2$ ,  $\text{C}_3$ ,  $\text{C}_4$ , *i*- $\text{C}_4$ ,  $\text{C}_5$ , *i*- $\text{C}_5$ ,  $\text{C}_6$ , *i*- $\text{C}_6$  и др.) из водных растворов методом ГЖХ с использованием капиллярной кварцевой колонки. Метод позволяет количественно определять непосредственно из биологических сред содержание ряда жирных кислот без предварительного их перевода в летучие метиловые эфиры.

**В ИОХ РАН** внедрен автоматический метод определения CHN в органических соединениях на анализаторе фирмы Перкин-Эльмер. Изучена зависимость градуировочных коэффициентов от содержания определяемых элементов в анализируемом образце.

Разработан СФМ (УФ) метод полуколичественного определения в реакционной смеси пиридина и его 4-адамантилпроизводного – продуктов электрохимического снятия алкилсульфонильной защиты из 2-го положения пиридинового цикла.

**В НИОХ СО РАН** проведена оценка метрологических характеристик комплекса методов исследования гуминовых кислот, включающего элементный CHN анализ, термический анализ, фрагментный анализ с использованием спектроскопии ЯМР  $^{13}\text{C}$ . Установлены параметры внутрилабораторной прецизионности и погрешности.



## **Биологические и медицинские объекты, фармацевтические препараты**

**Биологические объекты.** На кафедре АХ Казанского ГУ разработан вольтамперометрический способ определения интегральной антиоксидантной емкости плазмы крови по ее реакции с электрохимически генерированными супероксид анион-радикалами. За аналитический сигнал принят относительный прирост тока первой волны восстановления кислорода в присутствии плазмы. Показано, что при патологических процессах воспалительного характера антиоксидантная емкость достоверно изменяется.

На кафедре радиохимии СПбГУ показана возможность применения систем химических сенсоров типа «электронный язык» для качественного распознавания текущего состояния и многокомпонентного количественного химического определения важнейших веществ в биотехнологических растворах.

В Дальневосточном ГУ разработана схема определения цефалоспориновых антибиотиков в разбавленных растворах биологических жидкостей.

В Липецком ГТУ разработана селективная и высокочувствительная методика проточно-инжекционного определения сульфопрепаратов в биологических жидкостях и фармацевтических препаратах с применением пьезокварцевых иммуносенсоров в качестве детекторов.

В Пятигорской фармакадемии разработаны методики обнаружения и количественного определения трамадола в моче в присутствии опийных алкалоидов с использованием методов ВЭЖХ, предложена унифицированная методика определения буторфанола, морфина и дипразина методом ВЭЖХ при токсикологическом анализе.

На кафедре ФАХ Томского ПУ разработана и аттестована экспресс-методика (без разрушения матрицы пробы) определения йодид-ионов в моче потенциометрическим методом с использованием ИСЭ (диапазон определяемых концентраций 60-300 мкг/дм<sup>3</sup>)

В лаборатории газовой хроматографии СПбГУ показано, что введение β-циклодекстрина в состав подвижной фазы ацетонитрил–вода позволяет осуществить полное разделение стероидов эндо- и экзогенной природы при определении остаточных лекарственных препаратов стероидной природы в сыворотке и моче больных с различными эндокринными нарушениями методом обращенно-фазовой ВЭЖХ. Установлены факторы, определяющие закономерности электрофоретического разделения биогенных аминов и аминокислот: природа, рН и концентрация буферного электролита; тип модификатора поверхности кварцевого капилляра; природа и концентрация органического растворителя, а также комплексообразующего агента, введенного в состав буфера. Проведена количественная оценка зависимостей электрофоретических подвижностей, коэффициентов разрешения и селективности разделения от концентрации 18-крауна-6.

В Воронежском ГУ разработана методика отдельного фотометрического определения аскорбиновой кислоты и ароматических аминокислот в смесях с применением метода Фирордта. Погрешность определения аминокислот в смеси с аскорбиновой кислотой не превышает 6 %, аскорбиновой кислоты — 8 %.

На кафедре АХ МГУ методом реакционной хромато-масс-спектрометрии изучен состав различных кислот в лиофилизатах раковых клеток яичников и аденокарциномы и фибробластов. Получены предварительные данные, свидетельствующие о возможности достоверного отличия первых от вторых, основанного на

различии в составе аминокислот. Изучен состав аминокислот лимфоцитов здорового человека и онкобольных. Показано различие в составах этих кислот, которое позволяет надеяться на возможность достоверной диагностики заболевания.

Разработаны методики определения лекарственных веществ (норфлоксацина, сульбактама, цефоперазона, пикамилона) в плазме крови.

**В Уральском ГЭУ** предложен метод катодной вольтамперометрии для оценки тиолдисульфидного соотношения биологических жидкостей (крови и ее фракций).

**В Самарском ГУ** разработана и внедрена многоуровневая хроматографическая система определения высших жирных кислот в плазме крови человека. Разработан комплекс аналитических методов для ранней диагностики нарушений липидного обмена и других функциональных расстройств.

**ИХТТ УрО РАН.** В рамках исследований по проекту №1872 международного научно-технического центра, совместно с РФЯЦ, Всероссийским научно-исследовательским институтом технической физики (ВНИИТФ), Уральским научно-исследовательским химическим институтом (УНИХИМ с ОП) и Свердловской научно-исследовательской ветеринарной станцией (СНИВС) проведено комплексное исследование процессов биологического усвоения микроэлементов и способов предотвращения их массопереноса с помощью энтеросорбентов марки БИФЕЖ в испытуемой и контрольной группе коров на территории повышенной техногенной нагрузки (г. Карабаш Челябинской области). Методами ИСП-МС, ААС, АЭС получены данные по содержанию 30 микроэлементов в образцах молока, крови, мочи, внутренних органов животных в контрольной и исследуемой группах, что позволило выявить закономерности блокирования энтеросорбентом массопереноса токсичных микроэлементов в органы животных.

**Фармацевтические препараты.** **В Дагестанском ГУ** разработан экстракционно-фотометрический способ определения димедрола или папаверина в лекарственных формах (патент на изобретение № 2237237). Метод включает экстракцию определяемых веществ бутанолом (проба : бутанол = 1:1 по объему), цветную реакцию с сульфоназо и фотометрирование при 580 нм и рН=5 для димедрола и при рН=4 для папаверина. Метод отличается достаточной чувствительностью, воспроизводимостью и быстротой выполнения анализа.

**В Омском ГУ** разработаны

- фотометрические методики экспрессного определения папаверина, дибазола, анальгина, димедрола, кофеина и парацетамола по поглощению в УФ-области спектра. Подобраны оптимальные значения рН, исследовано влияние примесей (наполнителей) на точность определения.
- фотометрическая методика определения анальгина в лекарственных препаратах разного состава в форме комплекса с  $Fe^{3+}$  в сернокислой среде при малом (до 4%) содержании других активных компонентов. Установлен состав комплекса.
- экспрессные методики спектрофотометрического определения активных компонентов в лекарственных препаратах, содержащих смеси: анальгин-хинин, анальгин-кофеин, папаверин-дибазол, димедрол-эфедрин, кофеин-парацетамол-ацетилсалициловая кислота с применением метода Фирордта. Для каждой смеси подобраны оптимальные условия проведения анализа, где отсутствует влияние наполнителей. Для каждой смеси подобрано оптимальное число измерений и длины волн, при использовании которых погрешность определения компонентов в лекарственных веществах не превышает 1% отн.

**На кафедре АХ Казанского ГУ** предложен вольтамперометрический способ определения природных полифенолов. Полученные данные использованы для определения содержания рутина и аскорутин, а также кверцетина в лекарственных формах. Оптимизированы условия электрохимической генерации супероксид анион-радикала при циклической вольтамперометрии и изучены его реакции с жирорастворимыми антиоксидантами. Рассчитаны кинетические параметры ЕС-процесса восстановления кислорода с образованием супероксид анион-радикала в присутствии ретинола и  $\alpha$ -токоферола. Предложена методика вольтамперометрического определения ретинола и  $\alpha$ -токоферола в лекарственных средствах, основанная на протонизации анион-радикала.

**В Пятигорской фармакадемии** оптимизирована и исследована робастная методика определения  $\alpha$ -токоферола в масле из плодов калины (новый перспективный препарат) методом ВЭЖХ. Установлено, что содержание  $\alpha$ -токоферола в масле достигает 0,5%.

Выполнены исследования по совершенствованию ряда методик по оценке качества жирных масел, обладающих лечебным действием. Оптимизированы условия определения индекса окисленности и определения массовой доли малонового диальдегида в маслах.

Разработана и аттестована экстракционно-фотометрическая методика определения массовой доли примеси алкалоидов в семенах люпина с пикриновой кислотой.

Изучена растворимость пипемидиновой и налидиксовой кислот (лекарственные средства при заболевании почек) в различных неводных растворителях (ацетон, спирт этиловый, диметилформамад, диметилсульфоксид, формамид, хлороформ). Установлено, что налидиксовая кислота имеет наибольшую растворимость в хлороформе, а пипемидиновая - в диметилформамиде. С учетом полученных результатов разработаны спектрофотометрические методики идентификации и количественного определения этих кислот в лекарственных препаратах «Палин», «Пимидель».

**На кафедре АХ МГУ** разработан способ определения незаданных средне-летучих органических примесей в фармацевтических препаратах, основанный на сверхкритической флюидной экстракции и масс-спектрометрическом определении. Разработаны селективные, высокоэффективные и экспрессные методики определения водорастворимых витаминов в лекарственных препаратах методом ВЭЖХ.

**На кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ** исследованы электродные и транспортные свойства жидкостных и пластифицированных мембран на основе ассоциатов  $\beta$ -лактамных антибиотиков с тетрадециламмонием. Для ИСЭ на их основе, чувствительных к антибиотикам  $\beta$ -лактамного ряда оценены время установления стационарного потенциала при различных концентрациях  $\beta$ -лактамов, интервалы линейности электродных функций, угловые коэффициенты, рабочие интервалы pH, срок службы. Проведена количественная оценка скоростей переноса, проницаемости и потока ионов антибиотиков в условиях самодиффузии и приложенного потенциала. По стационарным сопротивлениям мембран рассчитаны кажущиеся константы диссоциации органических ионообменников в фазе мембран.

Разработаны методики определения гомологов анионных ПАВ в водах, катионных ПАВ в лекарственных препаратах (раствор хлоргексина), спектрофотометрического определения гентамицина и канамицина в лекарственных формах, ионометрического определения  $\beta$ -лактамных антибиотиков в биологических средах.

**В НИОХ СО РАН** разработаны методики определения методом ВЭЖХ

- углеводного состава продуктов ферментативного гидролиза растительных полисахаридов;
- жиро- и водорастворимых витаминов в продуктах растительного происхождения и БАДах;
- хлорорганических пестицидов и полихлорбифенилов в растительном сырье и медицинских препаратах из растительного сырья.

**В лаборатории контроля качества лекарственных средств “БИОЛЕК” кафедры биотехнологии МГАТХТ им. М.В. Ломоносова**, разработаны методики определения ряда лекарственных средств, входящих в состав многокомпонентных препаратов, усовершенствованы методики определения ряда витаминов в поливитаминных препаратах, разработаны и находятся на утверждении ФСП на препараты “Йодандин 100” и “Йодандин 200”, “Пикалипан”, “Протионамид”, ОФС “Количественное определение витаминов в лекарственных формах”.

### **Пищевые продукты и корма**

**В НИИ химии Нижегородского ГУ** развит микробиологический метод определения токсичности кормов, в качестве индикаторных культур применены микроорганизмы, входящие в состав нормальной микрофлоры кишечного тракта домашних животных, что позволило сократить продолжительность анализа более чем в 5 раз.

**В ООО НПФ АП «Люмэкс»** в 2004 г. были разработаны и аттестованы следующие методики определения

- аминокислот в комбикормах и сырье для их производства методом капиллярного электрофореза на приборе «Капель»;
- белка, влажности, стекловидности, количества и качества сырой клейковины методом спектроскопии в ближней ИК области на анализаторе «ИнфраЛЮМ ФТ-10»;
- триптофана в комбикормах и сырье для их производства методом капиллярного электрофореза на приборе «Капель»;
- селена в пищевых продуктах, продовольственном сырье, комбикормах и комбикормовом сырье флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»;
- афлатоксина В1 в пищевых продуктах, продовольственном сырье, комбикормах и комбикормовом сырье методом ВЭЖХ с использованием анализатора жидкости «Флюорат-02».

**В Чувашском ГУ** на основе предложенного ранее метода «реверсирования тока» разработаны методики амперометрического определения ряда органических веществ, изучена антиоксидантная активность экстрактов чая. Разработана методика определения сурьмы в пищевых продуктах с предварительным отделением её в виде стибина и последующим фотометрированием поглотительного раствора, содержащего ассоциат брома с бромкрезоловым пурпурным ( $\lambda = 540$  нм,  $\varepsilon = 1,4 \cdot 10^4$ ).

**В Уральском ГЭУ** исследована антиоксидантная активность (АОА) пищевых продуктов (соки, чай, вина, пиво и др.) потенциометрическим методом с использованием медиаторных систем. Проведено сравнение полученных результатов с результатами, полученными другими независимыми методами. Наблюдается корреляция результатов при сравнении с методом “RANDOX” (на модели ABTS в реакции метмиоглобина с пероксидом водорода с образованием окрашенного

катион-радикала ABTS) при анализе вин ( $R=72\%$ ); хемилюминесцентным методом на модели фотосенсибилизированного окисления глицилтриптофана при анализе экстрактов лекарственных растений ( $R=91\%$ ), фотометрическим методом с использованием стабильного радикала дифенилпикрилгидразила при анализе водных и спиртовых экстрактов лекарственных растений (99%). Показана высокая информативность предлагаемого метода.

**В Кубанском ГУ** разработан методический подход для определения антиоксидантной активности, которая отражает суммарное содержание восстановителей различной природы. Для обоснования этого показателя предложена система железо(III) – ортофенантролин и вещество-стандарт – аскорбиновая кислота. Многофакторное планирование эксперимента использовано для оптимизации состава реагента и его объема, вводимого в окислительно-восстановительную реакцию. Проведена оценка действия индивидуальных восстановителей (танина, рутина, кверцетина) на индикаторную систему и выведены уравнения количественного соответствия между этими веществами и аскорбиновой кислотой. Предложена схема анализа растительных масел на токсические вещества, включающая пробоподготовку в автоклавах с резистивным нагревом, СВЧ-минерализацию и ИВ или спектрофотометрическое определение компонентов.

**В Липецком ГТУ** разработана селективная и высокочувствительная методика проточно-инжекционного определения сульфопрепаратов в молоке и молочных продуктах, яйцах, мясе птицы с применением пьезокварцевых иммуносенсоров в качестве детекторов на уровне 1-100 нг/мл. Усовершенствована экстракционная пробоподготовка проб.

**В Воронежской ГТА** оценена метрологическая надежность представления аналитического сигнала полисенсорной ячейки детектирования в виде «визуальных отпечатков» аромата масел.

Разработаны новые способы:

- сенсорного анализа ароматных масел с целью установления фальсификации и нарушения условий их производства или хранения;
- экстракционно-хроматографического определения нафтолсульфоокислот и пищевых красителей в пищевых продуктах;
- тест-способ ассортиментной идентификации яблочного сока с применением пьезокварцевых весов.

**В НИОХ СО РАН** методами ГХ/МС, ГЖХ и ИК-спектроскопии проведено исследование пищевых продуктов, содержащих жиры, установлены параметры, позволяющие осуществить идентификацию растительных и животных жиров или их смесей и устанавливать факты фальсификации. Методом ГХ/МС проведено исследование составов более 40 наименований эфирных масел и выявлены характерные компоненты, позволяющие осуществлять их идентификацию и выявлять фальсифицированные образцы.

**На кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ совместно с кафедрой химии Саратовского ГАУ** с органическим реагентом 4-(2-пиридилазо)-резорцином проведено гистохимическое изучение влияния свинца (II) на рост и развитие корневой системы гороха. Установлено, что 50 % торможение в развитии наблюдается в интервале концентраций  $(1-5) \cdot 10^{-3}$  М нитрата свинца.

**На кафедре ФХА Томского ПУ** разработаны, метрологически аттестованы и внесены в Федеральный Реестр новые методики вольтамперометрического определения ртути в муке, крупах, хлебе и хлебопродуктах в диапазоне от 0,007 до 1,0 мг/кг.

**В Воронежском ГУ** разработана методика иммобилизации гидролитического фермента инулазы на аминокарбоксильных гранульных и волокнистых сорбентах. С использованием адсорбционно-кинетического, гравиметрического, хроматографических и спектральных методов анализа исследован механизм иммобилизации фермента. Определены условия иммобилизации инулазы, установлены оптимальные диапазоны функционирования иммобилизованного фермента, проведено сравнение физико-химических свойств нативного и иммобилизованного биокатализатора. Исследован ферментативный комплекс носитель-инулаза, изучено влияние иммобилизации на изменение конформации белка. Полученные кинетико-термодинамические параметры реакции гидролиза инулина свободной и иммобилизованной инулазой позволяют прогнозировать поведение фермента в реакциях гидролиза полисахаридов в производственных условиях. Полученные данные рекомендовано использовать при конструировании биореакторов периодического и непрерывного действия, при разработке технологии получения фруктозы из возобновляемого растительного сырья.

**В Кубанском ГТУ** установили, что в зависимости от технологии получения пектинов содержание полиольных групп (сахаристых фрагментов) по массовой доле в образцах яблочного пектина составляет от 57% до 68%, цитрусового пектина – до 84% и свекловичного пектина – 89 %.

**В Иркутском ГУ** методом количественной спектроскопии ЯМР  $^{13}\text{C}$  и  $^2\text{H}$  изучен изотопмерный состав этанола в зависимости от содержания дейтерия в воде. Показано, что при биоконверсии глюкозы в изотопнообогатенной среде распределение дейтерия в образующемся этаноле определяется изотопмерным составом воды, в которой проводилась ферментация. Методом спектроскопии ЯМР с помощью меченых атомов изучен механизм формирования изотопного профиля этанола и глицерина, полученных ферментативным сбраживанием обычной и  $[1-^{13}\text{C}]$ -меченой глюкозы в тяжелой воде. Установлен вклад структурных фрагментов глюкозы и роль промежуточных стадий биоконверсии.

### **Объекты окружающей среды**

В **ИПЭЭ РАН** разработаны принципиальная схема и алгоритм обзорного хромато-масс-спектрометрического анализа сложных смесей органических соединений, выделенных из объектов окружающей среды, для определения основных органических загрязнителей и оценки общего загрязнения. Охарактеризованы различные классы органических загрязнителей: алкилфталаты, алкиладипинаты, алкилфосфаты, продукты разложения детергенов (алкилбензолы и алкилфенолы), пестициды, основные типы отравляющих веществ и продуктов их разложения, нефть и нефтепродукты и разработана схема их идентификации в природных объектах.

**На кафедре АХ Ростовского ГУ совместно с АзНИИРХ** проведена сравнительная оценка чувствительности методов биотестирования и методов химического анализа природных вод. Установлено, что к ряду антропогенных токсиантов биотестирование значительно менее чувствительно, чем методы химического анализа. Так, распространенные хлорорганические пестициды «глобального цикла» - ДДТ и его метаболиты, гексахлорциклогексан и его изомеры определяются методом газожидкостной хроматографии при концентрациях на два порядка ниже, чем их «чувствует» любой из применяемых тест-организмов; а бенз(а)пирен - на четыре порядка. Существенно уступает по чувствительности метод биоотестирования и методу атомной абсорбции для соединений бериллия и кадмия. Таким образом, как для ранней диагностики, так и для прогнозирования загрязнения

водоемов антропогенными токсикантами необходимо использование соответствующих методов химического анализа.

## **Воздух**

**На кафедре АХ СПбГУ совместно с НПФ "Люмэкс"** с использованием Зеemanовского спектрометра с высокочастотной модуляцией и электростатическим осаждением аэрозолей в графитовой печи разработана методика определения содержания элементов в выдохе человека. Получены хорошие корреляции между содержанием Se и Pb в выдохе и крови испытуемых.

**В ООО НПФ АП «Люмэкс»** разработана и аттестована методика определения паров ртути в атмосферном воздухе, воздухе жилых и производственных помещений атомно-абсорбционным методом с зеemanовской коррекцией неселективного поглощения с использованием анализатора ртути РА-915+.

**В Воронежском ГТУ** разработаны новые способы сенсорного анализа воздуха промышленных предприятий химических производств, бытовых и производственных помещений после ремонта с применением современных строительных материалов.

**Во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева** разработана и аттестована методика определения летучих сернистых примесей – сероводородов, простейших меркаптанов, сульфидов и дисульфидов – в воздушных и водных средах, основанная на принципах парофазного газохроматографического анализа. Отличительная особенность этой методики (по сравнению с существующими) состоит в том, что процедура отбора и подготовки проб к газохроматографическому анализу резко снижает потери нестабильных во влажных воздушных средах сероводорода и меркаптанов. Такой результат обеспечивается путем равновесного насыщения погложительного раствора исследуемым газом, при этом возможные потери определяемых компонентов компенсируются поступлением свежих порций анализируемого газа. Методика реализуется на отечественных газовых хроматографах (Цвет-800, Кристалл-2000 или 5000) с ионизационно-пламенным и пламенно-фотометрическим детекторами, кварцевой капиллярной колонкой, 10-ти портовым газовым краном и компьютерной системой приема и обработки хроматографической информации, предусматривающей градуировку в логарифмических координатах. Возможные погрешности определения, связанные с сорбционными потерями определяемых компонентов в системе дозирования проб, устраняются за счет разработанного оригинального способа экспоненциального введения проб равновесного газа в хроматограф.

Минимально измеряемые массовые концентрации в воздушных средах – 0,1 мг/м<sup>3</sup>, в водных средах – 1 мкг/л. Погрешность определения при концентрациях более 1 мг/м<sup>3</sup> в газах и 10 мкг/л в воде не превышает 25%. Методика применима для определения одорантов в промвыбросах или в воздухе рабочей зоны.

Разработан комплекс методик определения массовой концентрации суммы душистых веществ (сложные эфиры, терпены, альдегиды). Для анализа промвыбросов и воздуха рабочей зоны используется газохроматографический метод с применением концентрирования на сорбентах типа Тенакс или ПДФ-1 (полидифенилфталид) и последующей термодесорбцией и анализом на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором. Учитывая сложный компонентный состав атмосферного воздуха, аналогичная методика определения массовой концентрации душистых веществ и ароматизаторов разработана на основе применения техники хромато-масс-спектрометрии. Все методики прошли метрологическую аттестацию, апробацию на реальных объектах и внесены в Федеральный реестр ме-

тодик. Диапазоны измерений массовых концентраций смеси душистых веществ при анализе промвыбросов и воздуха рабочей зоны составляют от 1 до 50 мг/м<sup>3</sup>, для атмосферного воздуха – от 0,01 до 5,0 мг/м<sup>3</sup>. Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2) для всех методик составляет 0,25С, где С – результат определения массовой концентрации летучих компонентов. Методики внедрены в практику работы предприятий пищевой промышленности, выпускающих кондитерские изделия и жевательную резинку.

**В ВИМСе** разработаны и утверждены методические рекомендации "Определение асбеста в воздушных аэрозолях методами оптической микроскопии".

**В Кубанском ГУ** предложена вариативная схема газохроматографического анализа воздушных сред с абсорбционным и адсорбционным извлечением компонентов системами на основе пенографитов. В зависимости от состава анализируемой среды и цели экологического мониторинга разработаны оптимальные схемы пробоподготовки с последующей ГХ идентификацией компонентов пробы с одно- и многомерными параметрами удерживания.

**ФЦ Госсанэпиднадзора РФ** опубликовано более 30 официальных методик определения в атмосфере и воздухе рабочей зоны остаточных количеств зарубежных пестицидов, применяемых в сельском хозяйстве России, а также ряд методик определения приоритетных загрязняющих веществ в атмосферном воздухе и воздушной среде жилых и общественных зданий.

**НПО «ЭКО-ИНТЕХ»** разработаны портативный электрохимический анализатор ЭЛАН для измерения в воздухе рабочей зоны и в технологических газах кислорода и токсичных неорганических газов (оксидов азота, серы и углерода, сероводорода, аммиака и хлора) в диапазоне содержаний 0 – 500 мг/м<sup>3</sup>, анализатор массовой концентрации аэрозольных частиц в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны АЭРГОН, а также газоанализаторы для анализа выбросов автотранспорта типа ИНФРАЛАЙТ, анализаторы счетной концентрации аэрозолей (количества и размера аэрозольных частиц) АЗ-10, пробоотборные трубки для гравиметрического определения концентрации пыли в промвыбросах и пневмометрические трубки для определения скорости и расхода газопылевых потоков.

### ***Природные, технологические и питьевые воды***

**Саратовский ГУ, кафедра АХ и ХЭ совместно с кафедрой химии Саратовского ГАУ** потенциометрическим методом оценили кислотность снегового покрова на улицах города. Установлено, что к центру города талая снеговая вода подщелачивается. Выявлена зависимость, позволяющая для локальных биоценозов прогнозировать актуальную кислотность почв по рН снегового покрова. Методом прямой кондуктометрии определена минерализация талой снеговой воды в парковых зонах города, которая составляет 18,7-100,3 мг/дм<sup>3</sup>. Для скринингового определения кислотности, общей жесткости, активного хлора, железа и меди в родниковых водах Национального парка «Хвалынский» использованы различные тест-системы, выпускаемые в РФ, относительная погрешность определений составила 6-20 %.

**В Институте сцинтилляционных материалов НАН Украины** предложен новый метод определения общего содержания растворенных и взвешенных веществ различной природы в природных и питьевых водах по длине непрозрачной части ледяного слитка, получаемого после направленной кристаллизации воды. Метод свободен от источников систематических погрешностей, присущих традиционному методу определения «сухого остатка», а также от ограничений мето-



дов определения суммы главных ионов, криоскопии, эбулиоскопии и измерения электропроводности. Достоинствами предложенного метода являются автоматизация процесса, его производительность (1.5...3ч), небольшой объем пробы (15 мл) и возможность определять общую минерализацию газированной воды.

Создан и исследован новый пористый сцинтиллятор для сорбционного концентрирования трансурановых элементов из природной воды и определения их концентраций по  $\alpha$ -излучению, измеряемому сцинтилляционным методом в условиях  $4\pi$ -геометрии.

**В Томском ГУ** разработана методика определения меди(II) в водопроводной воде, разводимой по медным трубам, потенциометрическим диэтилдитиокарбаминатным титрованием с использованием индикаторного стеклоуглеродного электрода. Нижняя граница определяемых концентраций меди находится на уровне  $1,3 \cdot 10^{-6}$  моль/л (0.08 мг Cu /л). Величина  $s_r$  не превышает 5 %. Предложена инверсионно-вольтамперометрическая методика определения Se(IV) в питьевой воде с предварительным выделением и концентрированием элемента на анионите АВ-17-8, Ас-ф.

**В Иркутском ГУ** разработана методика определения содержания изотопа кислорода  $O-17^{17}$  в природных и сточных водах. Комплексное использование спектров ЯМР на ядрах  $^1H$ ,  $^2H$  и  $^{13}C$  с обработкой совокупности количественных параметров позволяет проводить надежные определения как абсолютного содержания изотопов водорода в каждом фрагменте молекулы, так и изотопомерных форм в молекулярной смеси.

**В Чувашском ГУ** разработан прибор и предложена методика для проточно-инжекционного определения кислорода в водах ТЭЦ фотогенерированными лейкоформами красителей, разработана и опробована методика газохроматографического определения фенола и анилина в сточных водах и в воздухе рабочей зоны на газохроматографе «Кристаллюкс-4000». Оценка достоверности полученных результатов свидетельствует об их хорошей воспроизводимости. Разработана методика определения сурьмы в речной воде с предварительным отделением её в виде стибина и последующим фотометрированием поглотительного раствора, содержащего ассоциат брома с бромкрезоловым пурпурным ( $\lambda = 540$  нм,  $\varepsilon = 1,4 \cdot 10^4$ ).

**В Липецком ГТУ** разработаны новые высокочувствительные и селективные способы проточно-инжекционного определения сульфаниламидных антибиотиков и нонилфенола в водных объектах окружающей среды и почве с применением пьезокварцевых иммуносенсоров в качестве детекторов.

**В ИНХ СО РАН** разработана спектрофотометрическая методика определения додецилсульфата натрия (DDSNa) на основе его предварительного концентрирования мицеллярной экстракцией оксиэтилированными ПАВ (Triton N-42) из 0,03 н  $H_2SO_4$ . Полнота образования ионного ассоциата  $DDS^-$  с метиленовым голубым достигается введением малых объемов водного раствора красителя в процессе разрушения мицеллярной структуры смесью гексана с хлороформом. При этом избыток красителя остается в водной фазе, а ионный ассоциат количественно переходит в органическую фазу, которая подвергается спектрофотометрированию. Диапазон измеряемых концентраций составляет  $10^{-5}$ - $10^{-7}$  М DDSNa. По сравнению с методикой-прототипом число ступеней экстракции сокращено с трех до одной, при увеличении степени абсолютного концентрирования с 8 до 50. Избыточное содержание мешающих определению хлорид и нитрат-ионов может быть увеличено на три порядка. Это позволит использовать данную методику для анализа природных и сточных вод разнообразного состава.

**Кафедра ФАХ Томского ПУ.** ТПУ выступил инициатором и возглавил разработку стандарта ГОСТ Р по определению методом инверсионной вольтамперометрии девяти элементов в водах «Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии». В стандарт вошли также результаты работ по созданию ИВ-методик из Екатеринбурга, Москвы, С-Петербурга.

Разработаны методики

- ИВ-определения ртути в природных водах и почвах. Нижний предел определяемых содержаний  $0,02 \text{ мкг/дм}^3$ . Разрушение органической составляющей пробы проводилось путем озонирования. Золото-графитовый электрод готовился заранее путем электрохимического осаждения тонкой пленки золота ( $< 1 \cdot 10^{-5} \text{ г}$ ). Использование в качестве фона  $\text{NH}_4\text{F}$  позволяет исключить влияние ионов  $\text{Fe(III)}$  на аналитический сигнал ртути вплоть до содержаний  $5 \text{ мг/дм}^3$ ;
- ВА-определения серебра в природных, минеральных и питьевых водах в диапазоне концентраций от  $0,0005$  до  $0,05 \text{ мг/дм}^3$  (методики метрологически аттестованы и внесены в Федеральный Реестр).

**В НИИ химии Нижегородского ГУ им. Н.И. Лобачевского** разработаны методики определения катионов ртути (II) и кадмия (II) в водных растворах с использованием фотометрического и микробиологического методов. Методики характеризуются высокой селективностью.

В ООО НПФ АП «Люмэкс» разработаны и аттестованы методики определения в пробах природной, питьевой и сточной воды

- общей ртути на анализаторе ртути РА-915+ с приставкой РП-91;
- сульфида флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»;
- анионных ПАВ на анализаторе жидкости «Флюорат-02».

**В Нижегородском ГУ им. Н.И. Лобачевского** для повышения чувствительности и селективности определения разновалентных форм серы, селена и теллура в воде методом экстракционной фотометрии предложено использовать редокс-свойства металлокомплекса сурьмы (V). Исследовано формирование аналитического сигнала в результате новых редокс взаимодействий серы (II, IV), селена (IV) и теллура (IV) в области концентраций  $10^{-5} - 10^{-3} \text{ мкг/мл}$ . По сравнению с известными методами молекулярной спектроскопии предел обнаружения сульфидов, сульфитов, селенитов и теллуридов снижен на 1-2 порядка и составляет  $10^{-6} - 10^{-4} \text{ мкг/мл}$ . Повышена избирательность анализа. Возможно определение указанных аналитов в присутствии других форм окисления вышеприведенных элементов и сопутствующих анионов (500-1000 кратный избыток по массе). Относительная погрешность не превышает 20%.

**На кафедре АХ МГУ** предложена методика сорбционно-хроматографического определения фосфора и кремния в речной воде в виде молибденовых гетерополиоксидов с предварительным концентрированием на сорбенте Amberlite XAD-8. Предел обнаружения фосфора составил  $0,5 \text{ мкг/л}$ , кремния –  $0,02 \text{ мкг/л}$ .

Разработан способ определения следов органических спиртов в водах на уровне  $10^{-10} - 10^{-8}\%$ , основанный на сверхкритической флюидной экстракции без использования органического растворителя и хроматографическом анализе всего экстракта методом ГХ/МС.

Пенополиуретан (ППУ) предложен в качестве твердого полимерного реагента для определения нитрит-ионов в водах. В основу определения положена реакция диазотирования концевых толуидиновых групп ППУ нитрит-ионами в кислой среде с последующим сочетанием полимерного катиона с различными азосоставляющими (1-нафтиламином, 2,3-диаминонафталином, риванолом, 8-оксихинолином, 1- и 2-нафтолами). Показано, что образующиеся интенсивно окрашенные полимерные азосоединения могут быть использованы в качестве удобных аналитических форм для определения нитрит-ионов с помощью спектроскопии диффузного отражения ( $c_{\min} = n \cdot \text{нг/мл}$ ).

**ИПЭЭ РАН** на основании проведенного изучения физико-химических, спектральных и масс-спектральных характеристик фторсодержащих соединений, синтезированных в Уральском ГТУ, аттестованы и утверждены в качестве ГСО 4-фторбифенил, 4,4'-дифторбифенил и 4-фторбифениловый эфир. Разработана и утверждена «Методика выполнения измерений суммарного содержания полихлорированных бифенилов в природной и очищенной сточной воде методом перхлорирования и газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектированием».

**Кафедра АХ СПбГУ.** Выбраны условия атомно-абсорбционного определения платины и предварительного экстракционно-хроматографического отделения ее от  $10^3$ -кратного избытка Fe(III) и Cu(II) для измерения концентрации платины в водных средах в диапазоне от 0,01 до 0,1 мг/л с относительным стандартным отклонением 0,05-0,07.

**НИОХ СО РАН.** Методом ГХ/МС проведено обследование природных объектов (снежный покров, почвы, донные отложения, поверхностные воды) в республике Хакасия, Ханты-Мансийском АО и республике Горный Алтай на содержание органических загрязняющих веществ с целью оценки экологического состояния и факторов антропогенного воздействия.

**В НПО «ЭКОНИКС»** разработан ряд экологических методик для определения ионов йода, свинца, кадмия, цинка, меди и других тяжелых металлов с помощью инверсионной вольтамперометрии, ионометрии и кулонометрии в водных растворах и почве, а также методики суммарного определения кальция и магния (жесткость воды), и фосфатов в воде.

**В ЗАО «Крисмас+»** разработана серия тест-методов и издано «Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами», Разработка аналогичных тест-методик определения в водах органических и неорганических загрязнителей продолжается на **кафедре АХ химфака МГУ**.

**Воронежская ГТА.** Разработан новый способ экстракционно-потенциометрического определения аминокислот в водных растворах.

### **Твердые объекты**

**НТЦ «ЛЕНХРОМ» совместно с кафедрой АХ химфака МГУ** разработаны методики на основе комбинации ТСХ с денситометрией для определения в воде и почве гептила (несимметричного диметилгидразина). **Совместно с Архангельским ГУ** разработана аналогичная методика определения фенолов в воде и почве.

**ФЦ Госсанэпиднадзора** опубликовано более 100 официальных экологических методик определения остаточных количеств новых зарубежных пестицидов, применяемых в России (разработаны Московской с/х академией им. К.А. Тимирязева, Федеральным научным центром гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИ фитопато-

логии и ВНИИ защиты растений (Москва), НИИ лесного хозяйства (Санкт-Петербург) – в почвах, воде, воздухе, с/х сырье и пищевых продуктах хроматографическими методами (ГХ, ВЭЖХ, ТХС).

**В ИПТМ совместно с ВИМСом** разработана методика «Масс-спектральный с индуктивно-связанной плазмой анализ ацетатно-аммонийных и азотнокислых вытяжек почв (на 60 элементов)»

**Самарский ГУ.** Методами ГХ и ВЭЖХ проведена идентификация и определено содержание углеводов  $C_5 - C_{32}$  в почве, загрязненной выбросами газоперекачивающих станций Самарского региона. Предложена методика идентификации источника загрязнения почвы нефтепродуктами.

**На кафедре АХ и ХЭ Саратовского ГУ совместно с кафедрой химии Саратовского ГАУ** ионометрическим методом проведена оценка интегральных физико-химических характеристик городских почв в 9 парковых зонах города Саратова. Показано, что значения актуальной кислотности по направлению от периферии к центру города меняются от слабо-щелочной до щелочной реакции. Установленные значения окислительно-восстановительных потенциалов (470-530 мВ) для почв парковых зон свидетельствуют о слабых и умеренных окислительных процессах в почвах.

**ИПЭЭ РАН.** Изучено диоксиновое загрязнение почвы, донных отложений и биологических объектов в провинции Куанг Чи Южного Вьетнама.

**НПО «Спектрон».** Проведена переаттестация методики определения массовой доли (валового содержания) элементов: Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Sr и Pb, а также оксидов: MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O, CaO, TiO<sub>2</sub>, MnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в порошковых пробах почв методом РФА на рентгеновских спектрометрах «СПЕКТРОСКАН МАКС».

### **Растительность и биосреды**

**ИПЭЭ РАН.** Изучено содержание ПХДД/ПХДФ и ПХБ в рыбе, добываемой в российской экономической зоне балтийского региона, и продуктах ее переработки. Полученные данные подтвердили высокий уровень загрязнений тканей морских рыб. Вклад диоксиноподобных ПХБ в общую токсичность до 20 раз превышает вклад ПХДД и ПХДФ. Это указывает на необходимость введения в РФ нормирования содержания диоксиноподобных ПХБ в пищевых продуктах.

Определены уровни диоксинов и диоксиноподобных ПХБ у пожарных, участвовавших в ликвидации пожара на АО «Иркутсккабель» в 1992 г. Выяснено, что группа пожарных, выбранная для анализа, была подвергнута значительному диоксиновому воздействию, что могло быть причиной наблюдаемых негативных последствий для их здоровья.

**ИГХ СО РАН.** Изучены способы подготовки проб биологических материалов, пригодных для решения многих биогеохимических задач, не нарушающие исходное состояние растительного материала. Среди них технология горячего прессования была выбрана для тщательного исследования как наиболее перспективная. Экспериментально изучено влияние на качество излучателей массы растительного материала, используемой для прессования, его биохимического состава и температурно-временных параметров. Излучатели прессовались из различающихся биоорганическим составом порошков клубней топинамбура, травосмеси, листа березы, гольяна, а также целлюлозы, полученной разными способами обработки растительного сырья. Результаты изучения демонстрируют пригодность

способа горячего прессования для пробоподготовки биологических материалов в РФА. При выбранных температурно-временных условиях излучатели из всех материалов получились прочными даже из масс 1,5 г. Способ прост в исполнении, не использует реагентов, требует низкие температуры и короткое время обработки. Дано предварительное объяснение процессов, обеспечивающих получение прочных излучателей. Планируются исследования для его подтверждения, изучения работоспособности способа горячего прессования в максимально возможной широкой области биологических материалов, а также потерь элементов и распределения их по поверхности излучателя.

Разработана методика атомно-эмиссионного определения микропримесей в створках современных и ископаемых диатомовых водорослей для изучения связи микроэлементного состава створок и среды обитания диатомей. Исследование закономерностей накопления микроэлементов в створках и сравнение элементного состава створок ископаемых байкальских диатомовых водорослей могут привести к выявлению новых геохимических индикаторов палеоклимата.

**Прочие объекты.** *На кафедре АХ МГУ* предложен способ расчета суммарных концентраций и диоксинового эквивалента полихлорированных бифенилов, дибензофуранов и дибензодиоксинов при определении их суммарного содержания.

### **Приборы**

В 2004 г. российские фирмы продолжали выпуск современных аналитических приборов – газовых хроматографов с мультidetекторными системами: ЗАО СКБ «Хроматэк» и НПФ «Мета-хром» (Йошкар-Ола), ОАО «Хроматограф» и НПО «Химавтоматика» (Москва); хроматографов для ВЭЖХ с амперометрическим, кондуктометрическим, флуориметрическим, фотометрическим или рефрактометрическим детекторами: НПО «Химавтоматика», НПФ «Аквилон» (Москва) и НПФ АП «Люмэкс» (Санкт-Петербург). Эти приборы позволяют проводить как рутинные, так и арбитражные определения органических загрязнителей в любых природных матрицах – воздухе, воде, почве, опасных отходах, донных отложениях, растительности, биосредах, фармацевтических препаратах и пищевых продуктах. НПП «Эконикс» (Москва) производит комплексные аналитические системы (потенциостат, вольтамперометрический анализатор и кулонометр), позволяющие определять тяжелые металлы в водных средах.

***Уровень аналитических исследований, выполняемых в России, год от года растет. Становится значительно больше работ с применением ГХ/МС, ИСП/МС и ИСП/АЭС, хотя для определения металлов в водных средах пока еще чаще применяются электрохимические методы, а для идентификации целевых соединений в сложных смесях загрязняющих веществ различной природы практически не используется АЭД в сочетании с ГХ/МС. Мало методик, использующих для анализа газов газовую хроматографию как с универсальными, так и с селективными детекторами.***

***К результатам мирового уровня можно отнести лишь работы, выполняемые в течение последних 10 лет в ИПЭЭ РАН по созданию принципиальных схем и алгоритма обзорного ГХ/МС анализа сложных смесей органических соединений, выделенных из объектов окружающей среды, для определения основных приоритетных органических загрязнителей и оценки общего загрязнения.***

***Использование результатов анализа в хозяйственной деятельности***

**В Иркутском ГУ** методическое обеспечение (МО) для исследования гуминовых веществ с помощью спектроскопии ЯМР применили при анализе исходного сырья по производству бетона, что позволило получить бетон повышенной прочности при меньшем расходе воды затворения. Указанное МО использовали при определении гуминовых веществ в буровом растворе, что привело к повышению дебета нефтяных скважин.

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

Разработана методика отдельного определения люизита, оксида люизита и неорганического мышьяка (ОВ) в строительных материалах (кирпиче, штукатурке, бетоне) бывших объектов производства химического оружия. Методика основана на термической десорбции ОВ из материалов кирпича, концентрировании паров в ловушке, охлаждаемой жидким азотом, с последующим разложением концентрата едким натром и фотометрическим определением мышьяка. Достигнут предел обнаружения – 0,01 мг/кг кирпича.

**В Томском ГУ** разработана методика прямого атомно-эмиссионного анализа натуральных шерстяных волокон на содержание микроэлементов, отличающаяся экспрессностью и позволяющая одновременно контролировать Ва, Ве, Со, Мп, Рб, Sn, Sb, Вi, Cr, V, Мо, Тi с пределами обнаружения  $1 \cdot 10^{-3}$  –  $1 \cdot 10^{-6}$  мас.% и относительным стандартным отклонением 0,2. Методика предназначена для решения задач криминалистической экспертизы.

## НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ

*Научный совет РАН по аналитической химии (2005 – 2009 гг).*

### **Состав Совета**

- |                       |  |
|-----------------------|--|
| 1. Золотов Ю.А.       | - академик, председатель               |
| 2. Мясоедов Б.Ф.      | - академик, зам. председателя          |
| 3. Карпов Ю.А.        | - чл-корр. РАН, зам. председателя      |
| 4. Киселева И.Н.      | - к.х.н., ИОНХ РАН, уч. секретарь      |
| 5. Аветисянц Б.Л.     | - к.х.н., ИМБП РАН                     |
| 6. Алакаева Л.А.      | - д.х.н., Кабардино-Балкарский ГУ      |
| 7. Александрова Э.А.  | - д.х.н., Кубанский ГАУ                |
| 8. Алыков Н. М.       | - д.х.н., Астраханский ГПУ             |
| 9. Амелин В.Г.        | - д.х.н., Владимирский ГУ              |
| 10. Аношин Г.Н.       | - д.г.-м.н., ОИГГМ СО РАН              |
| 11. Басаргин Н.Н.     | - д.х.н., ИГЕМ РАН                     |
| 12. Баскин З.Л.       | - д.т.н., Вятский ГУ                   |
| 13. Беклемишев М.К.   | - к.х.н., МГУ                          |
| 14. Беленький Б.Г.    | - д.х.н., ИАНП РАН, СПб                |
| 15. Беляев В.Н.       | - к.х.н., ГИРЕДМЕТ                     |
| 16. Березкин В.Г.     | - д.х.н., ИНХС РАН                     |
| 17. Боголицин К.Г.    | - д.х.н., Архангельский ГТУ            |
| 18. Большов М.А.      | - д.ф.-м.н., ИСАН                      |
| 19. Борзенко А.Г.     | - к.х.н., МГУ                          |
| 20. Брайнина Х.З.     | - д.х.н., Уральский ГЭУ                |
| 21. Бродский Е.С.     | - к.х.н., ИПЭЭ РАН                     |
| 22. Брытов И.А.       | - д.ф.-м.н., ОАО НПП «Буревестник»     |
| 23. Будников Г.К.     | - д.х.н., Казанский ГУ                 |
| 24. Бузланова М.М.    | - к.х.н., ИНЭОС РАН                    |
| 25. Буяновская А.Г.   | - к.х.н., ИНЭОС РАН                    |
| 26. Вершинин В.И.     | - д.х.н., Омский ГУ                    |
| 27. Власов Ю.Г.       | - д.х.н., СПбГУ                        |
| 28. Волынец М.П.      | - д.х.н., ГЕОХИ РАН                    |
| 29. Волынский А.Б.    | - д.х.н., ГЕОХИ РАН                    |
| 30. Воронцов А.М.     | - д.т.н., НИЦЭБ РАН                    |
| 31. Ганеев А. А.      | - д.ф.-м.н., СПбГУ                     |
| 32. Гармонов С.Ю.     | - д.х.н. Казанский ГТУ                 |
| 33. Гильмутдинов А.Х. | - д.ф.-м.н., Казанский ГУ              |
| 34. Гончаров Ю.А.     | - к.х.н., ОАО НИЦ «Волжский оргсинтез» |
| 35. Горелов И.П.      | - д.х.н., Тверской ГУ                  |
| 36. Гражулене С.С.    | - д.х.н., ИПТМ РАН                     |
| 37. Грибов Л.А.       | - чл-корр. РАН                         |
| 38. Гринштейн И.Л.    | - к.х.н., РНЦ «Прикладная химия»       |
| 39. Грузнов В.М.      | - д.т.н., КТИГЭП                       |
| 40. Гусакова Н        | - д.х.н., Саратовский ГАУ              |
| 41. Даванков В.А.     | - д.х.н., ИНЭОС РАН                    |
| 42. Давыдова С.Л.     | - д.х.н., ИНХС РАН                     |
| 43. Дворкин В.И.      | - д.х.н., ИНХС РАН                     |
| 44. Дегтев М.И.       | - д.х.н., Пермский ГУ                  |
| 45. Дегтерев Е.В.     | - д.фарм.наук, ЦХЛС – ВНИХФИ           |
| 46. Дедков Ю.М.       | - д.х.н., МГОУ                         |

47. Дзантиев Б.Б. - д.х.н., ИНБИ РАН  
48. Дмитриенко С. Г. - д.х.н., МГУ  
49. Додин Е.И. - д.х.н., Чувашский ГУ  
50. Долгоносков А.М. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
51. Долманова И.Ф. - к.х.н., МГУ  
52. Другов Ю.С. - д.х.н.  
53. Дружинин А.А. - д.х.н., ВУРХБЗ  
54. Евгенийев М.И. - д.т.н., Казанский ГТУ  
55. Евтюгин Г.А. - д.х.н., Казанский ГУ  
56. Еремин С. А. - д.х.н., МГУ  
57. Ермолаева Т.Н. - д.х.н., Липецкий ГТУ  
58. Живописцев В.П. - д.х.н., Пермский ГУ  
59. Житенко Л.П. - к.х.н., ГОХРАН России  
60. Залетина М. М. - к.х.н., Ассоциация «Экоаналитика»  
61. Зенкевич И.Г. - д.х.н., СПбГУ  
62. Зоров Н.Б. - д.х.н., МГУ  
63. Зуев Б.К. - д.т.н., ГЕОХИ РАН  
64. Иваненко В.В. - д.т.н., ИХ ДВО РАН  
65. Иванов В.М. - д.х.н., МГУ  
66. Иванова Л. И. - к.х.н., Пятигорская ГФА  
67. Ищенко А.А. - д.х.н., МИТХТ  
68. Калмановский В.И. - д.т.н., МП «РЦЭМ»  
69. Каменев А.И. - к.х.н., МГУ  
70. Карандашев В.К. - к.х.н., ИПТМ РАН  
71. Карбаинов Ю.А. - д.х.н., Томский ПУ  
72. Карякин А.А. - д.х.н., МГУ  
73. Качин С.В. - д.х.н., Красноярский ГУ  
74. Ковалев И.Д. - д.х.н., ИХВВ РАН  
75. Колесов Г.М. - к.х.н., ГЕОХИ РАН  
76. Колотов В.П. - к.х.н., ГЕОХИ РАН  
77. Колпакова Н.А. - д.х.н., Томский ПУ  
78. Конопелько Л.А. - д.т.н., ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
79. Коренман Я.И. - д.х.н., Воронежская ГТА  
80. Коровин Ю.И. - д.т.н., ВНИИНМ  
81. Крашенинников А.А. - к.х.н., НПФ «ЛЮМЭКС»  
82. Криволапов С.С. - к.х.н., ВНИИПМ  
83. Крылов В.А. - д.х.н., Нижегородский ГУ  
84. Кубракова И.В. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
85. Кузнецов В.В. - д.х.н., РХТУ  
86. Кузяков Ю.Я. - д.х.н., МГУ  
87. Кулапина Е.Г. - д.х.н., Саратовский ГУ  
88. Куприянова Т.А. - д.т.н., ИОНХ РАН  
89. Курбатов Д.И. - д.х.н., ИХТТ УрО РАН  
90. Курочкин В.Е. - д.т.н., ИАнП РАН  
91. Лавренова Л.Г. - д.х.н., Новосибирский ГУ  
92. Ламбрев В.Г. - д.х.н., МПФ «СПЕКТРО»  
93. Лебедев А.Т. - д.ф.-м.н., МГУ  
94. Львов Б.В. - д.ф.-м.н., СПбГПУ  
95. Майстренко В.Н. - д.х.н., ИППЭП



96. Малахов В.В. - д.х.н., ИК им. Г.К. Борескова СО РАН  
97. Марьянов Б.М. - д.х.н., Томский ГУ  
98. Марютина Т.А. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
99. Медянцева Э.П. - д.х.н., Казанский ГУ  
100. Могилевский А.Н. - к.т.н., ГЕОХИ РАН  
101. Моросанова Е.И. - д.х.н., МГУ  
102. Москвин А.Л. - д.т.н., НПО «ГРАНИТ»  
103. Москвин Л.Н. - д.х.н., СПбГУ  
104. Музгин В.Н. - д.х.н., УГТУ-УПИ  
105. Муштакова С.П. - д.х.н., Саратовский ГУ  
106. Мясоедова Г.В. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
107. Немец В.М. - д.т.н., СПбГУ  
108. Нестеренко П.Н. - д.х.н., МГУ  
109. Неудачина Л.К. - к.х.н., Уральский ГУ  
110. Орлова А.Н. - д.х.н., ЦИНАО  
111. Орлова В.А. - д.х.н., ЦИНАО  
112. Панева В.И. - к.т.н., Уральский НИИ Метрологии  
113. Папина Т.С. - д.х.н., ИВЭП СО РАН  
114. Петров Б.И. - д.х.н., Алтайский ГУ  
115. Петров Л.Л. - д.х.н., ИГХ СО РАН  
116. Петров С.И. - д.х.н., РГУНГ им. И.М. Губкина  
117. Петрухин О.М. - д.х.н., РХТУ  
118. Пирогов А.В. - к.х.н., МГУ  
119. Плетнев И.В. - к.х.н., МГУ  
120. Попов А.А. - д.т.н., НПО «Химвтоматика»  
121. Проскурнин М.А. - к.х.н., МГУ  
122. Прохорова Е.К. - к.биол.н., НЦ СППОТ  
123. Пупышев А.А. - д.х.н., УГТУ-УПИ  
124. Ревельский И.А. - д.х.н., МГУ  
125. Ревенко А.Г. - д.т.н., ИЗК СО РАН  
126. Родин А.А. - к.х.н., РНЦ «Прикладная химия»  
127. Ровный С.И. - к.т.н., ФГУП ПО «МАЯК»  
128. Родинков О.В. - д.х.н., СПбГУ  
129. Розанов И.А. - д.х.н., ИОНХ РАН  
130. Рувинский О.Е. - д.х.н., Кубанский ГТУ  
131. Руденко Б.А. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
132. Русанова Т.Ю. - к.х.н., Саратовский ГУ  
133. Рыбальченко И.В. - д.х.н., ВУРХБЗ  
134. Саввин С.Б. - д.х.н., ГЕОХИ РАН  
135. Салихджанова Р.М.-Ф. - д.т.н., МИРЭА  
136. Сапрыкин А.И. - д.т.н., ИНХ СО РАН  
137. Седых Э.М. - к.х.н., ГЕОХИ РАН  
138. Селеменев В.Ф. - д.х.н., Воронежский ГУ  
139. Семенов А.Д. - д.х.н., АзНИИРХ  
140. Сигейкин Г.И. - д.х.н., МЦАИ РАН  
141. Сидельников В.Н. - д.х.н., ИК им. Г.К. Борескова СО РАН  
142. Синяк Ю.Е. - д.х.н., ИМБП РАН  
143. Сляднев М.Н. - к.х.н., СПбГУ, НИИ химии  
144. Смагунова А.Н. - д.т.н., Иркутский ГУ  
145. Спиваков Б.Я. - чл-корр. РАН

- |                       |   |
|-----------------------|---|
| 146. Стожко Н.Ю.      | - к.х.н., Уральский ГЭУ                       |
| 147. Страдомская А.Г. | - д.х.н., Гидрохимический институт            |
| 148. Темердашев З.А.  | - д.х.н., Кубанский ГУ                        |
| 149. Терентьева Е.А.  | - д.х.н., ИНЭОС РАН                           |
| 150. Тимербаев А.Р.   | - д.х.н., ГЕОХИ РАН                           |
| 151. Торгов В.Г.      | - д.х.н., ИНХ СО РАН                          |
| 152. Торопова В.Ф.    | - д.х.н., Казанский ГУ                        |
| 153. Трубачев А.В.    | - к.х.н., ИПМ УрО РАН                         |
| 154. Туманов А.А.     | - д.х.н., Нижегородский ГУ                    |
| 155. Фадеева В.П.     | - д.х.н., НИОХ СО РАН                         |
| 156. Фадеева И.К.     | - к.т.н., РГПП, СЗГИПН                        |
| 157. Федотов П.С.     | - к.х.н., ГЕОХИ РАН                           |
| 158. Филимонов Л.Н.   | - д.ф.-м.н., ГИРЕДМЕТ                         |
| 159. Филиппов М.Н.    | - д.ф.-м.н., ИОНХ РАН                         |
| 160. Хамракулов Т.К.  | - д.х.н., Кисловодский филиал Московского ГУС |
| 161. Хомутова Е.Г.    | - к.х.н., МИТХТ                               |
| 162. Цизин Г.И.       | - д.х.н., МГУ                                 |
| 163. Цюпко Т.Г.       | - к.х.н., Кубанский ГУ                        |
| 164. Чернова Р.К.     | - д.х.н., Саратовский ГУ                      |
| 165. Черновьянц М.С.  | - д.х.н., Ростовский ГУ                       |
| 166. Чопоров Д.Я.     | - к.х.н., РГУНГ им. И.М. Губкина              |
| 167. Шаевич А.Б.      | - д.х.н., Уральская ГЛА                       |
| 168. Шапошник В.А.    | - д.х.н., Воронежский ГУ                      |
| 169. Шелпакова И.Р.   | - д.х.н., ИНХ СО РАН                          |
| 170. Шеховцова Т.Н.   | - д.х.н., МГУ                                 |
| 171. Широкова В.И.    | - к.х.н., ГЕОХИ РАН                           |
| 172. Шкинев В.М.      | - к.х.н., ГЕОХИ РАН                           |
| 173. Шпигун Л.К.      | - д.х.н., ИОНХ РАН                            |
| 174. Шпигун О.А.      | - д.х.н., МГУ                                 |
| 175. Штыков С.Н.      | - д.х.н., Саратовский ГУ                      |
| 176. Эллер К.И.       | - д.х.н., Институт питания РАМН               |
| 177. Эляшберг М.Е.    | - д.х.н., ВНИИОС                              |
| 178. Ягов В.В.        | - к.х.н., ГЕОХИ РАН                           |
| 179. Якубович А.Л.    | - д.т.н., ВИМС                                |
| 180. Яшин Я.И.        | - д.х.н., НПО «Химавтоматика»                 |

### **Бюро Совета**

1. Золотов Ю.А., академик – председатель
2. Мясоедов Б.Ф., академик – зам. председателя
3. Карпов Ю.А., чл.-корр. РАН – зам. председателя
4. Грибов Л.А., чл.-корр. РАН – зам. председателя
5. Киселева И.Н., к.х.н., ИОНХ РАН – ученый секретарь
6. Большов М.А., д.ф.-м.н., ИСАН
7. Будников Г.К., д.х.н., Казанский ГУ
8. Гражулене С.С., д.х.н., ИПТМ РАН
9. Дворкин В.И., д.х.н., ИНХС РАН
10. Залетина М.М., к.х.н., ЭАА «Эко-Аналитика»

11. Колотов В.П., к.х.н., ГЕОХИ РАН
12. Москвин Л.Н., д.х.н., СПбГУ
13. Петрухин О.М., д.х.н., РХТУ
14. Проскурнин М.А., к.х.н., МГУ
15. Рыбальченко И.В., д.х.н., ВУРХБЗ
16. Саввин С.Б., д.х.н., ГЕОХИ РАН
17. Спиваков Б.Я., чл.-корр. РАН
18. Темердашев З.А., д.х.н., Кубанский ГУ
19. Филиппов М.Н., д.ф.-м.н., ИОНХ РАН
20. Шеховцова Т.Н., д.х.н., МГУ
21. Шпигун О.А., д.х.н., МГУ
22. Штыков С.Н., д.х.н., Саратовский ГУ
23. Яшин Я.И., д.х.н., АООТ НПО «Химавтоматика»

### ***Основные направления деятельности совета***

Научный совет РАН по аналитической химии

- анализирует состояние исследований в области аналитической химии в России и за ее пределами и определяет актуальные проблемы и главные направления научных работ в этой сфере;
- координирует проводимые в стране научно-исследовательские работы в области аналитической химии, разрабатывает и вносит предложения об использовании результатов научных работ в экономике, здравоохранении, охране окружающей среды и т.д.;
- созывает конференции, совещания, организует школы по теоретическим и прикладным проблемам аналитической химии, семинары, в том числе и в регионах;
- рассматривает практические вопросы организации научно-исследовательских работ по аналитической химии, производства и оснащения лабораторий аналитическими приборами, химической посудой, реактивами и стандартными образцами;
- уделяет внимание подготовке специалистов по аналитической химии (программы, профиль и т.п.), в том числе преподаванию аналитической химии в вузах;
- осуществляет необходимые контакты с научными советами РАН по различным проблемам, поддерживает постоянную связь с редакциями научных журналов и издательств;
- поддерживает связь с Отделением аналитической химии ИЮПАК, с зарубежными учеными, институтами и журналами по аналитической химии, дает рекомендации по привлечению российских ученых в оргкомитеты международных конгрессов, конференций и симпозиумов, в редколлегии международных журналов; НСАХ РАН входит в состав Европейской ассоциации химических и молекулярных наук;
- ежегодно Научный совет представляет в Президиум РАН отчеты о важнейших научных достижениях аналитиков на основании данных, поступающих от учреждений, предприятий и членов совета, а также отчет о научно-организационной деятельности совета;

- утверждает структуру и состав, направления и планы работ своих комиссий и отделений; руководит работой московских семинаров по аналитической химии;
- один раз в год проводит итоговые годовые сессии, на которых рассматривает и утверждает отчеты о научных достижениях и научно-организационной деятельности совета за год и обсуждает наиболее актуальные проблемы аналитической химии;
- один раз в год присуждаются одна или две премии совета и премия для молодых ученых.

### **Структура Совета**

БЮРО СОВЕТА

СЕКЦИЯ ОБЩИХ ВОПРОСОВ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

**Комиссия по терминологии**

Председатель – В.М. Иванов

**Комиссия по преподаванию аналитической химии**

Председатель – Т.Н. Шеховцова

**Комиссия по хемометрике**

Председатель – Л.А. Грибов

**Комиссия по истории и методологии аналитической химии**

Председатель – В.А. Шапошник

**Комиссия по международным делам**

Председатель – Б.Я. Спиваков

**Комиссия по информационной поддержке НСАХ РАН**

Председатель – В.П. Колотов

**Комиссия по аналитическим приборам**

Председатель – Г.И. Цизин

**Рабочая группа по микрофлюидным системам**

Председатель – М.А. Проскурнин

**АССОЦИАЦИЯ «АНАЛИТИКА»**

Председатель – Ю.А. Карпов

СЕКЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

**Комиссия по аналитическим реагентам и тест-методам**

Председатель – С.Б. Саввин

**Комиссия по методам разделения и концентрирования**

Председатель – С.Г. Дмитриенко

**Комиссия по хроматографии**

Председатель – О.А. Шпигун

**Комиссия по биохимическим и биологическим методам анализа**

Председатель – Б.Б. Дзантиев

**Комиссия по электрохимическим методам анализа**

Председатель – Г.К. Будников

**Комиссия по химическим сенсорам**

Председатель – Ю.Г. Власов

**Комиссия по оптическому спектральному анализу**

Председатель – М.А. Большов

**Комиссия по рентгеновским методам анализа**

Председатель – А.Г. Ревенко

**Комиссия по масс-спектрометрии**

Председатель – А.Т. Лебедев

**Комиссия по радиоаналитическим методам  
и анализу радиоактивных материалов**

Председатель – В.П. Колотов

**Комиссия по нано- и микроанализу**

Председатель – М.Н. Филиппов

**СЕКЦИЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ**

**Комиссия по аналитической химии благородных металлов**

Председатель – Л.П. Житенко

**Комиссия по анализу минерального сырья**

Председатель –

**Комиссия по анализу органических соединений и материалов**

Председатель – И.Г. Зенкевич

**Комиссия по анализу биологических, медицинских и фармацевтиче-  
ских объектов**

Председатель – Я.И. Яшин

**Комиссия по обнаружению и идентификации взрывчатых, наркотиче-  
ских и отравляющих веществ**

Председатель – И.В. Рыбальченко

**Комиссия по анализу пищевых и сельскохозяйственных объектов**

Председатель –

**Комиссия по анализу нефти и нефтепродуктов**

Председатель -

**АССОЦИАЦИЯ «ЭКОАНАЛИТИКА»**

Председатель – Ю.А. Золотов

**РЕГИОНАЛЬНЫЕ ОТДЕЛЕНИЯ СОВЕТА**

**Северо-Западное отделение**

Председатель – Л.Н. Москвин

**Поволжское отделение**

Председатель – С.Н. Штыков

**Северо-Кавказское отделение**

Председатель – З.А. Темердашев

**Уральское отделение**

Председатель – В.Н. Музгин

**Сибирское отделение**

Председатель – В.В. Малахов

**Зарубежное отделение**

Председатель – И. Кусельман

### ***Деятельность совета в 2004 г.***

XXIX Годичная сессия совета прошла в рамках конференции «Аналитика России» 29 сентября 2004 г. Председатель совета академик Ю.А. Золотов вручил дипломы и премии совета за большие заслуги в развитии аналитической химии д.х.н., профессору А.А. Туманову (НИИ химии Нижегородского ГУ) и д.т.н. А.Л. Якубовичу (ВИМС). Оба лауреата рассказали о своих работах. Доклад о достижениях российской аналитической химии в 2003 г. блестяще сделал М.Н. Филиппов, ученый секретарь совета И.Н. Киселева рассказала о научно-организационной деятельности совета за тот же период и планах на 2004 и 2005 гг. Были заслушаны отчеты председателя Уральского отделения совета В.Н. Музгина, сопредседателя Московского семинара по аналитической химии Э.М. Седых, председателя семинара по анализу объектов окружающей среды Ю.С. Другова.

В 2004 г. проведено два заседания бюро, на которых обсуждались подготовка текущих мероприятий 2004 г. и планы совета на 2005 и 2006 гг.

В связи с истечением срока полномочий совета, работавшего с 1999 по 2004 гг., принято решение о формировании нового состава совета, его бюро, пересмотре его структуры. Обсуждались вопросы целесообразности создания в структуре совета отраслевых комиссий, об организации выездного заседания бюро и Поволжского отделения совета в Волгограде в 2005 г., о воссоздании системы переподготовки кадров аналитиков в России. Комиссии по информационной поддержке совета поручено подготовить справочник «Доктора наук, работающие в химическом анализе».

В феврале 2005 г. стоялось бюро, на котором обсуждались основные направления деятельности совета, были утверждены новый состав совета (на 2005 – 2009 гг.), его структура, председатели комиссий и отделений. Были названы лауреаты премии НСАХ 2004 г. Ими стали д.ф.-м.н., профессор Б.В. Львов, (СПбГПУ), д.х.н., профессор С.Ю. Гармонов (Казанский ГТУ) и к.х.н. П.С. Федотов (ГЕОХИ). Лауреаты приглашены на очередную 30-ю годовую сессию совета для вручения дипломов и докладов о своих работах. Сессия состоится 28 июня в Санкт-Петербурге в рамках Всероссийской конференции «Аналитические приборы».

### ***Всероссийские конференции 2004 г.***

Научным советом РАН по аналитической химии, его комиссиями и региональными отделениями вместе с научно-исследовательскими институтами РАН и вузами в 2004 г. были проведены следующие конференции:

5-8 апреля, Москва, КВЦ «Сокольники»: «**Химический анализ**» (НСАХ РАН, ААЦ «Аналитика») Конференция прошла в рамках Международной специализированной выставки аналитического оборудования, контрольно-измерительных приборов, лабораторной мебели и химических реактивов «AnalyticaExpo 2004».

23 – 27 мая, Уфа: **6-я Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа** с международным участием (РАН, НСАХ, Комиссия по электрохимическим методам анализа) Участвовало 76 человек, сделано 20 устных и 104 стендовых доклада.

31 мая – 3 июня, Нижний Новгород: XII конференция **«Высокочистые вещества и материалы: получение, анализ, применение»** (РАН, ОХНМ, НСХВВ, НСАХ, ИХВВ, Нижегородский ГУ) Участвовали 190 человек, сделаны 61 устный доклад и 102 стендовых сообщения.

21 – 25 июня, Саратов: **II Всероссийский симпозиум «Тест-методы химического анализа»** (НСАХ РАН, Министерство образования РФ, МГУ, Саратовский ГУ), более 100 участников.

27 сентября – 01 октября, Москва: Всероссийская конференция **«Аналитика России»**, посвященная 100-летию со дня рождения академика И.П. Алимарина (РАН, НСАХ, ИОНХ, ГЕОХИ, МГУ) В конференции приняли участие более 400 человек из 50 городов РФ, 11 специалистов - с Украины, 1 - из Армении, 1 – из Монголии. Работали 22 секции по различным направлениям аналитической химии, было сделано 110 устных сообщений. В сборнике опубликованы тезисы 533 докладов. Отдельное заседание было посвящено академику И.П. Алимарину, выдающемуся ученому, возглавлявшему советскую аналитическую химию в течение нескольких десятилетий. Обсуждалась его роль в развитии аналитической химии в СССР (Ю.А. Золотов), развитии радиоаналитических методов (Б.Ф. Мясоедов), его вклад в развитие методов анализа минерального сырья (Г.В. Остроумов). На одном из заседаний прошла 29-я годовичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии.

11 – 17 октября г., Новосибирск: VII конференции **«Аналитика Сибири и Дальнего Востока»** (РАН, НСАХ, ИК им. Г.К. Борескова СО РАН) В конференции приняли участие более 400 человек. Работали 7 секций: химические и физико-химические методы, спектрометрические методы, электрохимические методы, хроматографические методы, анализ биологических, медицинских и фармацевтических объектов, анализ объектов окружающей среды, метрология и стандартизация методов анализа. Состоялись 19 пленарных лекций и 112 устных секционных сообщений. На стендовой сессии было представлено более 400 докладов.

#### ***Всероссийские конференции первой половины 2005 г.***

19-22 апреля, Москва, КВЦ «Сокольники»: конференция **«Химический анализ»** (НСАХ РАН, ААЦ «Аналитика») прошла в рамках Международной специализированной выставки аналитического и лабораторного оборудования, технологий и материалов для анализа, контроля, исследований во всех отраслях промышленности «AnalyticaExpo 2005». Конференция состояла из заседаний, посвященных хемометрике и контролю производственных процессов (председатель – А.Л. Померанцев), анализу металлов и сплавов (председатель – Б.К. ЗУЕВ), химическим сенсорам (председатель – В.В Ягов) и обеспечению качества результатов аналитических работ (заседание ААЦ «Аналитика»). В работе выставки приняли участие 307 компаний, в том числе 122 российские компании – производители аналитических приборов. Впервые в работе выставки участвовало 80 фирм из Германии.

18 – 22 апреля, пансионат «Клязьма»: **Ежегодное собрание Ассоциации аналитических центров «Аналитика»**: [www.analitica.org.ru](http://www.analitica.org.ru)

Апрель 2005 г., Москва: 4-я Всероссийская конференция **«Молекулярное моделирование»** (РАН, ГЕОХИ РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет). В работе конференции участвовало более 100 человек.

#### ***Семинары***

В 2004 г. работали

Московский городской семинар по аналитической химии – 6 заседаний;

Московский семинар по анализу объектов окружающей среды – 8 заседаний;

Московский семинар по аккредитации и обеспечению качества результатов аналитических работ – 1 заседание;

Семинар по современным проблемам аналитической химии (УрО РАН, Екатеринбург) – 3 заседания;

Семинар по проблеме «Аналитическая химия объектов окружающей среды (ИХВВ РАН, Нижний Новгород) – 4 заседания;

Волжский городской семинар – 1 заседание.

**Московский семинар по аналитической химии.** В период с декабря 2003 по декабрь 2004 г. состоялось 6 заседаний семинара, представлено 19 докладов с участием 26 авторов. Темами семинара были методы исследования табачной продукции; проблемы контроля качества лекарственных средств; анализ поверхности; методы определения благородных металлов.

На семинаре, посвященном исследованию табачной продукции, выступили И.И. Арсеньева (Центр экспертиз и сертификации «Табак») и к.х.н. Урюпин А. Б. (Центральное экспертно-криминалистическое таможенное управление ГТК РФ). Рассмотрена специфика методов исследования табачного сырья, его заменителей и готовой табачной продукции, охарактеризована применяемая аппаратура.

О проблемах контроля качества лекарственных средств рассказали д.фарм.н. Е.В. Дегтерев (Центр по химии лекарственных средств научно-исследовательского химико-фармацевтического института) и к.х.н. В.П. Пахомов (Институт клинической фармакологии научного центра экспертизы средств медицинского применения). Обсуждались требования к аналитическому контролю промышленного производства при составлении технологических регламентов, сформулированы критерии выбора аналитических методов в зависимости от состава и назначения лекарственного сырья. К.б.н. О.В. Шелепова (Главный ботанический сад РАН) рассказала об использовании метода атомно-абсорбционной спектроскопии для исследования микроэлементного состава дикорастущих лекарственных растений. Д.х.н. Я.И. Яшин (ООО «Химавтоматика») представил прибор для определения антиоксидантной активности лекарственных препаратов и биологически активных веществ. При обсуждении поднимался вопрос о создании стандартных образцов лекарственных средств и их использовании в аналитической практике.

Сообщения по анализу поверхности были представлены на апрельском семинаре. К.х.н. С.Н. Путилин и д.х.н. Е.В. Антипов (МГУ) участвуют в работе Международного Центра дифракционных данных по созданию представительной рентгенографической базы данных для неорганических и органических соединений. В их докладах было показано, как с помощью порошковой дифрактометрии на дифрактометрах “Thermo Electron” решаются задачи современного материаловедения, обсуждались особенности прибора, позволяющие существенно увеличить угловое разрешение прибора. Оптические эмиссионные, рентгенофлуоресцентные спектрометры и рентгеновские дифрактометры ARL, выпускаемые компанией, успешно применяются на различных промышленных предприятиях и в исследовательских институтах свыше 50 лет.

Следующие три семинара были посвящены методам определения металлов платиновой группы (МПГ). Д.х.н. Кубракова И.В. (ГЕОХИ РАН) остановилась на особенностях химического поведения платиновых металлов, рассмотрела основные подходы и методы их определения, используемые при решении геохимии-



ческих задач. Отмечена важная роль пробоподготовки, обеспечивающей получение определяемых компонентов в форме, пригодной для инструментального определения. О сорбционном концентрировании МПГ на комплексообразующих сорбентах ПОЛИОРГС, разработанных в ГЕОХИ, рассказала О. Моходоева, аспирантка д.х.н. Г.В. Мясоедовой (ГЕОХИ РАН). Показано, что использование сорбента ПОЛИОРГС 17 Н с диметил-пирозольными группами обеспечивает концентрирование платины, палладия, золота и родия в динамических условиях. Последующее определение металлов может проводиться непосредственно в фазе сорбента (метод РФА); суспензии (метод ЭТААС); после кислотного разложения сорбента (метод АЭС-ИСП, МС-ИСП). Е.С. Торопченова (ИОНХ РАН) доложила о разрабатываемых в ИОНХе кулонометрических методах определения МПГ в сочетании с микроволновой пробоподготовкой, используемой для получения комплексных соединений, обладающих электрохимической активностью.

Сообщение Д.Г. Филатовой (МГУ) было посвящено способу определения низких содержаний серебра, золота, платины и палладия во вторичном сырье, основанному на образовании различных химических форм определяемых и сопутствующих элементов. При обработке кислого раствора, полученного в результате разложения пробы, водным раствором аммиака, БМ переводятся в растворимые комплексные аммиакаты, а основная часть пробы осаждается в форме нерастворимых гидроксосоединений. Непосредственно в анализируемом растворе происходит полное или частичное отделение макрокомпонентов пробы, что существенно улучшает метрологические параметры определения элементов методом ЭТААС в разнообразных пробах вторичного сырья.

В обзорном докладе к.х.н. Л.П. Житенко (ГОХРАН России) изложены проблемы, связанные с определением больших содержаний МПГ в аффинированных образцах и их сплавах (оснащение и обновление парка аналитических приборов, выпуск стандартных образцов, подготовка специалистов и т.д.). Н.Д. Сергиенко (Завод по обработке цветных металлов) рассказал о технологии производства и аттестации стандартных образцов разного уровня (ГСО, СОП), рассмотрел перспективы их разработки. Изготовлены и аттестованы комплекты ГСО состава золота, серебра, платины, палладия, родия на содержание 17-24 элементов-примесей, а также ГСО состава ювелирных сплавов на основе золота и серебра.

Доклад к.х.н. Т.Ю. Алексеевой (фирма «АНСЕРТЭКО») был посвящен разработке методического обеспечения аналитического контроля вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы (ДМ). Специалистами ГИРЕДМЕТа и «АНСЕРТЭКО» разработано методическое обеспечение, соответствующее новому закону «О техническом регулировании» и учитывающее требования новой серии ГОСТов по метрологии 5725. Создан пакет методов аналитического контроля вторичного сырья драгметаллов. Разработан способ пробоподготовки, основанный на плавке на медный коллектор, позволяющий гомогенизировать и получать усредненную пробу. Методики оформлены в двух вариантах: как метрологически аттестованные методики анализа, предназначенные для внутреннего использования и для коммерческой их реализации; и как стандарты организации согласно требованиям «Закона о техническом регулировании». На базе экспериментального материала установлены метрологические характеристики методик в соответствии с серией ГОСТ 5725.

Слушатели семинара познакомились с исследованиями в области создания многоканального анализатора эмиссионных спектров - МАЭС (В.И. Попов, фирма «Оптоэлектроника»). О модернизированных приборах на основе МАЭС (спектрограф PGS-2, Карл Цейс Йена и атомно-эмиссионный полихроматор ICAP 9061 «ТермоДжарреллАш»), успешно используемых на Московском заводе по обработке спецсплавов, рассказала О.А. Избаш. Исследованы возможности применения

данного метода для проведения экспресс-анализа и определения примесных и легирующих элементов в диапазоне содержания от 0,0001 до целых процентов в объектах разнообразного состава в отсутствие стандартных образцов. Показана возможность учета межэлементных влияний на примере определения палладия в золото-медных сплавах. Разработаны и аттестованы методики дугового атомно-эмиссионного анализа золота и серебра, а также методика АЭС-ИСП определения фосфора в серебряно-фосфористых сплавах.

За этот год семинар посетили более 300 человек (сотрудники ГЕОХИ им. В.И. Вернадского РАН, других институтов и организаций Москвы).

**Московский семинар по анализу объектов окружающей среды.** В 2004 г. на Московском семинаре по анализу объектов окружающей среды было проведено (с октября по май) 8 заседаний и заслушано 19 докладов ведущих специалистов Москвы и Санкт-Петербурга в области экологической аналитической химии.

Доклады были посвящены различным аспектам практической аналитики в определении загрязняющих веществ во всех природных средах – воде, воздухе, почве, биологических материалах, растительности, пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и фармацевтических препаратах. Были затронуты важные проблемы совершенствования техники анализа сложных смесей загрязнений – пробоподготовка и возможность повышения надежности идентификации целевых соединений в различных матрицах. В представленных докладах подробно обсуждалась методология контроля содержаний загрязнителей различной природы и токсичности с помощью хроматографических (ГХ, ВЭЖХ, ТСХ и капиллярный электрофорез), спектральных (ААС, АЭМС, ИСП/МС) и электрохимических (инверсионная вольтамперометрия) методов анализа.

Был сделан ряд сообщений о современном состоянии парка аналитических приборов и оборудования для экоаналитики, выпускаемых отечественными и зарубежными фирмами, и освещены новейшие направления в области санитарно-химического (экологического) анализа: биомониторинг – исследование загрязнений окружающей среды в организме человека (Е.В. Гугля, РГМУ им. Н.И. Пирогова), технология приготовления капиллярных колонок нового поколения эффективностью в несколько миллиардов теоретических тарелок (В.П. Лапин, ИНТЕРЛАБ, Московское отделение) и новые способы пробоподготовки, основанные на твердофазной микроэкстракции (отечественный вариант – микросорберы) и экстракции загрязнений из воды или биосред с помощью палочки для магнитной мешалки (В.П. Лапин, Г.М. Родченков).

Следует отметить обзорные доклады В.П. Лапина и Я.И. Яшина (НПО «Хи-мавтоматика»), посвященные анализу современного состояния и последним достижениям в области ВЭЖХ в контроле загрязнений пищевых продуктов, биосред и лекарственных препаратов, в медицинских исследованиях и судебной медицине.

Большой интерес участников семинара (их число колебалось от 25 до 60 человек) вызвали доклады о контроле качества природных и питьевых вод (Е.А. Столярова, МГУП «Мосводоканал»), о нормативно-методическом обеспечении контроля качества воды (Н.К. Куцева, ЗАО «РОСА»), сообщение «Полевые методы и портативное оборудование в контроле окружающей среды (воды, почва) (А.Г. Муравьев, НПО ЗАО «Крисмас+»). Одно из заседаний (январь 2004 г.) было посвящено современным отечественным экоаналитическим приборам и оборудованию, а также вопросам метрологического обеспечения экоаналитических измерений (Ассоциация производителей аналитического оборудования, ВНИИОФИ).

Важным итогом семинара явилось обсуждение заслушанных докладов и общение участников семинара – специалистов в различных областях аналитической (экоаналитической) химии.

## **Работа комиссий и отделений совета**

**Комиссия по метрологии, стандартизации и обеспечению качества** провела собрание ААЦ «Аналитика» на Клязьме в апреле 2004 г., организовала заседание в рамках конференции «Химический анализ» на Международной выставке «АналитикаЭкспо 2004» в Сокольниках, провела 1 заседание Московского семинара по аккредитации и обеспечению качества результатов аналитических работ» (декабрь 2004 г., ВИМС).

**Комиссия по терминологии.** Под эгидой Национального комитета российских химиков, Межведомственного научного совета по радиохимии при Президиуме РАН и Минатоме РФ, НСАХ РАН вышли из печати «Рекомендации и номенклатурные правила ИЮПАК по химии» (составители академики Б.Ф. Мясоедов, Ю.А. Золотов, профессор В.М. Иванов, к.х.н. Е.К. Корчемная, редактор – проф. В.М. Иванов. М.: Наука. 2004.

Под эгидой НСАХ РАН вышел из печати «Русско-английский и англо-русский словарь терминов по аналитической химии» (составители и редакторы проф. В.М. Иванов, академик Ю.А. Золотов). М.: Изд-во Лаб-Пресс. 2004.

Члены комиссии являются титульными научными редакторами «Реферативного журнала Химия» (В.М.Иванов, И.А. Крылова), научными редакторами «Журнала аналитической химии» (В.М. Иванов, Т.Н. Шеховцова), переводчиками его английской версии (М.А. Проскурнин), рецензентами и членами редколлегии академических, отраслевых журналов и журнала «Вести Московского университета. Серия 2. Химия» (В.М. Иванов, О.А. Шпигун).

**Комиссией по преподаванию аналитической химии** подготовлены и проведены 2 заседания по проблемам преподавания аналитической химии в российских университетах различного профиля в рамках Всероссийской конференции «Аналитика-2004»; проведен круглый стол и заседание Комиссии с обсуждением основных проблем преподавания аналитической химии в классических, технологических, технических, медицинских, педагогических и сельскохозяйственных университетах; продолжил работу интерактивный подсайт Комиссии на сайте НСАХ РАН. На нем размещаются основные документы, рекомендации, принятые Комиссией, программы и методические материалы общего и специальных курсов аналитической химии, материалы проведенной конференции.

**Комиссия по международным делам.** Члены комиссии принимали активное участие в работе международных союзов и обществ. Национальный комитет российских химиков, в котором Б.Ф.Мясоедов является заместителем председателя, а П.С.Федотов - ученым секретарем, постоянно взаимодействует с Международным союзом по теоретической и прикладной химии (IUPAC), занимаясь участием российских ученых в работе Союза. Ю.А.Золотов и Б.Я Спиваков являются делегатами от Российского химического общества им. Д.И.Менделеева и Совета по аналитической химии РАН, соответственно, в Отделении аналитической химии Европейской ассоциации химических и молекулярных наук (EuCheMS); они участвовали в заседании DAC-FECS в г.Саламанка, Испания, где в сентябре 2004 г. проводилась конференция Евроанализ XIII. С 1 сентября 2005 г. представителем РХО им. Д.И. Менделеева в EuCheMS будет работать С.Н Штыков. Ю.А.Карпов активно работает в Международном комитете по единству измерений в аналитической химии (CITAC).

Одна из основных задач комиссии - подготовка и проведение в Москве в июне 2006 г. Международного конгресса по аналитической химии (ICAS-2006). Сформирован Международный научный комитет Конгресса, состоящий из ведущих химиков-аналитиков из России, Японии, США, Германии и других стран. Выпущен тиражом 2000 экз. информационный материал о Конгрессе, который рас-

пространен среди участников конференций Евроанализ XIII и Азияанализ VII (Гонконг, июль 2004 г.). Проведена автоматизированная рассылка первого циркуляра зарубежным ученым по 3000 адресов. Подготовлена база данных для рассылки российским ученым. Информация о Конгрессе опубликована на ряде зарубежных сайтов и в ведущих российских и зарубежных журналах по аналитической химии. Создан сайт Конгресса: [www.icas2006.ru](http://www.icas2006.ru).

Ю.А. Золотов работал членом оргкомитетов конференций Евроанализ XIII и Азияанализ VII. Б.Я. Спиваков и Т.А. Марютина были членами оргкомитета Международной конференции по противоточной хроматографии (Токио, август 2004 г.); они совместно с О.А. Шпигуном подготовили Терминологию этого метода для IUPAC. Российские ученые принимали участие в подготовке и проведении других международных конференций, работали в редсоветах различных международных журналов.

**Комиссией по истории и методологии аналитической химии** проводится подготовительная работа по подготовке к изданию сочинений М.Цвета (Е.М. Сенченкова), издание включено в план издательства «Наука на 2006 г.»; сдан в издательство справочник «Кто был кто в аналитической химии в России и СССР (Ю.А. Золотов); в Нижнем Новгороде проведен семинар, посвященный 100-летию И.М. Коренмана (8.01.2004 г.); в «Журнале аналитической химии» опубликованы статьи, посвященные 125-летию применения П. Гриссом органических реагентов в аналитической химии (В.М. Иванов), 350-летию термина «химический анализ», введенного Р. Бойлем (В.А. Шапошник); 50-летию атомно-абсорбционного анализа (Б.В. Львов), 50-летию рентгеноэлектронной спектроскопии (Н.В. Алов). Проведено заседание комиссии на конференции «Аналитика России (сентябрь 2004 г.).

**Комиссия по электронно-информационной поддержке НСАХ РАН.** Основной задачей комиссии является организация корпоративной электронной среды для сообщества Российских химиков-аналитиков. Для этого поддерживается и развивается Интернет-портал НСАХ РАН «Аналитическая химия в России» ([www.rusanalytchem.org](http://www.rusanalytchem.org)). К настоящему времени в базу данных (MS SQL) загружен большой объем информации, обеспечивающий интеграцию Интернет-ресурсов в области аналитической химии. Количество посетителей (пользователей) портала за последний год превысило 18 тысяч.

Для электронной интеграции используются интернет-технологии. Так, например, для организаций и фирм – производителей аналитического и лабораторного оборудования создан сервис для самостоятельного размещения/изменения информации об их производственном профиле. К настоящему времени на портале зарегистрировано около 50 организаций и фирм, которые самостоятельно размещают краткую информацию на головной странице портала. В разделе «Новости» ими размещаются тематические объявления, извещения о проводимых семинарах, выставках, курсах повышения квалификации и др.; в разделе «Приборы и оборудование» - анонсы новых аналитических приборов и лабораторного оборудования. Более подробную информацию о «Профиле компании» можно найти в рубрике "Оборудование" ("Приборы", "Лабораторное оборудование", "Реактивы" и др.).

Кроме того, комиссией разрабатывается и электронная система для интерактивной работы подразделений НСАХ РАН с использованием новых программных технологий, таких как MS Windows SharePoint Services (WSS) и XML, которые развернуты на центральном сервере в виде служб и Web-сервисов. Эта система приходит на смену пилотной версии на основе MS SharePoint Team Services, развернутой лишь для нескольких комиссий совета для тестирования. Внедряемая новая электронная система представляет собой систему интерактивных сайтов,

которые объединяют многочисленных пользователей, принадлежащих к сообществу аналитиков и которые являются общим динамическим хранилищем информации этого сообщества в соответствии с его интересом. Посредством обычного интернет-браузера пользователи могут просматривать сайты и самостоятельно там же размещать/редактировать разнообразную информацию. Функционирование такой открытой системы требует определенных мер по обеспечению ее безопасности. Для этого была разработана и практически реализована на сервере стратегия децентрализованного администрирования системы (в виде схемы управления и обеспечивающих программ). Новая система будет обслуживать все комиссии Совета. Приобретенный опыт использован и для организации портала Международного конгресса по аналитической химии (ICAS-2006).

С целью привлечения корпоративных пользователей комиссия постоянно участвует в работе Международной выставки «АналитикаЭкспо» и крупных конференциях по аналитической химии с информационными материалами по portalу Научного совета.

Готовится к публикации сборник «Доктора наук, работающие в области химического анализа» (в печатном и электронном вариантах).

**Комиссия по электрохимическим методам анализа** организовала и провела 6 Всероссийскую конференцию с международным участием «ЭМА'2004» (23 – 27 мая, Уфа).

#### **Комиссия по определению следов и микроанализу**

- участвовала в подготовке и проведении XII конференции: «Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение» (31 мая – 3 июня 2004 г., Нижний Новгород);
- члены комиссии участвовали в Международном Симпозиуме: «Ultrapure materials: Processing, Characterization and Applications -ISUPM (Хайдерабад, Индия, ноябрь 2004). Обсуждалась возможность сотрудничества между российскими и индийскими учеными в области характеристики особочистых веществ для микро- и наноэлектроники;
- под эгидой Бюро ИСАХ РАН совместно с Киевским Национальным Университетом готовится проведение очередного аналитического Российско-Германо-Украинского Симпозиума (АРГУС-2005) в рамках Международной конференции по аналитической химии в Киеве (12 – 18 сентября 2005 г.).

### **СЕВЕРО-ЗАПАДНОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

Июнь 2004 г., Санкт-Петербург: ежегодный семинар по аналитической химии «**Химический анализ**» с правом вручения дипломов о повышении квалификации. Рассматривается, как курсы повышения квалификации для сотрудников производственных аналитических лабораторий России и ближнего зарубежья. Семинар организует кафедра АХ СПбГУ на базе Межрегионального центра экономики и техники (Негосударственное образовательное учреждение дополнительного профессионального образования). Типовой план работы семинара: Обзорный доклад о состоянии и проблемах аналитической химии в России (зав. кафедрой Л.Н. Москвин); знакомство с новыми достижениями и приборными разработками научных и научно-производственных организаций С-Петербурга; обмен опытом ведущих аналитических лабораторий города ("Гипроникель", ВАМИ, ВСЕГЕИ, ЦИКВ, "Электросила" и др.); обязательная школа по метрологии с участием ВНИИМ; экскурсии в лаборатории города. Слушатели семинара обеспечаются специальной литературой: подборкой статей из журналов по новым на-

правлениям аналитической химии и методическим разработкам, перечень новых монографий по химическому анализу. В семинаре в 2004 г. участвовали 53 человека.

Междисциплинарным центром дополнительного профессионального образования СПбГУ при участии кафедры АХ продолжается проведение лекционных и практических занятий со слушателями, представляющими различные регионы страны, по различным направлениям аналитической химии, наиболее востребованным промышленными предприятиями. Курсы предназначены для обучения и повышения квалификации работников аналитических служб и лабораторий промышленных предприятий, научных и экспертных организаций. Наибольшее количество запросов поступает на курсы по РФА и атомному спектральному анализу. На курсы принимаются лица, имеющие высшее или среднее образование. Слушатели с высшим образованием в процессе обучения готовят, а по окончании занятий защищают выпускную работу и получают удостоверение государственного образца о повышении квалификации в СПбГУ. Слушателям, имеющим среднее или среднее специальное образование, по окончании курсов выдается сертификат об обучении в СПбГУ на курсах по пройденной слушателем программе. В 2004 году прошли обучение 22 слушателя.

**НПП «Буревестник»** провел 9 семинаров-презентаций своей аппаратуры в Санкт-Петербурге, Украине, Воронеже, Ижевске, Липецке, Ростове-на-Дону. В семинарах приняло участие 580 человек.

**ИАНП РАН** участвовал в выставках «**Перспективные технологии XXI века**» (ВВЦ, Москва, 18-21 мая), «**Биотехнологии – 2004**» (СПб, СКК, 1-3 июня), «**Российский промышленник - 2004**» (СПб, Ленэкспо, 27 сентября - 30 сентября), «**Здравоохранение 2004**» (Москва, Экспоцентр на Красной Пресне, 29 ноября-3 декабря). Приборы секвенатор и анализатор «АНК» получили дипломы.

**ВНИИМ им. Д.И. Менделеева** организовал и провел

28-30 июня в Санкт-Петербурге Международный семинар (под эгидой КООМЕТ) «Математические методы при обеспечении качества и взаимного признания результатов измерений» В семинаре участвовало более 80 человек, в том числе 20 - из Великобритании, Германии, Италии, Беларуси, Украины.

Совместно с Межотраслевым центром повышения квалификации проведены в 2004 г. школы-семинары и семинары по актуальным вопросам деятельности аналитических и испытательных лабораторий:

- «Внутрилабораторный контроль качества химических анализов и испытаний» (24-26 марта, 21-23 апреля, 8-10 июня, 21-23 сентября, 27-29 октября);
- «Современные требования к обеспечению качества работ в испытательных и аналитических лабораториях» (2-4 марта, 24-26 ноября);
- «Современная испытательная и аналитическая лаборатория: технические требования, оснащение, метрологическое обеспечение» (16-19 марта, 14-16 сентября, 7-9 декабря);
- «Лабораторный контроль промышленных газовых выбросов, атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны» (7-9 апреля, 5-7 октября).

На школах-семинарах присутствовало (в среднем) по 35 специалистов из различных регионов России.

Под редакцией профессора Конопелько Л.А. выпущен каталог «**Эталонные материалы 2004-2005**» (МИ 2590 – 2004). Вышла в свет книга Ю.И.Александрова: «**Спорные вопросы современной метрологии в химическом анализе**». (изд. им. Н.И. Новикова.- Санкт-Петербург. 2003. 304 с., ил.36).

**НПФ «Люмэкс»** провела школу-семинар по капиллярному электрофорезу (Краснодар, 18-20 мая 2004 г.), собравшую 35 участников;

второй научно-практический региональный семинар «Аналитической оборудовании НПФ АП «Люмэкс», возможности применения и опыт использования для целей экологического контроля, решения задач нефтедобывающей, нефтеперерабатывающей, целлюлозно-бумажной промышленности (Сыктывкар, 31.11 – 1.12.04). Участвовало 75 человек.

НПФ «Люмэкс» представил экспозицию на выставке «Питткон-2004» (США).

## УРАЛЬСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ

28 января 2004 г., Екатеринбург: Семинар «Спектрофотометр HELIOS а - **технические возможности и правила эксплуатации. Демонстрация технических возможностей прибора**» (Уральский ГУ совместно с фирмой «Intertech Corporation»), 30 участников;

20-23 апреля, Екатеринбург: 14-ая Всероссийская студенческая научная конференция «**Проблемы теоретической и экспериментальной химии**» (УрО НСАХ, УрГУ, 2004 г., около 200 участников);

13 сентября, Екатеринбург: семинар «**Геохимическая оценка сырьевых ресурсов с применением усовершенствованных методов и методик**» (УрО НСАХ РАН, УГТУ-УПИ, Analytik Jena AG (Германия)). Присутствовало более 90 человек;

16 сентября, Екатеринбург: **Семинар, посвященный 100-летию со дня рождения проф., д.х.н. Подчайновой В.Н.** (УГТУ-УПИ, УрО НСАХ);

20-22 октября, Екатеринбург: **2-ая Уральская конференция по радиохимии** (Минобрнауки РФ, УГТУ-УПИ), более 60 участников;

21-22 октября, Екатеринбург: «**Спектрофотометрические методы анализа**» (УрО НСАХ РАН, УрГУ, Intertech Corp.), более 60 участников;

25-28 октября 2004 г., Екатеринбург: Конференция «**Химия твердого тела и функциональные материалы, ХТТ2004**», «**IV Семинар СО РАН - УрО РАН Термодинамика и материаловедение**» (РАН, УрО РАН, РФФИ, Научный совет по неорганической химии, ИХТТ УрО РАН), участвовало 198 человек;

16-19 ноября в г. В. Пышма проведен 4-ый Межрегиональный форум «**Приборостроение - 2004**». Секция «Аналитический контроль. Метрологическое обеспечение» подготовлена УрО НСАХ РАН совместно с Уральской горно-металлургической компанией. Участвовало более 370 чел.;

25-27 ноября, Пермь: 3-я региональная конференция «**Проблемы теоретической и экспериментальной аналитической химии**» (Пермский ГУ).

Издано 4 номера журнала «**Аналитика и контроль**».

Регулярно работали консультационные центры по проблемам аккредитации аналитических лабораторий (УНИИМ - Панева В.И.), методическому обеспечению аналитических служб в черной металлургии (ИСО - Кузьмин И.М., Степановский В.В.), по различным вопросам аналитической химии (УГТУ-УПИ - Музгин В.Н., Атнашев Ю.Б., Пупышев А.А., Егоров Ю.В., Слепухин В.К., Лисиенко Д.Г.).

Оказывается помощь в преаккредитационной подготовке аналитических лабораторий, организации и проведению курсов повышения квалификации работников аналитических лабораторий.

Начата работа по подготовке и проведению **17-ой Уральской конференции по спектроскопии** (13-16.09.2005 г.)

23-27 мая 2005: Екатеринбург: Научную конференцию с международным участием «**Электроаналитика-2005**» (Минобрнауки РФ, РФФИ, УрО НСАХ РАН, Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика», Уральский ГЭУ и ООО НПВП «ИВА»). Ответственные Стожко Наталия Юрьевна, тел.(343)2572415, (343)2519671, факс: 8(343)2572415, E-mail: [sny@usue.ru](mailto:sny@usue.ru); ученый секретарь Кози-

цина Алиса Николаевна, т.(343)2572415, (343)2519669, E-mail: kan@usue.ru, 100 участников.

Сотрудники **УНИИМ** приняли участие в 10 семинарах, совещаниях и конференциях с докладами, посвященными аккредитации испытательных лабораторий, организации лабораторного контроля точности результатов химического анализа и др. Специалисты лаборатории метрологического обеспечения количественного химического анализа обеспечивают учебный процесс на кафедре «Метрологическое обеспечение испытаний состава и свойств веществ и материалов» Уральского филиала Академии стандартизации, метрологии и сертификации (учебной). Ими разработаны 7 программ по повышению квалификации специалистов различных направлений деятельности. В 2004 г. прошли обучение на кафедре с целью повышения квалификации 980 специалистов промышленных производств, системы охраны окружающей среды, нефтепромышленного комплекса, агропромышленного комплекса, в области здравоохранения и др. Направлений деятельности.

Лаборатория ФХМИ ИВТЭ РАН продолжала функционировать в рамках ЦКП «Состав вещества» института, используя аналитическое оборудование международного уровня в области оптической спектроскопии, растровой электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа и спектроскопии комбинационного рассеяния света. Лаборатория имеет постоянных пользователей в УрО РАН, выполняет работы для УГТУ-УПИ (для физико-технического, химико-технологического факультетов, факультета строительного материаловедения) и УРГУ (химфак), а также для ряда предприятий Уральского региона.

### СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ

11-16 октября, Новосибирск: VII конференция «**Аналитика Сибири и Дальнего Востока-2004**» (СО НСАХ РАН, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН), число участников - 400.

4 сентября, Томск: III Всероссийская конференция «**Химия и химическая технология на рубеже тысячелетий**». (Томский ПУ, кафедра ФАХ), число участников – 200, из них 70 – из Италии. Германии и 15 городов РФ. Представлено 250 тезисов, сделано 150 докладов.

15 ноября – 4 декабря, Иркутск: **Курсы повышения квалификации по рентгенофлуоресцентному методу анализа и метрологии аналитической химии** (Иркутский ГУ), *ответственная за мероприятие* - Смагунова Антонина Никоновна, тел. (3952) 42-34-52, факс (3952) 42-59-35, E-mail: [rfa@chem.isu.ru](mailto:rfa@chem.isu.ru), [smag@chem.isu.ru](mailto:smag@chem.isu.ru)

### ПОВОЛЖСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ

21-25 июня, Саратов: II Всероссийский симпозиум «**Тест-методы химического анализа**» (ПО НСАХ РАН, Саратовский ГУ). На конференции были представлены тезисы 78 докладов от 174 авторов из РФ и Украины.

14-16 октября, Астрахань: 7<sup>ая</sup> Международная конференция «**Эколого-биологические проблемы Волги и Северного Прикаспия**» (ПО НСАХ РАН, Астраханский ГУ), число участников – 100.

### СЕВЕРО-КАВКАЗСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ



26-29 января, Пятигорск: **59-я Межрегиональная конференция по фарма-ции, фармакологии и подготовке кадров** (Минздрав РФ, СКНЦВШ, РАЕ, Фар-мимпекс, Пятигорская ГФА).

30 мая – 4 июня, Краснодарский край, пос. Агой: Научно-практическая кон-ференция **«Государственный и производственный экологический контроль и его метрологическое обеспечение»** (СКО НСАХ РАН, УНИИМ, Федеральный методический центр анализа и мониторинга в области охраны окружающей среды, Кубанский ГУ), число участников – 139 человек.

### **Предложения в план работы совета на 2005 – 2009 гг.**

#### **2005 г.**

5-10 июня, Краснодар: семинар-совещание **«Требования к компетентно-сти лабораторий, осуществляющих аналитический контроль»** (ФГУП «УНИИМ», Северо-Кавказское отделение НСАХ, Кубанский ГУ):

27 июня – 01 июля, Санкт-Петербург: **2 Всероссийская конференция «Аналитические приборы»** (РАН, НСАХ, РХО им. Д.И. Менделеева, СПбГУ, НИТИ им. А.П. Александрова. ЦЭБ РАН)

3-8 июля, Самара: Всероссийская конференция **«Теория и практика хро-матографии. Применение в нефтехимии»** (РАН, Научный совет по адсорбции хроматографии, Комиссия по хроматографии НСАХ, ИФХиЭХ им. А.Н. Фрумкина, ГОУ ВПО «Самарский ГУ»)

13 – 16 сентября, г. Новоуральск-Екатеринбург: **17-я Уральская конферен-ция по спектроскопии** с международным участием.(УрО НСАХ РАН). Число уча-стников - 300 чел.

25 – 30 сентября, Краснодарский край, п. Агой Туапсинского района, сана-торий «Автотранспортник России»: II Международный симпозиум **«Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии»** (Минобрнаука РФ, МГУ, Кубанский ГУ, НСАХ РАН, ГЕОХИ РАН, ИОНХ РАН). Киселева Наталия Вла-димировна, тел 8(861)2199571, факс 8(861)2199572, E-mail:analyt@chem..kubsu.ru.

10 – 12 октября, Волгоград: **Выездное заседание бюро НСАХ РАН.**

17-21 октября, Воронеж: III Международная конференция **«Экстракция ор-ганических соединений - ЭОС-2005»** (РАН, НСАХ, НСНХ, ИОНХ, РХО им. Д.И. Менделеева, МИНОБРНАУКИ РФ, Воронежская ГТА, Администрация Воронеж-ской обл., IECIS, Inc. (USA): Обращаться к Суханову Павлу Тихоновичу, тел.: (0732)55-07-62; 52-11-60, факс: (0732)55-42-67; E-mail: [korenman@vgta.vrn.ru](mailto:korenman@vgta.vrn.ru)

#### **2006 г.**

14 - 17 марта, Москва, КВЦ «Сокольники»: Конференция **«Химический анализ»** в рамках Международной специализированной выставки “AnalyticaExpo-2006”;

29 мая - 2 июня 2006 г., Иркутск: **V Всероссийская конференция по рент-геноспектральному анализу.** Контактные телефоны и e-mail: Гуничева Таьяна Николаевна, тел.: (3952) 42-95-79 ([tng@igc.irk.ru](mailto:tng@igc.irk.ru)); Финкельштейн Александр Льво-вич ([finkel@igc.irk.ru](mailto:finkel@igc.irk.ru)); Смагунова Антонина Никоновна, тел.: (3952) 42-34-52 ([smagunova@mail.ru](mailto:smagunova@mail.ru)); Ревенко Анатолий Григорьевич, тел.: (3952) 42-61-56 ([xray@crust.irk.ru](mailto:xray@crust.irk.ru));

25 – 30 июня, Москва: **«Международный конгресс по аналитической хи-мии ICAS-2006»** (РАН, НСАХ, при участии IUPAC, EuChemS, CITAC). В рамках Конгресса проводятся Семинар по метрологии и обеспечению качества измерений (при участии CITAC); Выставка аналитического и лабораторного оборудования,

книг и журналов; **VII Европейская конференция по атомно-абсорбционной спектроскопии, электротермическому испарению и атомизации – EFS'2006** (Санкт-Петербург). E-mail: [ICAS2006@geokhi.ru](mailto:ICAS2006@geokhi.ru); [www.icas2006.ru](http://www.icas2006.ru); Fax: +7(095)938-20-54.

Сентябрь, Самара: 6 Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды «**Экоаналитика-2006**» (ИСХ РАН, Самарский ГТУ).

Сентябрь – октябрь: **XVIII Черняевское совещание по химии, анализу и технологии платиновых металлов**

Томск: **Конференция по электрохимии**, посвященная А.Г. Стромбергу.

#### **2007 г**

VIII Всероссийская конференция по аналитическим реагентам (Комиссия по аналитическим реагентам и тест-методам);

Международная конференция «Электронный нос и электронный язык» (2007 г)

Всероссийская конференция «Аналитика России»

Международная конференция «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы» (Комиссия по масс-спектрометрии)

#### **2008 г.**

Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа «ЭМА-2008» (Комиссия по электрохимическим методам анализа);

VI Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу, посвященная 100-летию со дня рождения профессора М.А. Блохина и 70-летию со дня рождения профессора В.П. Афонина (Комиссия по рентгеновским методам анализа).

Конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока - 2008» (СО ИСХ РАН).

Всероссийская с международным участием конференция «Аналитические приборы»

#### **2009 г.**

2-я Международная конференция «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы» (Комиссия по масс-спектрометрии)

### **СЕВЕРО-ЗАПАДНОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

«Санкт-Петербургский городской аналитический семинар по переподготовке и обмену опытом специалистов промышленных аналитических лабораторий» (СПбГУ, ежегодно)

Всероссийский семинар «Обеспечение качества работ в испытательных и аналитических лабораториях» (ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, раз в два месяца)

Всероссийский семинар «Внутрилабораторный контроль качества химических анализов и испытаний» (ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, раз в квартал)

Международная конференция «Электронный нос и электронный язык» (СПбГУ, 2007)

ИАНП РАН планирует принять участие в работе выставок

- «РАН – медицине и здоровью человека» (январь 2005 г.) Москва Организаторы: РАН с комитетами Государственной Думы РФ.

- Мир биотехнологии 2005. Москва, 14-18 марта 2005 г.

### **ПОВОЛЖСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

Сентябрь 2005 г., Саратов: V Всероссийская конференция молодых ученых «Современные проблемы теоретической и экспериментальной химии». (Саратовский ГУ, химический факультет), обращаться к С.Н. Штыкову, Тел.: (8452)516960; E-mail: [ShtykovSN@info.sgu.ru](mailto:ShtykovSN@info.sgu.ru) Предполагаемое число участников – 100.

октябрь 2005 г., Астрахань: 8<sup>ая</sup> Международная конференция «Эколого-биологические проблемы Волги и Северного Прикаспия» (Астраханский ГПУ). Предполагаемое число участников – 100.

### **СЕВЕРО-КАВКАЗСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

25–28 января 2005 г., Пятигорск: 60-я Межрегиональная конференция по формированию, фармакологии и подготовке кадров (Минздрав, СКНЦ ВШ, Пятигорская ГФА).

5–10 июня 2005 г., п. Агой Туапсинского района: Совецание-семинар «Требования к компетентности лабораторий, осуществляющих аналитический контроль».

25–30 сентября 2005 г., п. Агой Туапсинского района: II Международный симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии».

Постоянно действующий научно-методический семинар «Актуальные проблемы экоаналитической химии» – 1 раз/квартал.

Организация и проведение научно-методических семинаров и консультаций для специалистов испытательных лабораторий, обеспечивающих производственный экологический контроль и сертификацию продукции – 4-5 семинаров в год.

Переподготовка специалистов в области анализа – 2 раза в год.

В 2007 г. принять участие в организации Всероссийской конференции «Аналитика России»

### **УРАЛЬСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

Продолжить выпуск журнала «Аналитика и контроль» (4 номера в год).

Провести 3-4 семинара (ежегодно) по современным проблемам аналитической химии с привлечением специалистов фирм-производителей аналитических приборов.

Провести 17-ую Уральскую конференцию по спектроскопии с международным участием (13.09 - 16.09.2005 г.), Новоуральск-Екатеринбург. Число участников 300 чел.

**УНИИМ** планирует провести семинар-совещание специалистов аккредитованных испытательных лабораторий в первой половине июня 2005 г. в Краснодаре. Организаторы – Научно-методический центр СААЛ – ФГУП «Уральский НИИ метрологии»: Ответственный Научно-методический центр СААЛ – ФГУП «Уральский НИИ метрологии» Панева Вера Ивановна. Тел (343) 355-01-98, факс (343) 350-21-17, E-mail: [paneva@uniim.ru](mailto:paneva@uniim.ru)

### **СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ**

Организации и проведение курсов по повышению квалификации специалистов в различных областях химического анализа.

Участие в организации и проведении студенческих научных конференций по вопросам аналитической химии.

Организация и проведение научных семинаров и конференций по отдельным направлениям аналитической химии (теория, методы, объекты анализа и т.п.).

Подготовка и проведение конференции «Аналитика Сибири и Дальнего Востока - 2008».

Организаторы планируемых мероприятий – члены СО НСХА РАН, кафедры аналитической химии ВУЗ-ов, аналитические лаборатории научных учреждений, промышленных, медицинских и других предприятий и организаций различных городов Сибири.

## КНИГИ<sup>1</sup>

2004 г.

1. Л.Ю. Аликберова, Е.В.Савинкина, М.Н. Давыдов. Электронное пособие **«Основы строения вещества»**. МИТХТ. 2004 г.
2. Л.Н. Мазалов. **Рентгеновские спектры**. Новосибирск: изд-во ИНХ СО РАН. 2003. 329 с. Отв. редактор д. ф.-м. н., проф. С.В. Борисов. – Тираж 300 экз.
3. Р. А. Лидин, Е.В. Савинкина, Н.С. Рукк, Л. Ю. Аликберова **Тестовые задания по общей и неорганической химии с решениями и ответами**. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. 2004. 230 с.
4. П.А.Бохан, В.В. Бучанов, Д.Э. Закревский, М.А. Казарян, М.М. Калугин, А.М. Прохоров, Н.В. Фатеев. **Лазерное разделение изотопов в атомарных парах**. М.: УРСС. 2004. 208 с. 94 руб.
5. Ю.А. Золотов. **О химическом анализе и о том, что вокруг него**. М.: УРСС. 2004. 478 с. *Предварительный заказ*
6. В.Н. Майстренко, Н.А. Ключев. **Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей**. М.: Бином. Лаборатория знаний. 2004. Поступила в продажу: (095) 955-03-98 e-mail: Lbz@aha.ru
7. **Рекомендации и номенклатурные правила ИЮПАК по химии** (справочник) Сост. Б.Ф. Мясоедов, Ю.А. Золотов, В.М. Иванов, Е.К. Корчемная. М.: Наука. 2004. ISBN 5-02-032746-8. 66руб.
8. В.М. Иванов, Ю.А.Золотов. **Англо-русский и русско-английский словарь терминов по аналитической химии**.М.: Lab-press. 2004. 192 с. 240 руб.
9. Ф. Шольц. **Электроаналитические методы**. Перевод и под редакцией д.х.н., проф. В.Н. Майстренко. М.: Бином. Лаборатория знаний. 2004. 20 п.л.
10. А.А. Гуров, Ф.З. Бадаев и др. **Химия**. 2004. 784 с.
11. **Центры коллективного пользования Российской академии наук** - электронный справочник: информация о ЦКП и тематике исслед.; представляет интерес для сотрудников РАН, предназначен для потенциальных инвесторов (май 2004 г.)
12. **Приборы и средства автоматизации в восьми томах**. Каталог.: Научтехлитиздат, 2004 г.
13. М.С. Черновьянц. **Систематические и случайные погрешности химического анализа**. М.: УРСС. 2004. 156 с.

---

<sup>1</sup> По материалам портала НСХА РАН «Аналитическая химия в России»  
<http://www.rusanalytchem.org>

14. **Химики еще шутят. Написано, записано и списано Ю.А.Золотовым.** Ю.А. Золотов. М.: УРСС: 2004. Изд.3, испр. и доп., 48 с.
15. А.П. Черняев. **Взаимодействие ионизирующего излучения с веществом.** М.: УРСС. 2004. 152 с. 121 руб.
16. **Наглядная биохимия.** /Пер. с нем. Я. Кольман, К.-Г. Рем. 2004. 470 с. 454 руб.
17. Е.Н. Зубович, В.Н. Асадник. **Химия. Решение задач повышенной сложности.** М.: УРСС. 2004. 224 с. 77 руб.
18. **Очистка сточных вод. Биологические и химические вопросы** /Пер. с англ. Хенце М. и др. М.: УРСС. 2004. 432 с. 440 руб.
19. Н.В. Гусакова. **Химия окружающей среды.** М.: УРСС. 2004. 192 с. 44 руб.
20. **ХИМИЯ. Итоговые аннотированные отчеты 2003 года по проектам РФФИ.** М.: Научный мир, 2004. 608 с.
21. В.И. Голованов. **Вычислительный практикум по комплексообразованию в растворах.** Ч.: ЧелГУ. 2004. 102 с.

#### 2005 г.

22. The Encyclopedia of Analytical Science, second edition. Analytical chemistry Elsevier BV, Amsterdam, NL. 2005. [www.elsevier.com/reference/analytical](http://www.elsevier.com/reference/analytical)
23. А.Д. Левин. **Прикладная аналитическая спектроскопия.** М.: Lab-press. Дата выхода - первый квартал 2005 г.
24. И.П. Суздалев. **Введение в физико-химию нанокластеров и наноструктур.** М.: УРСС. 2005. 640 с. В печати.
25. В.С. Запасский. **Англо-русский словарь по оптике. Около 28 000 терминов.** М.: РУССО. 2005. 408 с.
26. Ю.В. Новаковская. **Молекулярные системы. Теория строения и взаимодействия с излучением. Полуклассическая теория взаимодействия молекул с излучением.** Ч. 3. М.: УРСС. 2005. 160 с.
27. В.Ю. Баранов (Ред.). **Изотопы: свойства, получение, применение.** Т. 1, 2. М.: УРСС. 2005. 600 с. 1100 руб.
28. Л.Ф. Голдовская. **Химия окружающей среды: Учебник для вузов.** М.: 2005. 296 с. 258 руб.
29. Справочники лабораторий на CD дисках: **Все аккредитованные лаборатории. Органы сертификации России. Испытательные лаборатории России.**
30. Р.А. Андриевский, А.В. Рагуля. **Наноструктурные материалы.** М.: Центр «Академия». 2005.
31. Б.В. Столяров, И.М. Савинов, А.Г. Витенберг, Л.А. Карцова, И.Г. Зенкевич, В.И. Калмановский, Ю.А. Каламбет. **Прикладная газовая и жидкостная хроматография: Учебное пособие.** 620 с.
32. **Испытательные лаборатории России: Справочник.** Lab-Press. Дата выхода - март 2005 г.
33. В.Н. Кулешов, Ю.А. Морыганова, В.Л. Меньшикова и др. Под общ. ред. В.Ф. Очкова. **Химический анализ в теплоэнергетике: Титриметрический и гравиметрический методы анализа: Нормативно-производственное издание.** М.: Издательство МЭИ. 2005. 128 с.
34. **Органы сертификации России.** Lab-Press. Дата выхода - март 2005
35. Электронное издание **Химия. 8-11 класс. Виртуальная лаборатория.**
36. Ю.С., Другов А.А., Родин В.В. **Пробоподготовка в экологическом анализе.** М.: Лабораторные Технологии.

# КОНФЕРЕНЦИИ<sup>1</sup>

2005 г.

03.07 – 08.07.; Самара: Всероссийская конференция «Теория и практика хроматографии. Применение в нефтехимии». E-mail: [solovova@ssu.samara.ru](mailto:solovova@ssu.samara.ru); [bulanova@ssu.samara.ru](mailto:bulanova@ssu.samara.ru); [kolom@phyche.ac.ru](mailto:kolom@phyche.ac.ru)

04.09.- 09.09.; Belgium: Colloquium Spectroscopicum Internationale XXXIV: <http://www.csixxiv.ua.ac.be/>

04.09.- 07.09.; Portugal: 9th International Conference on Methods and Applications of Fluorescence: Spectroscopy, Imaging and Probes: [http://center.acs.org/applications/acmeetings/home.cfm?loc=eventdetail&event\\_id=18444](http://center.acs.org/applications/acmeetings/home.cfm?loc=eventdetail&event_id=18444)

05.09.- 09.09.; ITALY: 19th Nuclear Physics Divisional Conference: New Trends in Nuclear Physics and Applications: <http://www.pv.infn.it/~npdc19>

06.09.- 09.09.; Russia: Неразрушающий контроль и техническая диагностика – Урал: <http://www.pimexpo.ru/ndt/ural.shtml>

11.09. - 15.09.; France: 4th Alpine Conference on Solid State NMR: <http://www.alpine-conference.org/>

11.09. - 16.09.; Spain: 19th Colloquium on High Resolution Molecular Spectroscopy: [hirms@iem.cfmac.csic.es](mailto:hirms@iem.cfmac.csic.es)

12.09. - 16.09.: UK: SIMS XV - The 15th International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry: <http://www.meeting.co.uk/conferecare/simsxv/info.htm>

12.09.- 18.09.; Ukrainian: International conference in Analytical chemistry and chemical analysis (devoted to 100 anniversary of academician A. K. Babko): <http://www.achem.univ.kiev.ua/conference/babko/index.htm>

13.09.- 16.09.; Russia: XVII Уральская конференция по спектроскопии: <http://www.aik.ru/Conferense17.htm>

18.09. - 21.09.; Canada: IICS-2005: 18th International Ion Chromatography Symposium: <http://www.icsymposium.com>

19.09. - 21.09.; Taiwan: 1st Southeast Asia Environmental Forensics Conference: <http://www.wnvironmentalforensics.org/workshops.htm>

19.09. - 22.09.; Czech Republic: 15th International Conference on Inorganic Environmental Analysis : <http://www.upce.cz/vedavyzkum/konference/ieakonference>

19.09.- 23.09.; Russia: Second Congress of Russian Society for Mass Spectrometry «Mass-spectrometry and its applied problems»: <http://vmso.ru/iframe112.htm>

20.09.- 23.09.; CUBA: International Conference on Enzyme Technology RELATENZ : <http://www.umcc.cu/EnzymeTechnology/relatenz.htm>

25.09.- 30.09.; Russia: II Международный симпозиум "Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии", Краснодар, 25-30 сентября г. (к юбилею академика Б.Ф. Мясоедова): [http://ww.rusanalytchem.org/nsach/Different/Krasnodar\\_2005.htm](http://ww.rusanalytchem.org/nsach/Different/Krasnodar_2005.htm)

---

<sup>1</sup> По материалам портала НСАХ РАН «Аналитическая химия в России» <http://www.rusanalytchem.org>

25.09.- 30.05.; Korea: ISE Meeting (Annual Meeting):  
<http://users.unimi.it/~pmussini/Meetings.htm>

25.09.- 29.09.; Russia: I Всероссийская школа-конференция Молодые ученые - новой России. Фундаментальные исследования в области химии и инновационная деятельность": <http://www.isc-ras.ru/scholl2005>

26.09.- 29.09.; France: 1st Symposium of Analytical Chemistry and Biology: From molecule to proteome: <http://www.www.scba2005.com/>

26.09. - 30.09.; Australia: 6th Australian Conference on Vibrational Spectroscopy (ACOV6): <http://www.spectroscopy.chem.usyd.edu.au/ACOV6>

01.10.- 01.10.; Russia: VII Международный Фрумкинский симпозиум «Кинетика электродных процессов» :Ин-т электрохимии им.А.Н.Фрумкина РАН, г. Москва, Ленинский пр., 31, стр. 5, тел.:(095)952-46-48, факс:(095)952-08-46

02.10.- 06.10.; Greece: IMA'05 - International Conference on Instrumental Methods of Analysis: <http://www.uoc.gr/IMA05>

03.10.- 07.10.; Russia: Благородные и редкие металлы Сибири и Дальнего Востока: рудообразующие системы месторождений комплексных и нетрадиционных типов руд: <http://www.igc.irk.ru/2003-web/Institute/Russian/first.html>

08.10. - 11.10.: Greece: 5th International Symposium on Trace Elements in Humans: New Perspectives: Serge Pollet, Doirani 140b, 17673 Kallithea, Athens, Greece. [sermid@med.uoa.gr](mailto:sermid@med.uoa.gr)

09.10.- 13.10.; Canada: The 32nd Annual Conference of the Federation of Analytical Chemistry and Spectroscopy Societies (FACSS):  
<http://www.chemsoc.org/CFCONF/alldetails.cfm?ID=12384>

11.10.- 13.10.; Germany: FILTECH : <http://www.filtecheuropa.com/>

14.10. - 18.10.; USA: 21st Asilomar Conference on Mass Spectrometry  
<http://www.asms.org/Default.aspx?tabid=64>

16.10. - 20.10.; USA: Symposium on Ultrafast Photoelectron Spectroscopy (APS Laser Science Meeting): <http://www.aps.org/units/dls/ls05/>

16.10.- 21.10.; USA: 208th Meeting of The Electrochemical Society:  
[http://www.electrochem.org/meetings/future/208/symposium\\_topics.htm](http://www.electrochem.org/meetings/future/208/symposium_topics.htm)

17.10.-- 21.10.; USA: Gas Chromatography: Fundamentals, Troubleshooting, and Method Development:  
<http://www.chemistry.org/portal/a/c/s/1/acdisplay.html?DOC=education/professional/short.html>

17.10.- 21.10.; China: International Conference, Asia-Pacific Symposium on Radiochemistry (APSORC): <http://www.ihep.ac.cn/apsorc2005>

18.10.- 21.10.; Russia: Лаборатория:  
<http://www.exponet.ru/exhibitions/by-laboratorymo/laboratorymo2005/index.ru.html>

18.10.- 20.10.; Russia: Российская Неделя Контрольно-Измерительного Оборудования: <http://www.kipexpo.ru/>

19.10.- 20.10.; USA: The Annual Conference on Soils, Sediments and Water:  
<http://www.umassoils.com/index.htm>

20.10. - 23.10.; China: 11th International Conference and Exhibition on Instrumental Analysis: <http://www.bceia.org>

24.10.- 26.10.; USA: Process Analytical Technology: Driving Quality in Pharmaceutical Manufacturing <http://www.healthtech.com/2005/PRA/es.asp>

24.10.- 25.10.; USA: Good Laboratory Practice: Bioanalysis to Biomarkers: <http://www.healthtech.com/2005/glp/es.asp>

25.10.- 28.10.; Russia: "Нефть.Газ.Химия" 4-я Международная специализированная выставка предприятий нефтегазодобывающей промышленности. Новейшие химические технологии. Оборудование, инструменты, продукция: <http://www.neft.izhexpo.ru>

31.10. - 03.11.: USA: The International Congress of Nanotechnology 2005: <http://www.ianano.org/program-2005.htm>

02.11.- 04.11.; Czech Rep: Recent Advances in Food Analysis: <http://www.iaec.ch/>

06.11.- 09.11.; USA: ISPPP-: 25th International Symposium on the Separation of Proteins, Peptides, and Polynucleotides: <http://www.isppp.org/>

10.11.- 12.11.; Morocco: International Workshop on Biosensors for Food Safety and Environmental Monitoring: <http://www.univh2m.ac.ma/biosensors>

13.11.- 15.11.; Brazil: Extech - Seventh International Symposium on Advances in Extraction Technologies: <http://www.extech05.iqm.unicamp.br/>

14.11. - 17.11.: Japan: International Symposium on Surface Science and Nanotechnology: <http://wwwsoc.nii.ac.jp/jps/jps/bbs/iss4.html>

14.11.- 19.11.; Spain: Expoquimia: <http://www.expoquimia.com/>

23.11. - 25.11.; France: European Seminar on Infrared Spectroscopy: <http://esis2005.univ-lyon1.fr>

07.12.- 07.12.; Cuba: 18th Conference on Chemistry: [http://acswebapplications.acs.org/applications/acmeetings/home.cfm?loc=eventdetail&event\\_id=20984](http://acswebapplications.acs.org/applications/acmeetings/home.cfm?loc=eventdetail&event_id=20984)

12.12.- 14.12.; France: International Society for the Advancement of Supercritical Fluids: <http://www.isasf.net/strasbourg>

12.12. - 15.12.; Thailand: The 3rd Asian Pacific International Conference on Pollutants' Analysis and Control: <http://www.sci.ku.ac.th/News&Pr/new/website%20of%20the%203rd%20APICPAC%20conference/1.html>

## 2006 г.

08.01 - 14.01; USA: Winter Conference on Plasma Spectrochemistry <http://www-unix.oit.umass.edu/~wc>

17.01. - 18.01.; Israel: The 9th Annual Conference of the Israel Analytical Chemistry Society: [http://www.chemistry-conferences.com/2006/01/17%20-%2018%](http://www.chemistry-conferences.com/2006/01/17%20-%2018%20)

22.01. - 26.01.; Netherlands: HPCE : 20th International Symposium on Microscale Separations and Capillary Electrophoresis: <http://www.hpce.org/>

24.01. - 27.01.; USA: WCBP 2006: 10th Symposium on the Interface of Regulatory and Analytical Sciences for Biotechnology Health Products: <http://www.casss.org/meetings/2006HPLC/default.htm>

06.02. - 08.02.; United Kingdom: Eighth International Symposium on Advances in Extraction Technologies: <http://ibase523.scarlet.be/htc/>



08.02. - 10.02.; United Kingdom: Ninth International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Hyphenated Chromatographic Analyzers (HTC-9): <http://ibase523.scarlet.be/htc/>

12.02. - 15.02.; Australia: ANZMAG 2006: <http://www.anzmag.com.au/anzmag06>

13.02. - 16.02.; Egypt: ICE V: 5th International Conference on Electrochemistry: Contact: Professor M. Khodari. Tel. (mobile): (+20-10) 570-5057 or (+20-96) 533-8256; E-mail: [khodari2004@yahoo.com](mailto:khodari2004@yahoo.com)

12.03. - 17.03.; USA, Orlando: Pittsburgh Conference (PittCon'): <http://www.appcluster05.com/app/homepage.cfm?appname=376&moduleid=858>

12.03. - 15.03.; USA: 7th Florida Heterocyclic Conference: <http://www.arkat-usa.org/ark/conferences/conferences.asp>

26.03. - 30.03.; Italy: First Maga Circe Conference on Metabolic Systems Analysis: <http://www.chem.uniroma1.it/magacirceconferences>

02.04. - 07.04.; Japan: XXIst IUPAC Symposium of Photochemistry: <http://www.pac.ne.jp/photoiupac>

02.04. - 05.04.; Germany: EUROPT(R)ODE VIII. Eighth European Conference on Optical, Chemical and Biosensors

11.04. - 12.04.; United Kingdom: 3rd National Meeting on Environmental Mass Spectrometry: <http://www.analyticalmethodologycentre.co.uk/>

25.04. - 28.04.; Germany: Analytica 2006: Topic: Analytical Chemistry, Biotechnology: <http://www.analytica-world.com/>

07.05. - 10.05.; Australia: Meeting of the Australian Near Infrared Spectroscopy Group: Professor Graeme Batten, Charles Sturt University, LMB 588, Wagga Wagga 2678, Australia. [gbatten@csu.edu.au](mailto:gbatten@csu.edu.au)

07.05. - 12.05.; Canada: 209th Meeting of The Electrochemical Society: <http://www.electrochem.org/meetings/future/209/meeting.htm>

09.05. - 10.05.; Australia: ANISG Conference 2006. Graham Batten. [gbatten@csu.edu.au](mailto:gbatten@csu.edu.au)

10.05. - 12.05.; Canada: 9th World Congress on Biosensors: <http://www.biosensors-congress.elsevier.com/>

14.05 - 17.05.; USA: PREP-2006: 19th International Symposium, Exhibit and Workshops on Preparative/Process Chromatography, Ion Exchange, Adsorption/Desorption Processes Related Separation Techniques: <http://www.prepsymposium.org>

15.05. - 19.05.; Germany: ACHEMA ^ 28. International Exhibition-Congress on Chemical Engineering, Environmental Protection and Biotechnology: <http://www.achema.de/ACHEMA-lang-en.html>

17.05. - 20.05.; Austria: 6th International Conference on the Scientific and Clinical Applications of Magnetic Carriers: <http://www.magneticmicrosphere.com/>

26.05. - 29.05.; Italy: First Maga Circe Conference on Metabolic Systems Analysis: <http://www.chem.uniroma1.it/magacirceconferences>

27.05. - 31.05.; Canada: 89th Canadian Chemistry Conference and Exhibition: Topics: Analytical Chemistry, Chemical Education, Environment: <http://www.csc2006.ca/CSC2006committees.htm>

28.05. - 01.06.; Netherlands: ICRM : 4th International Chemometrics Research Meeting:  
<http://www.icrm.inf/>

28.05. - 01.06.; USA: 54th ASMS Conference on Mass Spectrometry: Address: ASMS,  
2019 Galisteo Street, Building I, Santa Fe, NM 87505, USA, Tel: +1 505 989 4517, Fax:  
+1 505 989 1073. <http://www.asms.org/confASMS.php>

04.06. - 08.06.; Germany: ISEAC 34: 34th International Symposium on Environmental  
Analytical Chemistry: <http://www.iaeac.ch/>

11.06. - 15.06.: France: 11th International Conference on Electroanalysis: Topic:  
Analytical Chemistry, Keywords: Electroanalysis, Electrochemistry  
<http://www.enscpb.fr/eseac2006/>

17.06. - 23.06.; USA: HPLC : 30th International Symposium&Exhibit on High  
Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques:  
<http://www.hplcsymposium.org/>

21.06.- 25.06.; Poland: 6th International Symposium on Speciation of Elements in  
Biological, Environmental and Toxicological Sciences:  
<http://www.eurocongress.com.pl/issebets>

25.06.- 30.06.; Russia: International Congress on Analytical Sciences (ICAS)  
<http://www.icas.ru/>

02.07.- 07.07.; France: International Conference on Porphyrins and Phthalocyanines  
ICPP-4: <http://icpp.uniroma2.it/cgi-bin/WebObjects/icppweb>

05.07.- 07.07.; Spain: 12th Annual International Symposium on Luminescence  
Spectrometry in Biomedical, Environmental, and Food Analysis: Spectroscopic and  
Imaging Detection Techniques: [cepeda@lugo.usc.es](mailto:cepeda@lugo.usc.es)

06.08.- 11.08.;Japan: 11th International Congress of Pesticide Chemistry:  
<http://www.iupac.itbcom.co.jp/>

21.08. - 25.08.; Denmark: ICS06 26th International Symposium on Chroma-  
tography: <http://www.isc06.dk>

12.08.- 17.08.; Korea: 19th International Conference on Chemical Education  
<http://www.19icce.org/>

13.08.- 18.08.; South Africa: 37th International Conference on Coordination Chemistry:  
[http://webhost.sun.ac.za/pgm\\_group/intro.htm](http://webhost.sun.ac.za/pgm_group/intro.htm)

27.08.- 01.09.; Czech Republic: 17th International Mass Spectrometry Conference  
<http://www.chemsoc.org/CFCONF/alldetails.cfm?ID=11733> ; <http://www.imsc.org/>

27.08.- 31.08.; Hungary: 1st FECS European Chemistry Congress:  
<http://www.chemsoc.org/networks/enc/fecs/congress.htm>

06.09.- 08.09.; Germany: IMRET 9 - 9th International Conference on Microreaction  
Technology: [http://events.dechema.de/IMRET\\_9](http://events.dechema.de/IMRET_9)

07.09.- 08.09.; United Kingdom: Cell and Molecular Biology of TRP Channels:  
[http://www.biochemistry.org/meetings/programme.cfm?Meeting\\_No=SA051](http://www.biochemistry.org/meetings/programme.cfm?Meeting_No=SA051)

10.09. - 14.09.; Turkey: The 7th Workshop on Biosensors and Bioanalytical  $\mu$ -  
Techniques in Environmental and Clinical Analysis:  
<http://www.sci.ege.edu.tr/~biosensors2006/>

13.09.- 15.09.; United Kingdom: 10th International Symposium on Environmental Radiochemical Analysis: <http://www.rsc.org/era>

18.09.- 22.09.; Austria: 12th International Conference on High Temperature Materials: <http://www.univie.ac.at/htmc06>

September; Russia: «Ecoanalytica-2006»: [http://ecoanalytica.ru/news.php?subaction=showfull&id=1108136248&archive=&start\\_from=&ucat=&](http://ecoanalytica.ru/news.php?subaction=showfull&id=1108136248&archive=&start_from=&ucat=&)

26.09.- 29.09.; China: AnalyticaChina and AnalyticaChina Conference:

18.10. - 20.10.; Spain: The 12th Symposium on Sample Handling for Environmental and Biological Analysis: [http://www.iaec.ch/saha\\_home.htm](http://www.iaec.ch/saha_home.htm)

29.10.-03.11.; Mexico: 210th Meeting of The Electrochemical Society

10.11. - 12.11.; Morocco: International Workshop on Biosensors for Food Safety and Environmental Monitoring: <http://www.univh2m.ac.ma/biosensors>

08.11.- 10.11.; Switzerland: 23rd Montreux LC/MS Symposium: <http://www.iaec.ch/lcms-montreux.htm>

14.11.- 16.11.; Israel: 3d International Conference on Metrology - Trends and Applications in Calibration and Testing Laboratories: <http://www.isas.co.il/>

#### 2007 г.

11.03.- 16.03.; USA New Orleans: Pittsburgh Conference (PittCon') <http://www.pittcon.org/>

06.05.- 11.05.; USA: 211th Meeting of The Electrochemical Society: <http://www.electrochem.org/meetings/future/211/meeting.htm>

21.05.- 25.05.; Turkey: XIIth International Symposium on Mycotoxins and Phycotoxins: <http://www.atal.tubitak.gov.tr/iupac-mycotoxin/>

03.06. - 07.06.; USA: 55th ASMS Conference on Mass Spectrometry: <http://www.asms.org/Default.aspx?tabid=105>

25.06.- 29.06.; Sweden: 4th European Conference on Neutron Scattering: <http://www.ecns.org/index.asp>

04.08.- 12.08.; Italy: IUPAC 44th General Assembly: [secretariat@iupac.org](mailto:secretariat@iupac.org)

05.08.- 11.08.; Italy: IUPAC 41st Congress: <http://www.iupac.org/symposia/.html>

09.09.- 14.09.; Belgium: EUROANALYSIS 14: <http://www.euroanalysisxiv.ua.ac.be/>

07.10.- 12.10.; USA: 212th Meeting of The Electrochemical Society: <http://www.electrochem.org/meetings/future/212/meeting.htm>

#### 2008 г.

02.03.- 07.03.; USA, New Orleans: Pittsburgh Conference (PittCon'): <http://www.pittcon.org/>

01.06 - 05.06.; USA: 56th ASMS Conference on Mass Spectrometry: <http://www.asms.org/Default.aspx?tabid=105>

### **Выставки в Российской Федерации в 2005 г.**

1-4 июня, Москва, ВК «Крокус-Экспо»: 6-ой Международный конгресс и техническая выставка «Экватек-2005»

5-9 сентября, Москва, ЗАО «Экспоцентр»: 13-я Международная выставка «Химия-2005»

12-15 октября, Москва, ВВЦ: 3-я Международная специализированная выставка «Лаборатория-2005»

октябрь, Москва, ЗАО «Экспоцентр»: Выставка инновационных технологий XXI века для рационального природопользования, экологии и устойчивого развития «Экоэффективность 2005»

28 ноября – 2 декабря, Москва, ЗАО «Экспоцентр»: 15 Международная выставка «Здравоохранение, медицинская техника и лекарственные препараты» «Здравоохранение-2005»

### **Выставки за рубежом в 2005 г.**

6-10 апреля, Женева, Швейцария: 33-й Международный салон изобретений, новой техники и изделий «Женева-2005»

11-15 апреля, Ганновер, Германия: 34-я Международная выставка-ярмарка «Ганновер Мессе»

28-31 октября, Нюрнберг, Германия: Международная выставка «Идея-изобретение-продукция-2005» IENA-2005

15-20 ноября. Брюссель, Бельгия: 54-й Всемирный салон изобретателей «Брюссель Эврика-2005»

апрель-октябрь, Нагоя, Япония: Всемирная выставка «Экспо-2005»

## **СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДПРИЯТИЙ И ФИРМ, ПРИСЛАВШИХ МАТЕРИАЛЫ В ОТЧЕТ**

1. Архангельский ГТУ – Архангельский государственный технологический университет
2. Ассоциация аналитических центров «Аналитика», Москва
3. ВИМС – Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья, Москва
4. Воронежская ГТА, кафедра АХ – Воронежская государственная технологическая академия, кафедра аналитической химии
5. Воронежский ГУ, кафедра АХ – Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии
6. Геологический институт СО РАН
7. ГЕОХИ РАН – Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, Москва
8. ГИРЕДМЕТ – Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности, Москва
9. Гохран России, Москва
10. Дагестанский ГУ – Дагестанский государственный университет
11. Дальневосточный ГУ – Дальневосточный государственный университет, Владивосток
12. ЗАО "Ормет"
13. ЗАО «ИЛИП»
14. ЗАО «Крисмас+»
15. ЗАО НИТА-Фарм
16. ИАнП РАН – Институт аналитического приборостроения
17. ИБФРМ РАН – Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов
18. ИВТЭ УрО РАН – Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург
19. ИВТЭ УрО РАН – Институт высокотемпературной электрохимии
20. ИГХ СО РАН – Институт геохимии СО РАН им. А.П. Виноградова, Иркутск
21. ИЗК СО РАН – Институт земной коры СО РАН, Иркутск
22. ИК СО РАН – Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск
23. Институт общей физики РАН, Москва
24. Институт рентгеновской оптики
25. Институт рентгеновской оптики, Москва
26. Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины
27. Институт химии ДВО РАН
28. ИНХ СО РАН – Институт неорганической химии Сибирского отделения РАН
29. ИНХС РАН – Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, Москва
30. ИНЭОС РАН – Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова, Москва
31. ИОНХ РАН – Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва
32. ИОС УрО РАН – Институт органического синтеза, лаборатория синтеза олигомеров
33. ИОФХ РАН – Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КНЦ
34. ИОХ РАН – Институт органической химии
35. ИПМ УрО РАН – Институт прикладной механики УрО РАН, Ижевск

36. ИПТМ РАН – Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, п. Черноголовка Московской обл.
37. ИПЭЭ РАН – Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, Москва
38. Иргиредмет – Иркутский Гиредмет
39. Иркутский ГУ – Иркутский государственный университет
40. Иркутский ГУ– Иркутский государственный университет
41. ИХВВ РАН – Институт химии высокочистых веществ РАН, Нижний Новгород
42. ИХТТ УрО РАН – Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург)
43. Кабардино-Балкарский ГУ – Кабардино-Балкарский государственный университет, кафедра неорганической и физической химии
44. Казанский ГУ – Казанский государственный университет, кафедра аналитической химии
45. Красноярский ГУ – Красноярский государственный университет
46. Кубанский ГТУ – Кубанский государственный технический университет, Краснодар
47. Кубанский ГУ– Кубанский государственный университет, Краснодар
48. Липецкий ГТУ – Липецкий государственный технический университет, кафедра химии
49. МГАТХТ им. М.В. Ломоносова – Московская государственная академия тонкой химической технологии, кафедры аналитической химии, химии и технологии редких и рассеянных элементов, стандартизации и сертификации, биотехнологии, лаборатория контроля качества лекарственных средств “БИОЛЕК”
50. МГУ – Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, кафедры аналитической химии, химической энзимологии, НИИ ядерной физики
51. Нижегородский ГУ – Нижегородский государственный университет, НИИ химии
52. Нижегородский ГУ– Нижегородский государственный университет, НИИ химии
53. НИОХ СО РАН – Новосибирский институт органической химии
54. НПКФ "Люмэкс", Санкт-Петербург
55. НПО "Спектрон" – Научно-производственное объединение "Спектрон", Санкт-Петербург
56. НПО «Квант»
57. НПО «ЭКО-ИНТЕХ»
58. НПО «ЭКОНИКС»
59. НПП «Буревестник» – научно-производственное предприятие "Буревестник", Санкт-Петербург
60. НТП "Лиганд"
61. НТЦ «ЛЕНХРОМ»
62. ОАО "Красцветмет"
63. ОАО «Сибнефть-ОНПЗ»
64. ОАО Челябинский цинковый завод
65. Омский ГУ – Омский государственный университет
66. ООО «Мониторинг»
67. ООО «ПО КИРИШИ-НЕФТЕОРГСИНТЕЗ»
68. ПО «Маяк»
69. Пятигорская фармакадемия
70. Региональный аналитический центр «МЕХАНОБР ИНЖИНИРИНГ АНАЛИТ».
71. Ростовский ГУ – Ростовский государственный университет, кафедры аналитической химии и физики твердого тела, Ростов-на-Дону
72. РХТУ им Д.И. Менделеева– Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, кафедра аналитической химии, Москва
73. Самарский ГУ – Самарский государственный университет, кафедра

74. Саратовский ГАУ – Саратовский государственный аграрный университет, кафедра химии
75. Саратовский ГМУ – Саратовский государственный медицинский университет
76. Саратовский ГТУ– Саратовский государственный технический университет
77. Саратовский ГУ – Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии, кафедра общей и неорганической химии, кафедра общей физики
78. СВИРХБЗ – Саратовский военный институт радиационной и химической безопасности
79. СпбГУ – Санкт-Петербургский государственный университет, кафедры аналитической химии и радиохимии
80. Томский ГУ– Томский государственный университет
81. Томский ПУ – Томский политехнический университет, кафедра физической и аналитической химии
82. УГТУ-УПИ – Уральский государственный технический университет - Уральский политехнический институт, Екатеринбург
83. Удмуртский ГУ – Удмуртский государственный университет, кафедра неорганической и аналитической химии
84. Уральский ГЛТУ – Уральский государственный лесотехнический университет, Екатеринбург
85. Уральский ГУ, кафедра АХ, - Уральский государственный университет, кафедра аналитической химии, Екатеринбург
86. Уральский ГЭУ – Уральский государственный экономический университет, Екатеринбург
87. Уральский НИИ метрологии, Екатеринбург
88. ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" – Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д.И. Менделеева, Санкт-Петербург
89. ФГУП "Тульское НИГП"
90. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева – Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии, Санкт-Петербург
91. ФЦ Госсанэпиднадзора РФ
92. ЦАЛ Ботубинской геологоразведочной экспедиции АК "АПРОСА"
93. ЦНИИГЕОЛНЕРУД – Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых, Казань
94. Челябинский ГУ– Челябинский государственный университет, кафедра аналитической и физической химии, кафедра общей и неорганической химии
95. Чувашский ГУ – Чувашский государственный университет, Чебоксары