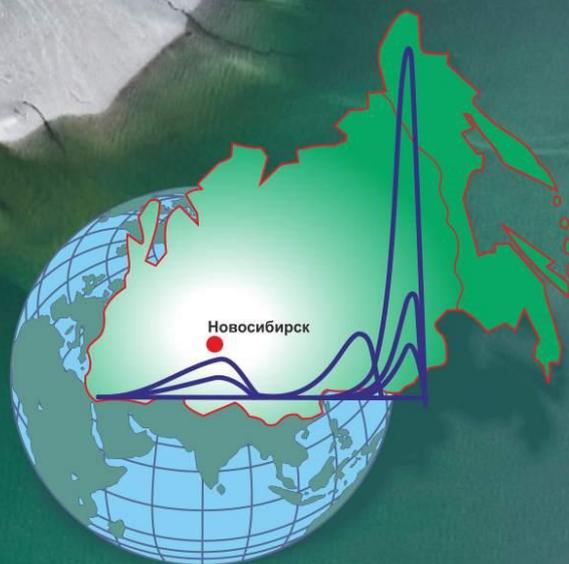


16.08.2021
- 20.08.2021

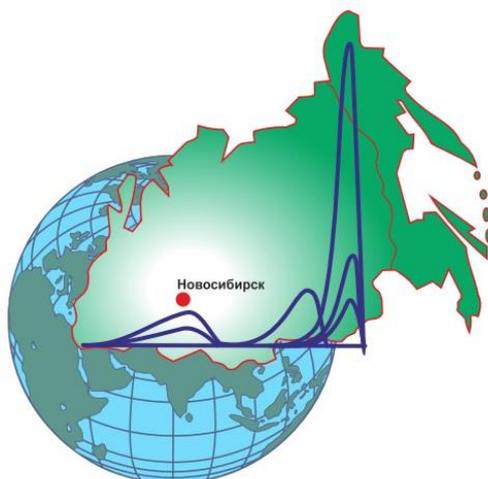
Новосибирский научный центр
Академгородок
<http://conf.nsc.ru/asfe-11/ru>



XI Научная конференция и школа
«Аналитика Сибири
и Дальнего Востока»
посвящена 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича
АСидВ-11

**СБОРНИК
ТЕЗИСОВ ДОКЛАДОВ**

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Научный совет по аналитической химии РАН
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
Новосибирский государственный университет
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН**



**ХI ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНАЯ
КОНФЕРЕНЦИЯ И ШКОЛА «АНАЛИТИКА
СИБИРИ И ДАЛЬНЕГО ВОСТОКА»,
ПОСВЯЩЕННАЯ 100-ЛЕТИЮ СО ДНЯ
РОЖДЕНИЯ И.Г. ЮДЕЛЕВИЧА**

АСиДВ-11

16 – 20 августа 2021, Новосибирск

СБОРНИК ДОКЛАДОВ ТЕЗИСОВ

Новосибирск, 2021

УДК 543

ХІ ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ И ШКОЛА «АНАЛИТИКА СИБИРИ И ДАЛЬНЕГО ВОСТОКА», ПОСВЯЩЕННАЯ 100-ЛЕТИЮ СО ДНЯ РОЖДЕНИЯ И.Г. ЮДЕЛЕВИЧА (АСиДВ-11). ХІ Всероссийская конференция (16-20 августа, 2021 г., Новосибирск) [Электронный ресурс]: Сборник тезисов докладов / Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН; под ред.: Цыганковой А.Р., Сапрыкина А.И. – Новосибирск: ИНХ СО РАН, 2021.

ISBN 978-5-901688-23-6

Сборник включает тезисы пленарных лекций, ключевых, устных, стендовых и заочных докладов следующих направлений:

- Методы атомно-спектрометрического анализа;
- ИК и КР- спектрометрия;
- Электрохимические методы анализа;
- Рентгеноспектральные и ядерно-физические методы;
- Способы и системы пробоподготовки;
- Хроматографические методы;
- Масс-спектрометрические методы;
- Анализ геологических, биологических, природных и медицинских объектов.

Тезисы докладов представлены в авторской редакции и не проходят дополнительной корректуры.

© Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН, 2021

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Золотов Ю.А., академик, ИОНХ РАН, МГУ, Москва – почетный председатель
Сапрыкин А.И., д.т.н. ИНХ СО РАН, НГУ, Новосибирск – председатель
Багрянская Е.Г., д.ф.-м.н., НИОХ СО РАН, НГУ, Новосибирск – зам. председателя
Ведягин А.А., к.х.н., ИК СО РАН, Новосибирск – зам. председателя
Буряк А.К., чл.-корр. РАН, ИФХЭ РАН, Москва
Вершинин В.И., д.х.н., ОмГУ, Омск
Васильева И.Е., д.х.н., ИГХ СО РАН, Иркутск
Громилов С.А., д.ф.-м.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск
Колпакова Н.А., д.х.н., ТПУ, Томск
Костин Г.А., д.х.н., ИНХ СО РАН, НГУ, Новосибирск
Лабусов В.А., д.т.н, ИАиЭ СО РАН, Новосибирск
Лосев В.Н., д.х.н., СФУ, Красноярск
Малахов В.В., д.х.н., ИК СО РАН, Новосибирск
Морозов С.В., к.х.н., НИОХ, Новосибирск
Николаева И.В., к.х.н., ИГМ СО РАН, Новосибирск
Папина Т.С., д.х.н., ИВЭП СО РАН, Барнаул
Романенко С.В., д.х.н., ТПУ, Томск
Реутский В.Н., д.г.-м.н., ИГМ СО РАН, Новосибирск
Сидельников В.Н., д.х.н., ИК СО РАН, Новосибирск
Соколова Л.И., к.х.н., ДФУ ДВ РАН, Владивосток
Темерев С.В., д.х.н., АлГУ, Барнаул
Фадеева В.П., д.х.н., НИОХ СО РАН, Новосибирск
Шабанова Е.В., д.ф.м.н, ИГХ СО РАН, Иркутск
Шуваева О.В., д.х.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск
Шашков М.В., к.х.н., ИК СО РАН, Новосибирск
Медведев Н.С., к.х.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск

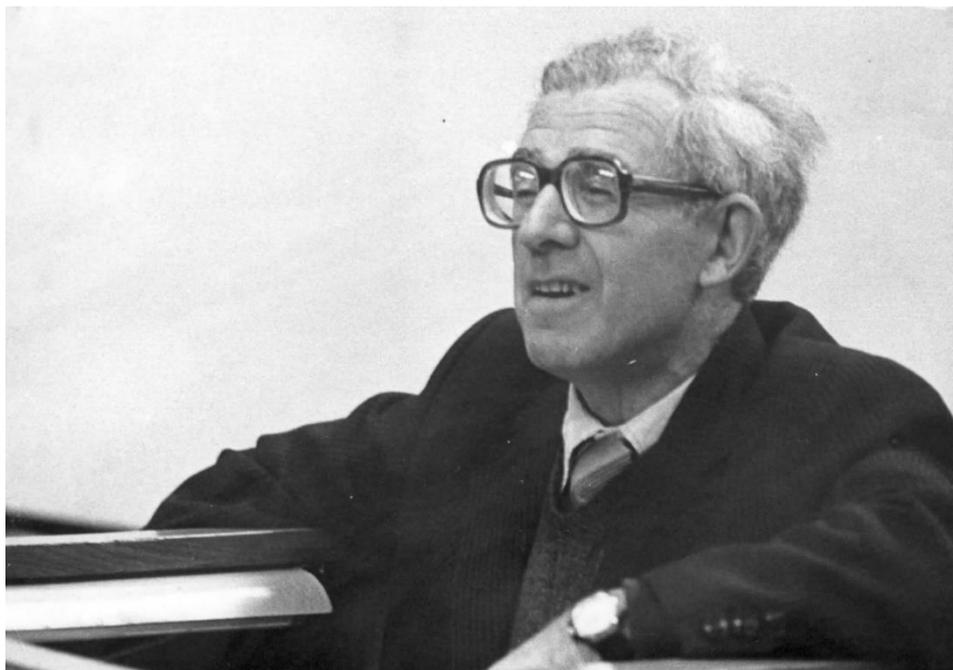
ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

Сапрыкин А.И., д.т.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск – председатель
Сидельников В.Н., д.х.н., ИК СО РАН, Новосибирск – зам. председателя
Половяненко Д.Н., к.х.н., НИОХ СО РАН, Новосибирск – зам. председателя
Цыганкова А.Р., к.х.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск
Лундовская О.В., к.х.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск
Ластовка А.В., к.х.н., НИОХ СО РАН, Новосибирск

СЕКРЕТАРИАТ

Тихова В.Д., к.х.н., НИОХ СО РАН, Новосибирск
Замулина Т.В., ИК СО РАН, Новосибирск
Левченко Л.М., д.х.н., ИНХ СО РАН, Новосибирск

Профессор Иосиф Гершевич Юделевич



24 июля 2020г. исполнилось 100 лет со дня рождения д.х.н., профессора, Заслуженного деятеля науки и техники **Иосифа Гершевича Юделевича**, создателя и первого заведующего Лаборатории контроля чистоты полупроводниковых материалов Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН.

И.Г. Юделевич был неутомимым энтузиастом и примером реального воплощения творческой энергии. Отдавая дань замечательным качествам этого незаурядного человека, благодаря которому созданная им лаборатория приобрела статус одной из лучших аналитических лабораторий страны, нельзя не отметить его дара предвидения и умения сконцентрировать усилия в наиболее востребованном и перспективном направлении.

Его роль в становлении и развитии методов анализа высокочистых и функциональных материалов трудно переоценить. Главный акцент был сделан на развитии комбинированных методов анализа, основанных на сочетании различных приемов концентрирования микропримесей экстракцией, сорбцией, вакуумной дистилляцией и другими с современными инструментальными методами, такими, как атомно-эмиссионная, атомно-абсорбционная и масс-спектрометрия. Одновременно профессор Юделевич явился инициатором расширения сферы деятельности, созданной им лаборатории в направлении, ориентированном на исследование химического состава природных и биологических объектов, развитию методов не только высокочувствительного элементного, но и вещественного анализа.

Сегодня ученики профессора Юделевича, активно работают в разных уголках страны и нередко сами возглавляют аналитические лаборатории. Они всегда с благодарностью вспоминают своего Учителя, который был не только блестящим организатором, но и яркой личностью, удивляющей широтой эрудицией, даром предвидения и глубиной своих познаний в самых разных областях человеческой деятельности.

Организаторы конференции



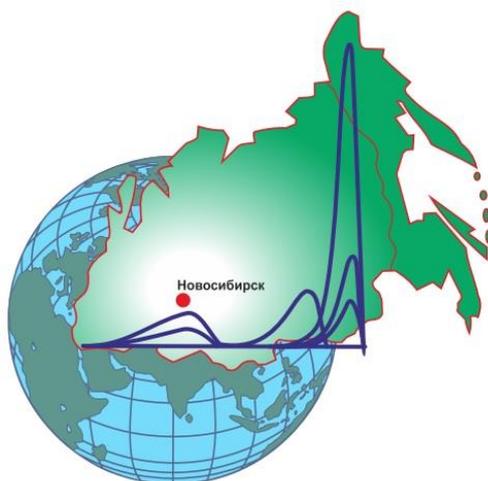
ThermoFisher SCIENTIFIC



Лучшие решения
для вашей лаборатории



**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Научный совет по аналитической химии РАН
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
Новосибирский национальный исследовательский
государственный университет
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН**



ПЛЕНАРНЫЕ ЛЕКЦИИ

**КОМПЛЕКС МЕТОДОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
ДЛЯ РЕШЕНИЯ АКТУАЛЬНЫХ НАУЧНЫХ ЗАДАЧ
В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ ИНХ СО РАН**Сапрыкин А.И.^{1,2}¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

*saprykin@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_01**

24.07.2020 г. исполнилось 100 лет со дня рождения доктора химических наук, профессора И.Г. Юделевича, создателя и первого руководителя Аналитической лаборатории ИНХ СО РАН. Его роль в становлении и развитии комплекса методов анализа высокочистых и функциональных материалов в Новосибирском научном центре трудно переоценить. При создании лаборатории основной акцент был сделан на оснащении лаборатории комплексом инструментальных методов определения химического состава – такими как атомно-эмиссионная, атомно-абсорбционная и масс-спектрометрия. Особое внимание руководством Института уделялось привлечению выпускников химического и физического факультетов НГУ для работы на современном оборудовании и подготовке квалифицированного персонала химиков-аналитиков. Результатом этой деятельности явилось создание сплоченного коллектива единомышленников: специалистов-профессионалов и талантливых молодых ученых, постоянный приток которых обеспечивал принцип взаимопомощи и преемственности. Под руководством профессора Юделевича было подготовлено и защищено более 40 кандидатских диссертаций, пятеро его учеников стали докторами наук.

Одним из основных направлений деятельности лаборатории стала разработка т.н. комбинированных методик КХА, основанных на сочетании различных приемов отделения основы и концентрирования примесей с современными инструментальными методами, что позволило существенно расширить их аналитические возможности и решить ряд уникальных задач в сфере контроля чистоты полупроводниковых материалов и получения высокочистых веществ. Одновременно профессор Юделевич явился инициатором расширения сферы деятельности лаборатории в направлении, ориентированном на исследование химического состава природных и биологических объектов, развитию методов не только высокочувствительного элементного, но и вещественного анализа.

По инициативе и под руководством И.Г. Юделевича было создано Сибирское отделение Научного совета по аналитической химии, а организованный им Новосибирский аналитический семинар приобрел широкую известность и сыграл значительную роль в повышении квалификации специалистов заводских лабораторий и НИИ. В работе семинара принимали участие не только аналитики Новосибирского Научного Центра, но и различных предприятий и организаций Сибири, Дальнего востока и Европейской части страны. Конференция «Аналитика Сибири», которая переросла региональные рамки и приобрела масштаб Всероссийского форума, также стартовала по инициативе И.Г. Юделевича.

Сегодня аналитическая лаборатория входит в Центр коллективного пользования ИНХ СО РАН и регулярно получает, и осваивает новое аналитическое оборудование и принимает на работу молодых специалистов, что позволяет ей хранить традиции и с оптимизмом смотреть в будущее.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИНХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.

ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Золотов Ю.А.

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курчатова РАН, Москва, Россия

*zolotov@igic.ras.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_02**

Рассмотрены потребности практики во внелабораторном, вещественном, дистанционном, прямом (без разложения и пробоподготовки), непрерывном локальном анализе. Оценены практические потребности в части анализа важнейших объектов и обнаружения (определения) ряда аналитов. Одновременно освещаются возможности аналитики отвечать на эти вызовы практики. Уделено внимание потенциалам развития основных методов анализа, тем проблемам, которые следовало бы решить при создании и совершенствовании методов. Кратко анализируется положение в некоторых общих направлениях развития аналитики: автоматизация анализа, использование хемометрики, наноаналитика, микрофлюидика, обеспечение качества анализа, «зеленая» аналитическая химия.

ЛАЗЕРЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Большов М.А.^{1,2}¹Институт спектроскопии РАН, Москва, Россия²Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия
mbolshov@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_03

Появление во второй половине прошлого века интенсивных коммерческих лазеров с плавно перестраиваемой длиной волны излучения – лазеров на красителях (ЛК), привело к бурному внедрению методов лазерной спектроскопии в аналитическую химию. Независимо развивались метод лазерной флуоресценции, метод лазерно-стимулированной ионизации, метод, различные варианты метода резонансной многофотонной ионизации. Спектральная яркость ЛК на много порядков превышала яркость традиционных источников резонансного излучения, что обеспечивало значительный рост чувствительности определения малых содержаний элементов по сравнению с классическими источниками. Эти преимущества были продемонстрированы при детектировании ультрамалых концентраций свободных атомов аналитов в газовой фазе. Однако, при использовании лазерных методов в анализе реальных объектов проявились существенные проблемы, определяемые матричными эффектами. Был определен также основной недостаток лазерных методов – определение только одного элемента в одном цикле измерения (одноэлементность). Одновременно с этим происходило стремительное развитие методов элементного анализа, основанных на индуктивно связанной плазме – ИСП-АЭС и ИСП-МС. Практически к середине 90-х годов эти методы вытеснили все методы элементного анализа с использованием перестраиваемых по частоте лазеров.

Вместе с тем достаточно успешно развивались методы, использующие высокую интенсивность лазерного излучения. Сфокусированное на поверхность твердого образца излучение обеспечивало испарение материала и образование плазмы с высокой температурой в объеме над поверхностью. В простейшем варианте регистрируется эмиссия атомов или ионов аналита из различных зон плазмы – лазерно-индуцированная эмиссионная спектроскопия (ЛИЭС). В более сложном варианте испаренный материал подается потоком инертного газа в плазму (ИСП) с последующей регистрацией масс-спектра испаренного материала. В докладе будут проанализированы достоинства и проблемы методов ЛИЭС и ЛА-ИСП-МС.

В последние десятилетия успешно развиваются методы диагностики, основанные на абсорбционной спектроскопии (АС) с диодными лазерами (ДЛ). Эти лазеры имеют исключительно малую ширину спектральной линии (до 10^{-3} см⁻¹) и могут быстро перестраиваться в достаточно широком спектральном диапазоне (3-10 см⁻¹). В докладе будут представлены результаты использования метода ДЛАС в самых разных областях: диагностике состояния больного по выдыхаемому воздуху, поиске утечек на магистральных трубопроводах, контроле производственных процессов, определении параметров горячих зон в до- и сверхзвуковых потоках газа.

МЕТОДЫ АТОМНО-СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Захаров Ю.А.Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия
*zaha1964@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_04**

Методы атомно-спектрального анализа опираются на природное свойство каждого химического элемента менять свое состояние дискретно, в соответствии с индивидуальными значениями энергии. При внешнем воздействии атомы возбуждаются, поглощая порции энергии, и быстро возвращаются в основное состояние, испуская кванты, количество которых, как правило, пропорционально числу этих атомов. Данное уникальное явление позволяет по спектрам поглощаемой и испускаемой энергии регистрировать присутствие химических элементов в пробе того или иного вещества, распознавать их и определять количество. Делать это можно разными способами возбуждения и регистрации спектров. Поэтому атомно-спектральный анализ в настоящее время представлен рядом методов: атомно-эмиссионным, атомно-абсорбционным и атомно-флуоресцентным. Они отличаются аналитическими характеристиками, имея специфические особенности, недостатки и преимущества, но, как правило, дополняют друг друга и остальные методы химического анализа при исследовании твердых, жидких и газообразных веществ на макро-, микро- и следовые элементы.

В докладе рассмотрена современная иерархия методов атомно-спектрального анализа при решении рутинных и нестандартных аналитических задач в зависимости от вида проб, необходимых чувствительности, точности и производительности. Дается обзор последних моделей спектрометров - серийных и опытно-экспериментальных. Обсуждаются тенденции развития этой области аналитической техники и изобретательская активность на основе соответствующего патентного исследования.

В случае атомно-эмиссионного метода прогресс достигнут в конструкции и параметрах дуговых и ИСП источников, плазмотронов, дозаторов проб-порошков и конечно же твердотельных многопиксельных фотоприемников, позволяющих работать в режимах накопления фотонов, а также сцинтилляций.

Атомно-абсорбционный метод активно развивается, благодаря внедрению универсального для всех определяемых элементов просвечивающего источника – стабилизированной дуговой ксеноновой лампы, а также спектрометров высокого разрешения с многопиксельными фотоприемниками. Стыковка их с графитовой печью, работающей в режиме двухстадийной зондовой атомизации открывает реальную перспективу для прямого одновременного анализа твердых и других проб сложного матричного состава на многие элементы. Усовершенствования систем подачи проб, их атомизации и фотометрирования атомного пара наблюдаются и в методе атомной флуоресценции.

Несмотря на долгую историю применения в аналитической химии обсуждаемых в докладе методов, их потенциал до конца не раскрыт. И это обстоятельство питает живой интерес к ним со стороны многочисленных пользователей и разработчиков аппаратуры и методик.

НОВЫЕ МАГНИТНЫЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ И БИМЕДИЦИНСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Кубракова И.В., Пряжников Д.В., Киселева М.С., Ефанова О.О.

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

kubrakova@geokhi.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_05

Перспективность использования высокодисперсных магнитных материалов в различных областях химии и технологии обусловлена разнообразием их свойств и способов применения. Появление качественно новых материалов с заданными свойствами продиктовано возможностью направленного модифицирования поверхности магнитных наночастиц в сочетании с их способностью перемещаться под действием постоянного магнитного поля.

В докладе рассмотрены наиболее перспективные виды современных материалов на основе магнетита. Обобщены данные авторов о физико-химических и сорбционных свойствах материалов типа «ядро-оболочка», путях синтеза таких объектов с использованием микроволнового излучения, особенностях, преимуществах и закономерностях формирования упорядоченных слоев веществ-модификаторов на поверхности магнитных частиц. В качестве модифицирующих агентов использованы ПАВ, полимеры, кремнийорганические соединения, наноразмерные частицы благородных металлов, биологически активные вещества. Структуры, сформированные вокруг магнитных частиц, представляли собой организованные молекулярные слои, упорядоченные мезопористые слои, наноразмерные везикулы.

Установлено, что, несмотря на разнообразие областей использования магнитных наноразмерных материалов (от технологий концентрирования (МТФЭ) до направленной терапии и диагностики *in vivo*), в основе их применения часто лежат сорбционные свойства поверхности. Залогом успешного получения и применения МНЧ с заданной структурой и свойствами является комплексное исследование состава и структуры МНЧ на наноуровне. В докладе охарактеризованы современные инструментальные методы изучения состава и структуры ядра и оболочек; обсуждены способы фракционирования наночастиц. Рассмотрены современные представления о механизме модифицирования поверхности частиц молекулами ПАВ путем самопроизвольного послойного образования упорядоченных структур и особенности этого процесса в условиях воздействия микроволнового излучения.

Приведены данные детального исследования аналитических возможностей магнитных материалов различного строения, включая коэффициенты распределения, кинетику извлечения, его обратимость, устойчивость сорбентов, режимы сорбции. Показана принципиальная возможность использования магнитных сорбентов в водных средах в проточном режиме. Изучена сорбционная способность модифицированного магнетита в органических растворах.

На примере сорбентов со структурой «ядро-оболочка» ($\text{Fe}_3\text{O}_4@OK$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ЦТАБ$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ПВП$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ТЭОС$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ТЭОС@ЦТАБ$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ТЭОС@ЦТАБ@ТЭОС$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ТЭОС@ЦТАБ@ТЭОС+МПТЭОС$, $\text{Fe}_3\text{O}_4@ТЭОС/МПТЭОС@Au^0@DOX$) рассмотрены и проиллюстрированы возможности применения полученных материалов в качестве высокотехнологичных полифункциональных сорбентов, систем доставки лекарств, материалов для решения экологических, аналитических, технологических и биомедицинских задач.

Список литературы

Кубракова И.В., Кошечева И.Я., Пряжников Д.В., Мартынов Л.Ю., Киселева М.С., Тютюнник О.А. Микроволновый синтез, свойства и аналитические возможности наноразмерных сорбционных материалов на основе магнетита // Ж. аналит. химии. 2014. Т. 69. № 4. С. 378.

Pryazhnikov D. V., Kubrakova I.V., Kiseleva M. S. et al, Preparation and structural characterization of nanosized magnetic solid-phase extractants // Mendeleev Commun. 2014. V. 24. № 2. P. 130.

Пряжников Д.В., Киселева М.С., Кубракова И.В. Магнитный поверхностно-модифицированный наноразмерный сорбент для МТФЭ-ВЭЖХ-УФ определения 4-нонилфенола в природных водных объектах // Аналитика и контроль. 2015. Т.19. №3. С. 220.

Kubrakova I.V., Kiseleva M. S. Microwave Synthesis of Nanosized Model Substances and Sorption Materials.

Application to Geochemical Research // Geochemistry Int. 2016. V. 54. № 13. P. 1273.

Пряжников Д.В., Ефанова О.О., Киселева М.С., Кубракова И.В. Микроволновый синтез наноразмерных материалов «ядро-оболочка» на основе магнетита, функционализированного золотом и доксорубицином // Российские нанотехнологии. 2017. №3-4.

Киселева М.С., Пряжников Д.В., Кубракова И.В. Магнитный сорбент с мезопористой оболочкой для одновременного концентрирования экотоксикантов различной природы // Ж. аналит. химии. 2018. №1. С.14.

Ryazhnikov D. V., Efanova O. O., Kubrakova I.V. Cerasomes containing magnetic nanoparticles: synthesis and gel-filtration chromatographic characterization // Mendeleev Commun. 2019. V.29. №5. P.226.

Ryazhnikov D. V., Kubrakova I.V., Grebneva-Balyuk O. N., Maryutina T. A. Magnetite-based highly dispersed materials for the sorption of asphaltenes // Mendeleev Commun. 2019. V. 29. № 5. P.675.

Кубракова И.В., Пряжников Д.В. Микроволновый синтез наноразмерных магнитных сорбентов // Ж. аналит. химии. 2021. Т.76. №1. С.20.

Пряжников Д.В., Кубракова И.В. Магнитные наноразмерные материалы с модифицированной поверхностью: получение и исследование структуры, состава и свойств // Ж. аналит. химии. 2021. Т.76. №6. С. 496.

ПЛ-5

ПРОБЛЕМЫ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ПРИРОДНЫХ ВОД

Папина Т.С.

Институт водных и экологических проблем Сибирского отделения РАН, Барнаул, Россия
tanya.papina@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_06

В докладе рассматриваются методические вопросы организации эколого-аналитического контроля водных объектов, включая исследования по обоснованию отбора представительной (репрезентативной) пробы в стратифицированном речном потоке, а также дается анализ и систематизация основных ошибок, возникающих при проведении эколого-аналитического контроля водных объектов в отечественной практике работ.

Особое внимание в докладе будет уделено основным источникам систематических погрешностей, возникающих при проведении мониторинга водных объектов. Дается анализ современных российских и международных нормативных документов по отбору и анализу проб природных вод и атмосферных осадков, рассматривается влияние различных стадий эко-аналитического контроля на достоверность получаемых конечных результатов, приводится обзор существующих методов оценки качества аналитических (лабораторных) данных. Подробно рассмотрены существующие современные критерии (нормативы) оценки качества воды с учетом целей водопользования, а также условий естественного функционирования различного типа водных экосистем, дано сравнение отечественных и зарубежных стандартов качества питьевых и природных вод.

Утверждается, что при оценке уровня загрязнения природной среды, основанной исключительно на результатах химического анализа проб (например, построение модели распространения загрязняющих веществ от источника их эмиссии и др.), химик-аналитик должен быть вовлечен в методическую работу по разработке схем проведения всех стадий эко-аналитического контроля изучаемых природных объектов.

**МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИИ
ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ**Буряк А.К.ФГБУН Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН
(ИФХЭ РАН), Москва, Россия*akburyak@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_07**

Среди многочисленных масс-спектрометрических методов, позволяющих исследовать поверхность, в настоящей работе рассмотрен комплекс методов, состоящий из термодесорбционной масс-спектрометрии (ТДМС), хромато-масс-спектрометрии (ХМС) и активированной матрицей/поверхностью лазерной десорбции/ионизации (МАЛДИ/ПАЛДИ).

Исторически первым появился ТДМС метод, позволяющий при простой пробоподготовке, получать качественные и количественные данные о состоянии поверхности и поверхностных соединениях. Может быть получена информация об энергиях активации десорбции, однако, для лабильных соединений ее сложно отличить от энергии активации пиролиза.

Хромато-масс-спектрометрические методы: газовая и жидкостная хромато-масс-спектрометрия (ГХ-МС), (ВЭЖХ-МС), рассматриваются как самые распространенные и обеспеченные доступными приборами.

Основная задача хромато-масс-спектрометрии – разделение сложных смесей соединений, идентификация известных и построение структуры неизвестных соединений.

Для определения структуры используются все информационные возможности, предоставляемые хромато-масс-спектрометрическим методом: закономерности фрагментации и ионизации разных классов, закономерности удерживания на сорбентах разного типа, информация из хроматографических и масс-спектральных библиотек, расчёты величин удерживания и спектральная информация, получаемая на основе хроматографических детекторов. Несмотря на то, что неизвестные молекулы априорно отсутствуют в базах данных масс-спектральных и хроматографических характеристик, использование этой информации может быть полезно для поиска родственных соединений. Метод позволяет идентифицировать соединения смываемые или испаряемые с поверхности материала без разложения.

Метод лазерно-десорбционной масс-спектрометрии известен в варианте лазерной абляции, когда лазер высокой мощности испаряет образец, с последующим анализом масс-спектрометрическим или спектроскопическим методами, и метода мягкой лазерной ионизации активированной матрицей или поверхностью. Еще один вариант метода лазерной ионизации – исключение матрицы и поверхности как источника ионизации, но использование лазера с низкой энергией, который вызывает протонирование и катионирование с дальнейшей ионизации только поверхностных групп и соединений, находящихся на поверхности.

Полученные результаты представляют интерес как с точки зрения физикохимии поверхности, так и для практических целей, в частности, оценки каталитической активности материалов, стабильности поверхности катализаторов, превращения каталитически активных соединений на поверхности в процессе катализа.

Выбранные методы позволяют анализировать все классы органических и неорганических соединений в широком диапазоне их молекулярных масс. Важным преимуществом комплекса методов является возможность исследования поверхностей разного типа, анализируя одновременно органические и неорганические соединения. Оработана методика совместного использования результатов и показаны преимущества, возникающие при комплексном использовании этих методов.

Атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС) с индуктивно связанной плазмой (ИСП) – одно из самых важных и самых ярких достижений аналитической химии XX века. Уникальный комплекс достоинств метода позволил занять ведущее место в элементном анализе самых разнообразных материалов.

К концу 50-х - началу 60-х годов XX века потенциал основных источников возбуждения спектра – дуги и искры, был исчерпан. Начался активный поиск новых источников, которые могли улучшить метрологические характеристики атомно-спектральных методов анализа. В 1964-1965 году были опубликованы работы Гринфилда (Великобритания), Боуманса (Голландия), Фассела (США) о возможности применения ИСП атомной спектроскопии в качестве источника возбуждения. Первые коммерческие спектрометры для реализации метода АЭС-ИСП были выпущены компаниями Jarrell Ash (США) и ARL (Швейцария) в 1974 году. Основными типами спектрометров были 20-40 канальные полихроматоры или сканирующие монохроматоры с ФЭУ, основной вид обзора плазмы – радиальный, положение горелки – вертикальное. В 1980-х годах началось внедрение метода в промышленность и для контроля экологической обстановки, появились стандартизованные методики анализа воды, цветных и черных металлов. Количество производителей оборудования значительно расширилось.

Пять революционных изменений в конструкции спектрометров: горизонтальное расположение горелки, аксиальный обзор плазмы, двойной (аксиальный и радиальный) обзор плазмы, регистрация спектров полупроводниковыми детекторами, полностью полупроводниковые, без генераторной лампы, экономичные генераторы, – существенно изменили рынок коммерческих спектрометров в начале 1990-х годов. Не все производители сумели внедрить новейшие технологии, значительная часть заводов постепенно закрыла производство эмиссионных спектрометров с ИСП.

С технической точки зрения современный эмиссионный спектрометр с ИСП – это прибор с одновременной регистрацией всего спектра на полупроводниковом детекторе, с двойным (аксиальным и радиальным) обзором плазмы, с горизонтальным или вертикальным расположением горелки, полупроводниковым генератором с эффективностью передачи энергии в плазменный разряд на уровне 80-90%. За счет такой эффективности максимальная потребляемая мощность спектрометров снизилась до уровня 2,5-3 кВт и позволяет подключить их к обычной электрической розетке 220В, 16А.

Для измерения доступны линии 78 определяемых элементов в диапазоне от 130 до 900 нм. Большинство производителей игнорируют диапазон 130-167 нм, в котором находятся достаточно чувствительные линии хлора и брома, считая, что рынок спектрометров в этой области достаточно узкий, и что эти элементы лучше определять с использованием метода ионной хроматографии. Поэтому усложнение и удорожание конструкции приборов для работы в диапазоне 130-167 нм не имеет большого коммерческого смысла.

Лучшие коммерческие эмиссионные спектрометры с ИСП позволяют определять не менее 70 элементов с пределами обнаружения не более 1 мкг/дм³ и активно вытесняют из лабораторий атомно-абсорбционные спектрометры с пламенной и электротермической атомизацией, особенно в тех случаях, когда требуется одновременный многоэлементный анализ.

Благодаря градуировке по отношениям концентраций и градуировке способом ограничивающих стандартов АЭС-ИСП позволяет определять основные компоненты металлов, сплавов, геологических и технических материалов с точностью сравнимой, а часто и превосходящей точность классических методов анализа: гравиметрии, титриметрии, пробирного анализа.

Дальнейшее развитие метода АЭС-ИСП можно ожидать на следующих направлениях:

- разработка плазменных горелок с пониженным потреблением аргона;
- расширение круга анализируемых материалов с использованием АЭС-ИСП;
- поиск новых схем генерирования химических паров определяемых элементов с последующим вводом в ИСП;
- разработка высокоэффективных схем прямого ввода в плазму жидких и твердых проб;

- пересмотр стандартизованных методик анализа воды, почвы, нефтепродуктов, смазочных масел, они были созданы более 30 лет назад и не учитывают современные возможности АЭС-ИСП.

ПЛ-8

СОВРЕМЕННЫЕ РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Громилов С.А.

ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
grom@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_09

В докладе представлен обзор современных методов рентгендифрактометрического анализа кристаллических образцов (моно- и поликристаллических) в приложении к задачам аналитической химии. Наиболее распространенными методами являются рентгеноструктурный анализ (далее РСтА) и рентгенофазовый анализ (далее РФА).

Основная задача РФА – определение фазового состава, т.е. идентификация кристаллических фаз, содержащихся в образце. Такой анализ обычно предполагает использование базы рентгенографических данных PDF-2 [1], которая объединяет экспериментальные и теоретические дифрактограммы ранее изученных фаз. Однако, для впервые синтезируемых фаз достаточно часто возникает ситуация, когда рентгенографические данные для уже известной фазы с известной кристаллической структурой не внесены в соответствующие базы ICSD [2] и CSD [3]. Такая ситуация требует самостоятельного построения теоретической дифрактограммы и включения ее в процесс обработки, ряд современных программ позволяют это делать в полуавтоматическом режиме. Отнесение всех дифракционных линий, присутствующих на дифрактограмме, означает, что РФА успешно проведен (для однофазных образцов, с определенными оговорками, это означает определение состава образца). При проведении рутинной съемки на стандартном лабораторном дифрактометре обычно удается зафиксировать фазы, представленные в смеси с другими до 1% вес. Более тщательные эксперименты (увеличенное время накопления) позволяют улучшить этот показатель на 1-2 порядка. Дальнейший прогресс обеспечен приходом современных источников рентгеновского излучения (микрофокусные трубки, трубки с жидким или вращающимся анодом, синхротронное излучение) и двумерных детекторов. В ряде случаев, это предполагает съемку в схеме Дебая-Шеррера и приготовление образца с размерами до 1 мм, что требует проведения дополнительных съемок для изучения представимости изученного образца относительно всей массы синтезированного продукта. Под количественным РФА понимают определение весовых (или объемных) долей определенных фаз в смеси. Основные ошибки здесь связаны с приготовлением образца, в котором кристаллиты всех анализируемых фаз должны быть хаотично разориентированы. Специальные методики приготовления смесей исследуемых образцов с эталонами позволяют определять содержание конкретной фазы (или нескольких фаз) даже если идентификацию других фаз (в том числе и аморфных) провести не удалось.

Современные лабораторные дифрактометры и программное обеспечение позволили существенно повысить точность проведения РСтА, как моно-, так и поликристаллов. В первую очередь это относится к определению заселенности позиций атомами нескольких сортов. Особо сложные задачи возникают при уточнении составов фаз, входящих в смесь. В этом случае просто данных о составе образца недостаточно и требуется привлечение других современных методов, в первую очередь электронной микроскопии.

Список литературы

1. Powder Diffraction File. PDF-2. International Centre for Diffraction Data, USA.
2. Inorganic Crystal Structure Database. D-1754. Eggenstein-Leopoldshafen, Germany.
3. F.H. Allen. Acta Crystallogr., **2002**, B58(3-1), 380–388.

ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫЭйрих С.С.Институт водных и экологических проблем Сибирского отделения РАН, Барнаул, Россия
*steyrikh@gmail.com***DOI: 10.26902/ASFE-11_10**

Несмотря на то, что ртуть является рассеянным элементом, она обнаруживается во всех компонентах окружающей среды, распространяясь на локальном, региональном и глобальном уровнях. Ртуть является высокотоксичным веществом и, обладая способностью к бионакоплению и биомагнификации по трофической цепи, негативно влияет на наземные и водные экосистемы и человека. Химические и физические свойства ртути обуславливают ее высокую подвижность в окружающей среде, разнообразие существующих форм и перераспределение между ними в зависимости от условий среды (температура, Eh, pH, содержание $C_{орг}$ и т.д.). Процедура определения содержания ртути, используемые аналитические методы и подходы определяются формой ее нахождения и типом объекта окружающей среды.

Достоверное определение содержания ртути зависит не только от инструментального определения, но и от всех стадий анализа, начиная с пробоотбора и заканчивая представлением результатов анализа с оценкой их прецизионности. В докладе будут рассмотрены проблемы и сложности, возникающие на различных стадиях анализа, такие как возможные изменения состава пробы вследствие ее транспортировки и хранения, неполнота извлечения, адсорбция на стенках посуды либо загрязнение пробы при пробоподготовке, матричные эффекты и неоднородность состава. Особое внимание следует уделять подготовке посуды, контролю реактивов и всей процедуры пробоподготовки, транспортировки и анализа с использованием холостых проб (методических, лабораторных, полевых). В зависимости от анализируемого объекта та или иная стадия может быть наиболее критической. Так, если для слабоминерализованных вод, атмосферных осадков и кернов льда наиболее важно обеспечение ультрачистых условий и высокочувствительных методов анализа, то для таких консервативных сред, как породы, грунты и почвы – гомогенизация образца и устранение влияния основы.

В докладе также подчеркивается важность выбора адекватных методов анализа и проверка их правильности, оценка предела обнаружения и возможности его снижения. В докладе рассмотрены основные принципы программы по обеспечению и контролю качества аналитических данных (QA/QC quality assurance/quality control) и процедуры контроля, необходимые в каждой серии определений. Для контроля правильности используют метод добавок, анализ соответствующих стандартных образцов известного состава (CRM природных вод, донных отложений, почв, волос и других объектов) и сопоставление результатов, полученных разными методами. Решающая роль при оценке правильности аналитических работ принадлежит межлабораторным сравнительным испытаниям (интеркалибрации).

Обзор используемых методов определения ртути и рекомендации, основанные на многолетнем опыте автора, будут полезны для практического использования при анализе различных объектов окружающей среды.

МЕТОДЫ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ В АНАЛИЗЕ

Камнев А.А.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов Российской академии наук, Саратов
aakamnev@ibppm.ru, a.a.kamnev@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_11

Использование различных методов молекулярной спектроскопии в анализе в широком смысле позволяет не только решать задачи обнаружения и идентификации соединений, но также изучать особенности молекулярной структуры (и фиксировать ее изменения), в том числе в сложных надмолекулярных системах – вплоть до клеток микроорганизмов и образцов тканей высших организмов. В данной лекции будут обсуждены примеры анализов, в основном проводившихся в нашей научной группе, с помощью методов колебательной спектроскопии (ИК-фурье-спектроскопии (ИКФС; в различных режимах измерений); спектроскопии комбинационного рассеяния, СКР) [1–4] и мёссбауэровской спектроскопии (ядерный гамма-резонанс, ЯГР) [4–6].

Методы ИКФС и СКР позволяют получить из экспериментальных спектров информацию о характерных колебаниях присутствующих в образце функциональных групп; при этом интенсивности всех колебаний пропорциональны содержанию этих групп. Заметим, что при изучении сложных (био)органических систем методом ИКФС для получения качественных спектров и их адекватной интерпретации необходимо учитывать ряд методологических особенностей [1, 2, 7]. Хотя селективность ИКФС и СКР относительно невысока (т.к. однотипные функциональные группы дают сходные полосы колебаний в различных соединениях), это вполне компенсируется высокой информативностью спектров. Так, помимо наличия нескольких видов колебаний у сложных групп (дающих обычно несколько полос в разных областях частот), энергия колебаний зависит от межмолекулярных и внутримолекулярных взаимодействий, что проявляется на спектрах в виде характерных сдвигов полос или их расщепления.

Спектроскопия ЯГР основана на резонансном поглощении γ -излучения ядрами определенных изотопов; самым распространенным является ^{57}Fe (его содержание в природном железе ~2.2%). Этот метод (по сути, ядерно-химический) дает уникальную информацию о химическом состоянии атома (катиона; например, ^{57}Fe), а также о его непосредственном молекулярном окружении; именно поэтому он занимает достойное место среди методов молекулярной спектроскопии [5]. Хотя его история насчитывает всего 6 десятилетий, он уже давно применяется во всех областях материаловедения – от анализа металлов и сплавов до Fe-содержащих белков, включая ферменты [5, 6].

Следует отметить, что во многих случаях методы молекулярной спектроскопии позволяют проводить неразрушающий анализ образцов *in situ* и даже *in vivo* [1, 2, 4–7].

Список литературы

1. Tugarova A.V., Dyatlova Yu.A., Kenzhegulov O.A., Kamnev A.A. Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol. Spectrosc. **252** (2021) 119458.
2. Kamnev A.A., Dyatlova Yu.A., Kenzhegulov O.A., Vladimirova A.A., Mamchenkova P.V., Tugarova A.V. Molecules **26** (2021) 1146.
3. Tugarova A.V., Mamchenkova P.V., Khanadeev V.A., Kamnev A.A. New Biotechnol. **58** (2020) 17-24.
4. Kamnev A.A., Tugarova A.V., Shchelochkov A.V., Kovács K., Kuzmann E. Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol. Spectrosc. **229** (2020) 117970.
5. Камнев А.А., Тугарова А.В. Успехи химии **90** (2021) <https://doi.org/10.1070/RCR5006>.
6. Kamnev A.A., Tugarova A.V. Talanta **174** (2017) 819-837.
7. Kamnev A.A., Tugarova A.V., Dyatlova Yu.A., Tarantilis P.A., Grigoryeva O.P., Fainleib A.M., De Luca S. Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol. Spectrosc. **193** (2018) 558-564.

Исследования были поддержаны грантами РФФИ №№ 16-08-01302-а, 17-08-01696-а, 19-13-50160.



КЛЮЧЕВЫЕ ЛЕКЦИИ

СОЗДАНИЕ НОВЫХ НЕПОДВИЖНЫХ ФАЗ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИИ ПУТЕМ СИНТЕЗА ВНУТРИ КОЛОНКИ

Патрушев Ю.В.^{1,2}

¹ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

patrush@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_12

Хроматографическая колонка – основной элемент хроматографической системы. Классические способы создания хроматографических колонок подразумевают использование готовых неподвижных фаз (жидкости или твердые сорбенты), которые тем или иным способом помещают внутрь колонки. Основным способом приготовления капиллярных колонок для газовой хроматографии является статический метод низкого давления, когда готовая неподвижная фаза наносится на колонку из раствора в летучем растворителе. Этот метод используют коммерческие производители для приготовления высокоэффективных колонок с неподвижными жидкими фазами. Однако для приготовления пористослойных колонок для газоадсорбционной хроматографии данный способ имеет серьезные ограничения, связанные с нерастворимостью большинства пористых материалов.

Современные колонки для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) получают методом плотной упаковки сферических частиц готового сорбента диаметром 2-5 мкм из суспензии под высоким давлением. Чем меньше диаметр частиц, тем более плотная упаковка и выше эффективность колонки. Но при этом существенно повышается перепад давления на колонке, что приводит к перераспределению частиц и нежелательным тепловым градиентам.

Прямой синтез хроматографического материала внутри колонки позволяет создавать сорбенты с заранее заданными свойствами, такими как селективность и текстурные характеристики. В колонке возможно синтезировать как неорганические материалы, так и пористые полимеры органической природы. Удобным способом для создания капиллярных пористослойных газохроматографических колонок является золь-гель технология. Колонка заполняется раствором предшественника (например, тетраэтоксисилана), после чего начинается реакция гидролиза и поликонденсации. На внутренней стенке капилляра образуется монолитная пленка пористого силикагеля. В зависимости от природы предшественника можно получать пористые слои с различными свойствами. Если в золь-гель реакции участвует компонент с органической группой, можно получать органо-неорганические сорбенты с различной хроматографической селективностью.

Неподвижные фазы для ВЭЖХ, синтезированные непосредственно в колонке, представляют собой монолитные сорбенты. В отличие от насадочных колонок монолитный сорбент является единым ковалентно связанным материалом, заполняющим весь доступный объем колонки. Элюент в такой колонке движется по специальным транспортным порам, пронизывающим колонку по всей длине. Монолит может иметь неорганическую или органическую природу. Очевидные преимущества монолитных сорбентов связаны с высокой проницаемостью такой колонки.

Синтез сорбента непосредственно в хроматографической колонке позволяет расширить набор неподвижных фаз с различными химическими свойствами и текстурными характеристиками, а, следовательно, позволяет решать проблему выбора колонки для конкретной задачи разделения.

НЕПОДВИЖНЫЕ ФАЗЫ НА ОСНОВЕ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ В КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Шашков М. В., Сидельников В.Н.

ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
shashkov@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_13

Традиционный способ повышения термостабильности неполярных неподвижных жидких фаз для капиллярной хроматографии основан на уменьшении подвижности гибкого полисилоканового скелета полимера путем вставки в него жестких фрагментов, уменьшающих гибкость, таких как силариленовые фрагменты или карборановые группы. Другим подходом к решению данной задачи является поперечная сшивка силоксанового полимера которая препятствует образованию полисилоксановых циклов. Что касается полярных фаз на основе полиэтиленгликоля, а также высокополярных фаз с цианопропильными или трифторпропильными группами, то повышение их термостабильности не может быть реализовано данными методами.

В качестве термостабильных высокополярных неподвижных жидких фаз в настоящее время используют *ионные жидкости* (ИЖ), которые, несмотря на низкую молекулярную массу, обладают высокими значениями вязкости, низкую летучесть и хорошую термостабильность. Другим важным преимуществом ИЖ является разнообразие их возможных структур и относительная простота их создания, что обеспечивает разнообразие их свойств, в первую очередь, селективности.

В настоящее время на коммерческом рынке неподвижных жидких фаз можно найти предложения ограниченного круга капиллярных колонок с ИЖ. В ряде случаев структуры использованных ИЖ описаны, а иногда колонки поставляются без указания структур. В настоящее время коммерчески доступны только колонки с ИЖ на основе алкил-замещенных имидазольных и фосфониевых катионов. Анионная часть представлена ионом бис-(трифторметилсульфонил)-имида (NTf_2), который отвечает за свойства гидрофобности и термостабильности. Существует также и ряд хиральных ИЖ, показывающих энантиоселективность в ГХ разделение легких молекул.

В то же время существуют другие классы ИЖ, которые показывают привлекательные свойства с точки зрения применения их в ГХ. Среди таких: пиридиниевые, пирролидиниевые, хинолиниевые, гуанидиниевые. Кроме того, показаны преимущества цианопропилзамещенных ИЖ. Показано, что в качестве анионов может использоваться не только NTf_2 , но и некоторые другие гидрофобные, такие как трифлат, тозилат, PF_6 .

Изученные ИЖ показывают полярности по Мак-Рейнольдсу от 59 до 111, а также разнообразие селективностей. Показаны преимущества применения ИЖ для задач связанных с метаболомикой, природных экстрактов и эфирных масел, нефтепродуктов, пластификаторов, диоксинов и других кислородсодержащих и ароматических соединений. ИЖ нашли применения также и в двумерной хроматографии, где их одновременно высокая полярность и термостабильность гарантирует применение для задач, которые ранее не могли быть решены двумерной хроматографией.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ ПРОБ ПРИ ИСП-МС И ИСП-АЭС АНАЛИЗЕ ВЕЩЕСТВ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Медведев Н.С.¹, Сапрыкин А.И.^{1,2}

¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

medvedev@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_14

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) – это высокоинформативные методы количественного химического анализа. Эти методы отличают многоэлементность, низкие пределы обнаружения аналитов и динамический диапазон 6-8 порядков величины.

Стандартный способ введения проб в ИСП при ИСП-МС и ИСП-АЭС анализе это пневматическое распыление растворов. Этот способ введения проб отличает простота использования, высокая стабильность аналитического сигнала и универсальность, однако он имеет ряд недостатков. К их числу относят малую эффективность использования анализируемого раствора (обычно составляет 1-2 %), необходимость существенного разбавления анализируемой пробы (как правило, более чем в 10^3 раз). Это приводит к снижению сигналов аналитов, возрастанию сигнала контрольного опыта, повышению вероятности внесения неконтролируемых загрязнений, что ухудшает пределы обнаружения и ограничивает возможности методов ИСП-МС и ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Электротермическое испарение (ЭТИ) – это альтернативный высокоэффективный способ введения проб в ИСП. Этот способ введения проб основан на испарении материала проб с резистивно нагреваемой подложки. При использовании ЭТИ не требуется разбавления пробы, для анализа достаточно 10-50 мкл образца. Целью работы была оценка аналитических возможностей методов ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС применительно к анализу веществ высокой чистоты.

Показаны преимущества и ограничения использования ЭТИ при анализе высокочистых кадмия, молибдена, вольфрама, оксида германия. Выбраны инструментальные параметры ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа. Изучено поступление аналитов и элементов основы проб в ИСП при различных программах нагрева ЭТИ. Для снижения спектральных влияний реализовано раздельное (фракционное) испарение основы проб и аналитов. Предложены способы прямого ЭТИ-ИСП-АЭС анализа твердых проб и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа с предварительным концентрированием примесей отгонкой основы проб. Проведена проверка правильности ЭТИ-ИСП-МС и ЭТИ-ИСП-АЭС анализа.

АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ГРАДУИРОВКИ

Николаева И.В., Палесский С.В., Козьменко О.А., Кравченко А.А.

ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск, Россия
inikol@igm.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_15

Массовое использование в практике геохимических исследований высокочувствительного метода – масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП) – позволяет существенно расширить возможности элементного анализа за счет одновременного определения почти всех химических элементов (изотопов) с диапазоном концентраций до 9 порядков в рамках одного измерения. При этом возникает необходимость развития новых оригинальных методик пробоподготовки геологических образцов, обеспечивающих полное переведение в раствор элементов с разными химическими свойствами, стабильность анализируемого раствора и максимальное снижение в нем содержания матричных элементов.

В работе проведено сравнение разных способов пробоподготовки геологических образцов для МС-ИСП анализа – открытое и микроволновое кислотное разложение, сплавление с метаборатом лития с переводением плава в раствор, а также использование для лазерной абляции (ЛА) готовых стекол после рентгено-флюоресцентного анализа (РФА) без дополнительной пробоподготовки. На основании полученных результатов сделан вывод о преимуществах и недостатках каждого способа пробоподготовки. Выбор наиболее оптимального подхода определяется как набором интересующих элементов, так и химико-минералогическими свойствами анализируемых образцов.

Многоэлементный анализ выполнен с учетом возможных спектральных наложений в необходимом для каждого изотопа разрешении (низком, среднем или высоком) на масс-спектрометре высокого разрешения ELEMENT Finnigan MAT как в растворах после разложения геологических образцов, так и в стёклах с помощью ЛА на установках с ультрафиолетовым лазером Nd:YAG (длина волны – 213 и 266 нм).

Для снижения погрешности элементного МС-ИСП анализа на стадии измерений изучена возможность использования для внешней градуировки разных градуировочных стандартов – многоэлементных эталонных растворов с добавлением и без добавления основных матричных элементов, искусственных стекол известного состава NIST-610-614 и стандартных геологических образцов, приготовленных аналогичным способом, что и анализируемые образцы, в сочетании с внутренним стандартом.

Применение для градуировки наиболее полно и точно аттестованных стандартных геологических образцов вместо эталонных растворов и синтетических стекол позволяет снизить матричное влияние при определении основных и примесных элементов в сложных геологических матрицах.

Правильность разработанных МС-ИСП методик подтверждена сравнением результатов, полученных для международных и отечественных стандартных образцов состава естественных горных пород с аттестованными (рекомендованными) величинами, а также сопоставлением результатов анализа природных образцов с данными независимых методов – РФА, РФА с синхротронным излучением и термоионизационной масс-спектрометрии.

Разработанные методики МС-ИСП и МС-ИСП с ЛА широко применяются в аналитической практике ЦКП многоэлементных и изотопных исследований СО РАН.

ИЗУЧЕНИЕ ГИДРОФИЛЬНЫХ И ГИДРОФОБНЫХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ МЕТОДОМ ТЕПЛОВИДЕНИЯ

Вайнер Б.Г.^{1,2}

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

boris-stmt@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_16

Взаимодействие твердой поверхности с молекулами воды критично для большого числа научных и технических приложений. Гидрофильность во многом определяется адсорбционной связью между водой и твердым телом. При этом на поведение такой гетерогенной системы существенно влияют адсорбированные монослои, расположенные в непосредственной близости от поверхностных атомов. Отсюда, в частности, следует взаимосвязь между свойствами гидрофильности и теплотой адсорбции водяного пара. Последнее делает привлекательным изучение гидрофильных и гидрофобных свойств поверхности с помощью современного тепловизионного метода, способного прецизионно анализировать на количественном уровне тепловые эффекты, возникающие при протекании сорбционных процессов [1-3].

Важное преимущество тепловидения нового поколения перед традиционными способами исследования гидрофильных (гидрофобных) свойств материалов (измерение краевого угла и др.) состоит в том, что данным методом можно изучать начальные стадии взаимодействия молекул воды с поверхностью [2], в том числе, быструю кинетику таких процессов (матричные тепловизоры способны работать с частотой кадров порядка $10^2 \div 10^3$ Гц). Широкое поле обзора камеры позволяет бесконтактным способом реализовать синхронный анализ целой группы (библиотеки) разнотипных образцов в одинаковых экспериментальных условиях (рис. 1), что существенно ускоряет сравнительные исследования и увеличивает достоверность результатов.

Способность современного тепловидения за доли секунды отражать в количественной форме особенности сорбционных явлений делает этот метод чрезвычайно полезным и уникальным при решении многих задач химической физики [3]. К примеру, ИК термографию можно успешно применить для изучения динамики гидрофобизации или, напротив, гидрофилизации поверхностей при адсорбции (хемосорбции) молекул веществ, ориентированных углеводородными цепями в окружающую среду или к твердому телу, соответственно.

В обзорном докладе приведены оригинальные результаты применения матричного тепловидения в задачах, связанных с изучением гидрофильных и гидрофобных свойств поверхности твердых тел разной природы, структуры и химического состава. Прецизионные сорбционные исследования, выполненные в автоматическом режиме, были реализованы с использованием специально созданного для этой цели уникального реактора.

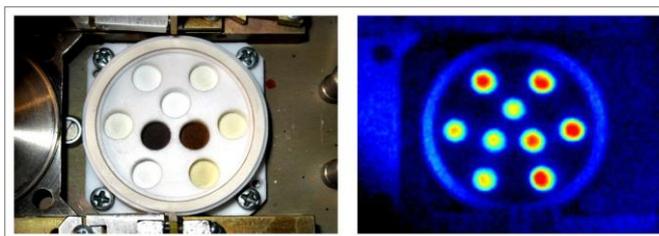


Рис.1. Установленная в реактор библиотека образцов (слева), собранная из 9 разнотипных высокодисперсных твердотельных структур, и ее термограмма (справа), измеренная на одном из этапов эксперимента.

Список литературы

1. B.G. Vainer, In: Measurement 2019, Proc. 12th Int. Conf., May 27-29, 2019, Smolenice, Slovakia. Bratislava: Institute of Measurement Science Slovak Academy of Sciences, p. 150–153 (2019).
2. B.G. Vainer, J. Phys. D: Appl. Phys., **41**, p. 065102 (2008).
3. B.G. Vainer, ChemPlusChem, **85**, p. 1438–1454 (2020).

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВЫЙ МИРОАНАЛИЗ НА ЭНЕРГО-ДИСПЕРСИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРАХ: ПРОБЛЕМЫ И РЕШЕНИЯ

Карманов Н.С.

ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск, Россия
krm@igm.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_17

Первый рентгеновский энерго-дисперсионный спектрометр (EDX или EDS) были установлен на электронно-зондовый микроанализатор в 1967 году (Fitzgerald et al, 1968), а годом позже – на сканирующий электронный микроскоп. Современные EDS характеризуются высокой чувствительностью, что позволяет работать с низкими токами электронного пучка (1 нА и менее), а также чрезвычайно стабильными техническими характеристиками. В большинстве случаев EDS устанавливаются на электронные сканирующие микроскопы (SEM), и позволяют выполнять электронно-зондовый микроанализ (EPMA) с высокой производительностью. К сожалению, SEMs характеризуются довольно низкой стабильностью тока электронного пучка по сравнению электронно-зондовыми микроанализаторами, так как микроскопы часто не оборудованы системами измерения и стабилизации тока электронного пучка. Кроме того, на качество анализа сказывается, хотя и в меньшей степени, геометрический фактор, так как, строго говоря, в SEM-EDS анализ выполняется при «косом» падении пучка электронов на образец, при переменном телесном угле сбора рентгеновского излучения и при переменном угле отбора рентгеновского излучения. Масла в огонь добавляет и то, что некоторые фирмы-производители EDS не должным образом обрабатывают энерго-дисперсионные спектры. Вследствие перечисленных причин считается, что микроанализ с применением SEM-EDS уступает по точности классическому EPMA с применением волновых дисперсионных спектрометров (WDS), а результаты анализа SEM-EDS часто нормализуют к 100% и считают их полуколичественными или качественными. Дополнительным осложнением для EPMA EDS является его кажущаяся простота, когда результаты анализа можно получить без каких-либо особых усилий со стороны аналитика, что провоцирует нарушение элементарных требований при количественном электронно-зондовом микроанализе с соответствующим результатом.

Однако, при соблюдении определенных условий, достаточно простых и не более жестких, чем в микроанализе с применением WDS, в EPMA EDS можно получать метрологические характеристики, типичные для EPMA WDS [2, 3, 4]. Из этих условий необходимо отметить требования к образцу, он должен быть полированный, токопроводящий или иметь токопроводящее покрытие. Ток пучка при анализе должен быть стабильным, а угол отбора излучения, телесный угол сбора излучения и угол падения электронов на образец должны соответствовать номинальным значениям. Алгоритмы обработки спектра должны осуществлять дековолюцию спектра с учётом артефактов регистрации – асимметрии спектральных линий, пиков потерь и пиков суммирования. При анализе должны использоваться современные алгоритмы учёта матричных эффектов, а образцы сравнения должны иметь состав, адекватный составу исследуемых объектов.

Список литературы

1. Fitzgerald R., Keil K., Heinrich K.F.J., Science 1968; 159, 528-529.
2. Reed S.J.B., Ware N.G., J. Petrol. 1975; 16, 499–519.
3. Newbury D.E., Ritchie N.W.M., Scanning 2013; 35, 141–168.
4. Лаврентьев Ю.Г., Карманов Н.С., Усова Л.В., Геология и геофизика 2015; 56, 1473-1482.

КОМПЛЕКСНЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ПРОЦЕССОВ ДОБЫЧИ И ПЕРЕРАБОТКИ УГЛЕЙ КУЗБАССА НА ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

Журавлева Н.В.^{1,2}, Исмагилов З.Р.³

¹АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

²ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет», Новокузнецк, Россия

³Федеральный исследовательский центр угля и углехимии СО РАН, Кемерово, Россия
zhuravleva_nv@zsic.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_18

Особенности экологической обстановки в Кузбассе обусловлены высокой техногенной нагрузкой на территорию, связанной преимущественно с функционированием предприятий по добыче и переработке углей. Ужесточение экологических требований обязывает промышленные предприятия осуществлять сложный комплекс природоохранных мероприятий, выполнение которых должно обеспечиваться высококачественным экологическим управлением на предприятиях и государственным экологическим контролем и надзором. Такой подход предполагает наличие научно-обоснованного информационного и методического обеспечения методов оценки влияния добычи и переработки углей Кузнецкого угольного бассейна на экологическое состояние природной среды. В данной лекции представлен обзор разработок и использования широкой группы аналитических методов исследований углей, продуктов их переработки и в целом объектов окружающей среды региона.

Методы элементного анализа (атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционная спектроскопия и др.) использованы в исследовании отходов добычи и переработки углей с определением валовых, подвижных и водорастворимых форм токсичных элементов. Показано, что золошлаковые отходы при контакте с водой являются источником токсичных элементов (ванадия, молибдена, мышьяка, никеля, цинка, марганца и хрома) в грунтовых водах на территории золошлаковых отвалов и вблизи расположенных природных водоисточников.

Газохроматографический анализ простых газов (He , H_2 , CO , CO_2 , N_2 , O_2), а также метана и других углеводородов в пробах газа, извлеченного из угольных кернов, использован при изучении природной газоносности угольных пластов и источников эмиссии парниковых газов в атмосферу. Состав газа зависит от угольного месторождения, глубины отбора угольного керна и от этапа дегазации керна. Тяжелые углеводороды, как правило, отсутствуют в газе, свободно выделившемся из угольного керна, и обнаруживаются в процессе принудительной дегазации (под вакуумом и при нагревании), дроблении угольной пробы, что говорит об их генетической связи с углем.

Лазерная дифрактометрия в комбинации с ситовым анализом дает важную информацию о гранулометрическом составе частиц в диапазоне от 80 нм до 100 мкм в промышленных выбросах в атмосферу, сточных водах и отходах. Показано, что в кеках угольных обогатительных фабрик содержатся частицы с размерами от 1,2 до 25 мкм.

Методы высокоэффективной жидкостной хроматографии и хроматомасс-спектрометрии разработаны для определения приоритетных соединений класса полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в углях Кузбасса, в почвах, грунтах, промышленных отходах, сточных водах. Показано, что содержание фенантрена в каменных углях различных марок находится в диапазоне от 14,3 до 204,2 мг/кг и данное соединение является удобным маркером для оценки уровня нагрузки на объекты окружающей среды соединениями класса ПАУ.

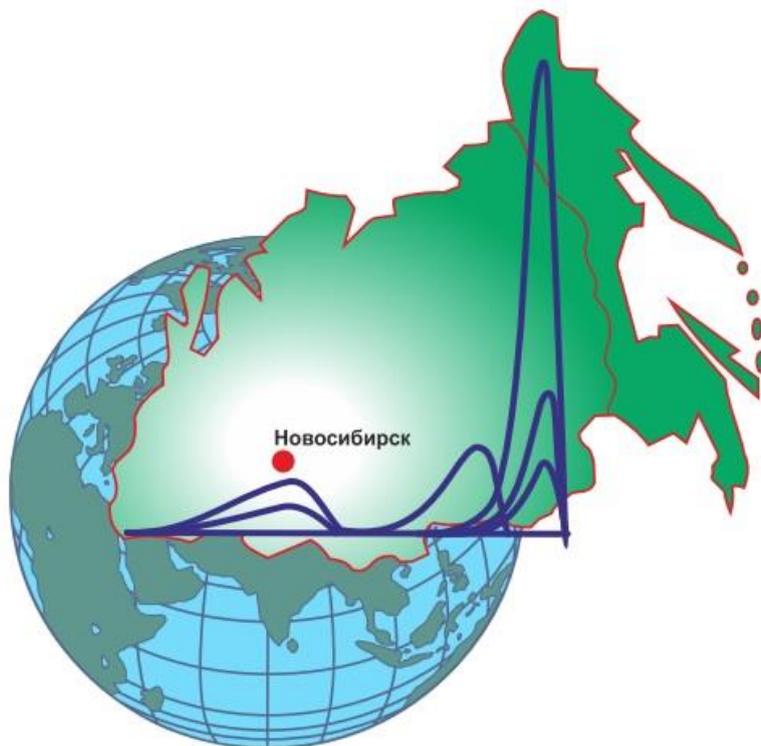
Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Департамента образования и науки Кемеровской области в рамках научного проекта № 20-45-420020/20.



УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

СЕКЦИЯ I

МЕТОДЫ АТОМНО- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА



**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ В ТВЕРДОМ ТОПЛИВЕ
МЕТОДОМ АЭС-ИСП**

Ефремова С.Ю., Старыгина А.Ю.

АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

*efremova_sy@zsic.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_19**

Разработаны методики определения фосфора, галлия, токсичных элементов (ртути, мышьяка, селена) в твердом топливе и продуктах его переработки с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). Информация о содержании вышеперечисленных элементов важна для оценки возможного сырьевого источника промышленной добычи (галлий), в производстве коксующихся углей (фосфор), при оценке экологической безопасности (ртуть, мышьяк, селен).

Для определения фосфора и галлия в угле навеску массой 1,0 г помещали в муфель. Озоление пробы проводили при температуре 500-600 °С в течении 1,5–2 часов. Далее золу количественно переносили в полипропиленовую пробирку вместимостью 55 мл и растворяли в смеси концентрированных кислот при температуре 110°С в системе HotBlock. В полученный раствор в качестве внутреннего стандарта вводили индий. Конечный объем раствора составлял 50 см³. Содержание фосфора и галлия определяли на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы. Методика позволяет определять в твердом топливе фосфор в диапазоне от 0,002 до 0,2 %, галлий от 1,0 до 100,0 г/т. Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36082.

Для определения ртути в угле навеску массой 0,5 г помещали в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 мл, добавляли 2,5 мл концентрированной азотной кислоты, закрывали крышкой и нагревали при температуре 90° С в течение часа в системе HotBlock. Далее добавляли 2 мл концентрированной соляной кислоты, выдерживали 1 час без нагревания при комнатной температуре, разбавляли водой до 50 мл и перемешивали. Полученный раствор анализировали на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы с использованием гидридной приставки. В качестве восстановителя использовали хлорид олова. Методика распространяется на следующие объекты: твердое минеральное топливо и продукты его переработки, почвы, отходы, минеральное сырье и позволяет определить ртуть в диапазоне содержаний от 0,02 г/т до 200 г/т. Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36085.

В АО «ЗСИЦентр» была усовершенствована методика определения мышьяка и селена. Навеску угля массой 1,0 г спекали со смесью Эшка при температуре 850°С в течении 6-8 часов, помещали в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 мл, добавляли 25 мл соляной кислоты концентрацией 1:1 и нагревали при температуре 80 °С в течении 15-20 мин в системе HotBlock. Конечный объем раствора составлял 50 см³. Раствор анализировали на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы с использованием гидридной приставки. В качестве восстановителя использовался 1,5 % раствор боргидрида натрия.

Для набора статистики использовали рабочие пробы с различным содержанием определяемых элементов, стандартные образцы. Для построения градуировочных графиков использовали аттестованные смеси, водные растворы ГСО определяемых элементов, прошедших пробоподготовку в условиях, аналогичных проведению анализа.

**ОПТИЧЕСКАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ С АНАЛИЗАТОРАМИ МАЭС
НА ОСНОВЕ НОВЫХ ЛИНЕЕК ФОТОДЕТЕКТОРОВ**Лабусов В.А.^{1,2,3}, Бехтерев А.В.¹, Зарубин И.А.^{1,2}¹ООО «ВМК-Оптоэлектроника», Новосибирск, Россия²ФГБУН Институт автоматики и электрометрии СО РАН, Новосибирск, Россия³Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия

labusov@vmk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_20

Одно из основных направлений повышения качества результатов аналитических исследований – повышение информативности регистрируемых оптических спектров (за счет увеличения их временной и спектральной разрешающих способностей, динамического диапазона и чувствительности) и усложнение их математической обработки. Спектральные приборы с анализаторами МАЭС на основе новых линеек фотодетекторов, выполненные по схеме Пашена-Рунге, проводят высокоскоростную высокочувствительную одновременную регистрации спектров во всём рабочем спектральном диапазоне с получением в процессе анализа образца последовательности спектров до 90 000 отчётов по длине волны и 20 000 – по времени, математическая обработка которой позволяет существенно улучшить результаты химического анализа.

Новые линейки фотодетекторов характеризуются: БЛПП-2000 (ПЗС с обратной засветкой, 2048 фотоячеек высотой 1 мм, расположенных с шагом 14 мкм) – высокой чувствительностью, БЛПП-4000 (КМОП, 4096 фотоячеек высотой 0,2 мм, с шагом 7 мкм) – высокой пространственной разрешающей способностью. На основе анализаторов МАЭС со сборками новых линеек фотодетекторов созданы следующие оптические спектрометры:

Спектрометры «Гранд-Глобула» и «Экспресс» с дуговым и искровым разрядом для атомно-эмиссионного анализа порошков методом испарения из канала графитового электрода, а также металлов.

Спектрометр «Гранд-Поток» с дуговым разрядом для атомно-эмиссионного экспресс-анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток», в том числе методом сцинтилляционного атомно-эмиссионного анализа для снижения пределов определения драгоценных металлов [1].

Вакуумный спектрометр «Гранд-Эксперт» с искровым разрядом для экспресс-анализа металлов с одновременным определением неметаллических включений [2].

Спектрометр с азотной микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ» для атомно-эмиссионного анализа жидкостей [3].

Атомно-абсорбционный спектрометр «Гранд-ААС» с источником непрерывного спектра и электротермическим атомизатором для одновременного определения элементов в жидкости [4].

Список литературы

1. Дзюба А.А., Лабусов В.А., Бабин С.А. Анализаторы МАЭС с линейками фотодетекторов БЛПП-2000 и БЛПП-4000 в сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектрометрии // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 1. С. 35-42.
2. Бокк, Д. Н., Лабусов В. А. Определение неметаллических включений в металлических сплавах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с искровым возбуждением (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. - 2018. - т. 84, № 12. - С. 5-19.
3. Пелипасов О.В., Лабусов В.А., Путьмаков А.Н. Атомно-эмиссионный спектрометр с азотной микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ» // Аналитика. – 2020. – Т. 10, № 2. – С. 140–146.
4. Лабусов В.А., Болдова С.С., Селюнин Д.О., Скоробогатов Д.Н., Саушкин М.С., Зарубин И.А., Бокк Д.Н., Семенов З.В., Неклюдов О.А., Ващенко П.В. Атомно-абсорбционный спектрометр высокого разрешения для одновременного многоэлементного анализа // Аналитика и контроль. 2018. Т. 22, № 4. С. 451-457.

КОМПЛЕКС АЭС ИСП МЕТОДИК ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКИХ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТОМ ГЕРМАНИИ И ЕГО ОКСИДЕГусельникова Т.Я.^{1,2}, Цыганкова А.Р.^{1,2}¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

tguselnikova@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_21

Фактором, ограничивающим область применения германия и его оксида, является примесный состав. Как правило, методики количественного химического анализа направлены на определение распространенных примесей (Co, Cu, Fe, Ni, и т.д.). Определению редких примесей уделяется недостаточно внимания. Под редкими примесями будем понимать: лантаноиды (включая Sc и Y), металлы платиновой группы (МПП), I, S, Th, Tl и U.

Целью работы стало создание комплекса АЭС ИСП методик, включающий методику одновременного определения редких примесей без применения трудоемкой процедуры предварительного концентрирования – инструментальную, и комбинированную, сочетающую отгонку германия упариванием после химического разложения.

Инструментальную методику АЭС ИСП анализа разрабатывали для определения редкоземельных элементов (РЗЭ, кроме Pm), МПП (кроме Os), I, S, Th, Tl и U. Концентрация германия в анализируемых растворах 30 мг/мл. Выбрали аналитические линии для 26 элементов. Так как в анализируемых растворах присутствует значительное количество матричного компонента, то проявляются несектральные матричные влияния. Для учета изменений интенсивности аналитических линий примесей и снижения погрешности анализа применили метод внутреннего стандарта (ВС). Для корректировки значений найденных концентраций РЗЭ, МПП и I рассматривали линии Be (313.107 и 234.861 нм). Для примесей Th, Tl, U ВС выбирали из линий Dy и Gd. Подходящие линии ВС выбирали таким образом чтобы отсутствовали спектральные наложения. Методом стандартных добавок определили линии, для которых отсутствует систематическая погрешность. Линию Be 234.861 нм выбрали для корректировки значений РЗЭ, МПП, I; Dy 353.170 нм для Th, Tl и U; определение S возможно без использования ВС.

Для снижения пределов обнаружения (ПО) аналитов и устранения мешающего влияния германия осуществили отгонку основы в виде GeCl₄ упариванием с применением твердотельного термостата. Методику с предварительным отделением матрицы разрабатывали для определения МПП (кроме Os), I, S, Tl, Th и U. Для 10 аналитов были выбраны 11 аналитических линий. При отгонке основы проб происходят неконтролируемые потери I, поэтому аналит исключили из списка определяемых.

Правильность разработанных методик оценили методом «введено-найдено». Сравнение полученных значений по t-критерию, показало отсутствие систематической погрешности и не выявило значимых расхождений у большинства аналитов, что свидетельствует о принадлежности значений к одной генеральной совокупности. Расхождение выявлено у Gd, поэтому его исключили из списка определяемых примесей.

ПО для Ce, Dy, Er, Eu, Ho, I, Ir, La, Lu, Nd, Pd, Pr, Pt, Rh, Ru, S, Sc, Sm, Tb, Tl, Th, Tm, U, Y и Yb в инструментальной методике находятся в интервале от $n \times 10^{-6}$ до $n \times 10^{-5}$ % мас; комбинированной $n \times 10^{-7}$ до $n \times 10^{-6}$ % мас для Ir, Pd, Pt, Rh, Ru, S, Th, Tl и U.

Внутрилабораторная прецизионность в выбранных условиях не превышает 20 %.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИИХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.

**АНАЛИЗ КОНЦЕНТРАТОВ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ МАРКИ КМСП И КПП
МЕТОДОМ АЭС-ИСП**Коротков В.А.¹, Пославская Е.С.¹, Бухбиндер Г.Л.², Никишина С.И.¹, Лисаков Ю.Н.¹¹ООО «Институт Гипроникель», Санкт-Петербург, Россия²Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия*korotkovva@nornik.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_22**

В настоящее время определение драгоценных металлов (ДМ) в концентратах металлов спутников платины (КМСП) и концентратах платино-палладиевых (КПП) производства АО «Кольская ГМК» выполняют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). При этом палладий в КПП определяют гравиметрическим методом. Определение ДМ занимает очень много времени. Кроме многочасового гравиметрического определения палладия, достаточно большое количество времени уходит на перевод элементов в раствор. Проблема растворения КМСП и КПП решена следующим, достаточно традиционным, образом: навеску концентрата растворяют в царской водке (ЦВ), и получившийся достаточно большой осадок неоднократно сплавляют с Na_2O_2 . Такая схема не эффективна, так как металлы спутники платины (Rh, Ru, Ir), как известно, не растворяются или частично растворяются в ЦВ. Сложность растворения КПП вызвана высоким содержанием SiO_2 , который не растворяется в отсутствии плавиковой кислоты.

Настоящая работа посвящена разработке нового более эффективного и экспрессного способа разложения концентратов КМСП и КПП, а также реализации способа ограничивающих стандартов, чтобы определять все компоненты концентратов с использованием АЭС-ИСП и достичь точности определения палладия в КПП не хуже, чем гравиметрическим методом. Для растворения концентратов использовали систему HotBox в комплекте с фторопластовыми автоклавами в защитном кожухе, рассчитанными на работу при давлении до 40 атм. Навеску концентрата массой 0,25 г растворяли в смеси HCl , H_2O_2 и HF при температуре 180°C в течение 2 часов. Предложенная кислотная смесь более эффективна, чем ЦВ. Во-первых, она позволяет перевести в раствор более 99% ДМ, присутствующих в образцах КМСП и полностью концентраты КПП. Во-вторых, для проб, содержащих оксид палладия, не требуется предварительная обработка муравьиной кислотой или другим восстановителем, так как оксид палладия не растворяется в ЦВ. Большую эффективность предлагаемой смеси можно объяснить тем, что ДМ лучше растворяются в присутствии активного хлора, который образуется в результате реакции между HCl и H_2O_2 . Применение в смеси HF позволяет перевести в раствор все соединения кремния, присутствующие в образцах. Остающийся после автоклавного растворения осадок сплавляли однократно с небольшим количеством Na_2O_2 . Основная часть ДМ (99% в случае КМСП и 100% в случае КПП) находится в растворах после разложения образцов в автоклавах. Эти растворы анализировали способом ограничивающих стандартов, и контролировали добавление аликвотной части раствора внутреннего стандарта кадмия на весах. Такой подход позволил исключить из общей погрешности анализа погрешность пипетки, которой добавляют внутренний стандарт, а также погрешность мерной колбы, в которой проводят доведение объема раствора до метки. Определение ДМ в растворах после сплавления с Na_2O_2 выполняли методом АЭС-ИСП с системой автоматического добавления внутреннего стандарта – кадмия. Полученные результаты, в случае КМСП, суммировали с результатами после кислотного разложения.

Точность разработанной методики, не хуже используемой в настоящее время, однако значительно сократилось время выполнения анализа, появилась возможность отказаться от гравиметрического определения Pd.

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ ДВУХАТОМНЫХ МОЛЕКУЛ ПРИ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГАЛОГЕНОВ И СЕРЫЗайцева П.В.^{1,2}, Пупышев А.А.^{1,2}¹ФГБУН Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург, Россия²ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,

Екатеринбург, Россия

zaitcevapolina@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_23

Определение галогенов и серы методом атомной абсорбции было практически невозможным до создания атомно-абсорбционных спектрометров высокого разрешения с непрерывным источником спектра, позволившим уверенно регистрировать спектры поглощения их двухатомных молекул в традиционных атомизаторах. Экспериментальное аналитическое применение молекулярно-абсорбционного анализа требует в этом случае знания механизма образования таких молекул и возможности управления ими с целью повышения чувствительности и точности анализа.

Для решения этих задач нами разработан алгоритм термодинамического моделирования (ТДМ) термохимических процессов, протекающих в графитовой печи при образовании двухатомных молекул галогенов [1]. Разработанный алгоритм ТДМ позволяет рассчитывать полный химический состав термодинамических подсистем на каждой стадии температурно-временной программы нагрева графитовой печи (высушивание пробы, пиролиз, испарение и образования молекулярного соединения), находить расчетные оценки оптимальных условий их реализации (температуры стадий, исходный химический состав), определять возможные виды матричных неспектральных помех и др.

С помощью программного комплекса HSC 6.1 с собственным банком термодинамических данных и в соответствии с разработанным алгоритмом ТДМ изучены термохимические процессы образования двухатомных фтор- (CaF, BaF, AlF, GaF), хлор- (InCl, SrCl и др.), йод- (SrI, BaI, CaI и др.) и серосодержащих (SnS, GeS, CS и др.) молекул в графитовой печи. Правильность моделирования подтверждена совпадением экспериментальных и теоретических кривых пиролиза и образования двухатомных галогенсодержащих молекул в аналитической зоне графитовой печи.

Результаты моделирования полезны для выбора химического агента, температурно-временной программы, химического модификатора, повышения чувствительности и точности электротермического молекулярно-абсорбционного определения галогенов и серы.

Список литературы

1. Зайцева П.В. Изучение термохимических процессов атомизации элементов и образования молекул в традиционных атомизаторах (на примере рения, фтора и хлора): дис. ... канд. хим. наук: 02.00.02 / Зайцева Полина Владимировна. – Екатеринбург, 2016. – 180 с.

Работа выполнена по Государственному заданию ИМЕТ УрО РАН в рамках Программы фундаментальных исследований государственных академий.

**АТОМНО-ЭМИССИОННЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ
«ГРАНД-ИСП» И «ГРАНД-СВЧ» ДЛЯ АНАЛИЗА РАСТВОРОВ**
Пелипасов О. В.^{1,2}, Лабусов В.А.^{1,2}, Саушкин М.С.^{1,2}, Скоробогатов Д.Н.¹,
Семёнов З.В.^{1,2}, Пелевина Н.Г.³

¹ООО «ВМК-Оптоэлектроника», Новосибирск, Россия

²ФГБУН Институт автоматики и электрометрии СО РАН, Новосибирск, Россия

³Филиал РГП «НЦ КПМС РК» «ВНИИцветмет», Усть-Каменогорск, Казахстан
pelipasov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_24

Индуктивно-связанная и микроволновая плазмы широко используются в лабораториях на протяжении уже 60 лет в качестве источников возбуждения спектров для атомно-эмиссионной спектроскопии и источников ионов в масс-спектрометрии. Для анализа растворов специалистами предприятия «ВМК-Оптоэлектроника» совместно с Институтом автоматики и электрометрии созданы атомно-эмиссионные спектрометры с аргоновой индуктивно-связанной плазмой «Гранд-ИСП» и азотной микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ».

Для получения аргоновой индуктивно-связанной плазмы разработан высокочастотный генератор со стабилизацией мощности до 2000 Вт, работающий на частоте 40.68 МГц. Для получения азотной микроволновой плазмы разработан источник возбуждения спектров на основе цилиндрического СВЧ (2450 МГц) резонатора с установленным внутри диэлектрическим элементом. Регистрация спектров в спектрометрах «Гранд-ИСП» и «Гранд-СВЧ» осуществляется спектральным прибором «Гранд-2», содержащем два полихроматора, построенные по схеме Пашена-Рунге. Рабочий спектральный диапазон прибора составляет от 190 до 780 нм, разрешение – 10 пм в области 190-350 нм (первый полихроматор) и 30 пм в области 350-780 нм (второй полихроматор). Спектры регистрируются анализатором МАЭС с линейками фотодетекторов БЛПП-2000. Для регистрации спектров вакуумного ультрафиолета в спектрометре «Гранд-ИСП» доступно расширение спектрального диапазона до 140 нм.

По полученным аналитическим характеристикам спектрометры «Гранд-ИСП» и «Гранд-СВЧ» не уступают своим зарубежным аналогам. Основные характеристики приведены в таблице.

Параметр	Гранд-ИСП	Гранд-СВЧ
Мощность, Вт	600-2000	900-1400
Поток газа, л/мин – охлаждающий – промежуточный – распылителя	0 – 25, шаг 0,5 0 – 1, шаг 0,05 0 – 1, шаг 0,05	
Обзор плазмы	Аксиальный/ радиальный	Аксиальный
Время измерения одной параллельной, сек	3–10	
Технология увеличения диапазона линейности	+	
Базовая экспозиция многоканального детектора, мс	От 1 до 1000	
Спектральный диапазон, нм	190-780 (140-780)	190-780
Диапазон линейности, порядков	5-7	3-5
Типичные пределы обнаружения, мкг/л	<0.1	5-1
Максимальная минерализация пробы, % мас	30	10

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АЭС-ИСП С ГРАДУИРОВКОЙ ПО ОТНОШЕНИЯМ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДЛЯ АНАЛИЗА ГЕОЛОГИЧЕСКИХ И ТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, РУД И КОНЦЕНТРАТОВ

Каримова Т.А.¹, Бухбиндер Г.Л.², Качин С.В.¹

¹Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия
malaeva.tatyana@bk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_25

Градуировка по отношениям концентраций обладает значительным потенциалом повышения точности результатов анализа геологических материалов с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Для подготовки образцов к анализу предложены 2 схемы: разложение в смеси кислот HCl, HNO₃, HF (и H₃BO₃) и сплавление с LiOH. Растворение в смеси кислот осуществляли в системе подготовки проб HotBlock 200, оснащенной тефлоновыми пробирками-автоклавами вместимостью 55 см³. Сплавление образцов с LiOH выполняли в серебряных тиглях при температуре 670-820°C. Такой прием обеспечивает полный перевод в раствор соляной кислоты геологических материалов, руд, концентратов, огнеупоров и других технических материалов. Для градуировки спектрометра iCAP 7400 Duo использовали ГСО состава горных пород и руд, оксиды кальция и кремния, карбонильное железо.

Для анализа образцов железорудного сырья при расчете содержаний компонентов предложены формулы 1 – для учета кислорода, необходимого для окисления закиси железа в оксид железа, и 2, так как железо представлено в виде суммы FeO и Fe₂O₃:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{Fe_2O_3изм}} + \frac{C_{CaO}}{C_{Fe_2O_3изм}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{Fe_2O_3изм}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.} + 0,111 \cdot C_{FeO}}{C_{Fe_2O_3изм}} - 1 \quad (1)$$

$$C_{Fe_2O_3пр} = (C_{Fe_2O_3изм} \cdot 0,6994 - C_{FeO} \cdot 0,7773) \cdot 1,4299 \quad (2)$$

где $C_{Fe_2O_3пр}$ – содержание оксида железа (III) в пробе, $C_{Fe_2O_3изм}$ – общее содержание железа в виде оксида железа (III), измеренное на спектрометре, C_{FeO} – содержание оксида железа (II), определенное титриметрически.

При анализе геологических материалов с содержанием SiO₂ более 20% предложена формула для расчета содержаний компонентов:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{SiO_2}} + \frac{C_{CaO}}{C_{SiO_2}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{SiO_2}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{SiO_2}} - 1 \quad (3)$$

Для анализа образцов, содержащих менее 20% SiO₂ и более 20% CaO в качестве основного компонента рассмотрена возможность использования оксида кальция. В этом случае для расчета содержаний элементов предложена формула:

$$\frac{C_{Al_2O_3}}{C_{CaO}} + \frac{C_{Fe_2O_3}}{C_{CaO}} + \dots + \frac{C_{ZrO_2}}{C_{CaO}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{CaO}} - 1 \quad (4)$$

Выполнено сравнение повторяемости и промежуточной прецизионности при использовании градуировки по отношениям концентраций, в абсолютных интенсивностях и с использованием внутреннего стандарта. Градуировка в относительных концентрациях обеспечивает лучшие метрологические характеристики по сравнению с другими вариантами градуировки геологических материалов. Основными факторами такого улучшения являются: исключение погрешности калибровки мерной посуды и погрешности взвешивания навесок анализируемых материалов из суммарной погрешности анализа; измерение больших значений интенсивностей элемента основы; более высокая точность измерения отношения интенсивностей по сравнению с измерением абсолютных интенсивностей.

**МНОГОМЕРНАЯ ОБРАБОТКА АНАЛИТИЧЕСКИХ СИГНАЛОВ –
ПОЛЬЗА ИЛИ ЛИШНИЕ ХЛОПОТЫ?**

Шабанова Е.В., Васильева И.Е.

ФБГУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия
*shev@igc.irk.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_26**

Современное разнообразие аналитических методов поражает, однако до сих пор ни один из них не способен одновременно решать все три основные задачи аналитической химии – определение состава, структуры и свойств изучаемых веществ, хотя последние достижения в области инструментальной аналитической химии связаны с разработкой приборов, регистрирующих множество аналитических сигналов и использующих разнообразные способы обработки информации.

Развитие приборов для некоторых спектральных методов анализ приблизило нас к одновременному определению элементного и вещественного состава образцов (например, варианты сканционная атомно-эмиссионной спектроскопии), что, в свою очередь, привело к необходимости использования прогрессивных математических приёмов для проектирования экспериментов и анализа большого объёма получаемых данных. Всё чаще аналитики используют в своей практике многомерные математические приёмы как для выбора спектральных линий, выделения полезных аналитических сигналов и оптимизации градуировочной процедуры, так и для контроля качества результатов анализа [1]. При этом остаются открытыми вопросы о необходимости применения таких математических приёмов, и определении круга аналитических задач, для которых они наиболее эффективны.

Наибольший интерес многомерные подходы представляют для наук о Земле и жизни, т.к. большинство исследований основано на измерении химического состава сложных природных органоминеральных веществ и характеристики их составов, от которых напрямую зависят потребительские свойства. Природные объекты по своей природе многомерны, поэтому для их изучения и аналитического контроля требуется привлекать несколько методов анализа и одномерные приёмы обработки не всегда обеспечивают оптимальные решения [2, 3] при значительных финансовых затратах. Специальные математические приёмы обработки аналитических сигналов объективно снижают затраты при улучшении точности и увеличении объёма полезной информации. Однако при выборе математических методов и условий их применения необходимо учитывать "подводные камни" (специфику) каждого метода химического анализа.

В докладе на примере метода атомно-эмиссионной спектроскопии, традиционно используемого в экологических и геологических исследованиях для одновременного определения элементного и вещественного составов [4], показана эффективность применения многомерных математических методов обработки данных, полученных в дуговом разряде, лазере, пламени и индуктивно-связанной плазме при разных способах пробоподготовки, для учёта спектральных и матричных влияний.

Список литературы

1. Oliveira A.F., Gonzalez M.H., Nogueira A.R.A. Use of multiple lines for improving accuracy, minimizing systematic errors from spectral interferences, and reducing matrix effects in MIP OES measurements // *J. Microchem.* 2018 Dec. V. 143. P. 326.
2. Налимов В.В. Теория эксперимента. М.: Наука, 1971. 270 с.
3. Нопке Р.К. The evolution of chemometrics // *Analyt. Chimica Acta.* 2003. V. 500. №. 1–2. P. 365.
4. Vasil'eva I.E., Shabanova E.V., Goryacheva, E.M., Sotskaya, O.T., Labusov, V.A., Nekludov, O.A., Dzyuba, A.A. Noble metals in black shales of the Sukhoi Log gold deposit (East Siberia): evidence from scintillation arc atomic-emission spectrometry // *Russian Geology and Geophysics.* 2018. V. 59. №.8. P. 997.

**МАТРИЧНЫЕ ВЛИЯНИЯ В АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ
С МИКРОВОЛНОВОЙ АЗОТНОЙ ПЛАЗМОЙ**Полякова Е.В.^{1,2}¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

e_polyak@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_27

Появившиеся в последнее десятилетие на рынке аналитического оборудования АЭС-спектрометры с азотной микроволновой плазмой атмосферного давления становятся все более востребованными. Замена высокочистого аргона азотом, получаемым из воздуха или другого источника существенно снижает эксплуатационные расходы. Температура азотной микроволновой плазмы составляет 5000-5500°K, что ниже, чем у повсеместно распространенной индуктивно-связанной. Это обстоятельство в сочетании с молекулярным характером плазмообразующего газа является причиной более выраженных матричных эффектов в МП. Для успешного использования метода необходимо уметь предсказывать возможное наличие матричных эффектов и учитывать их при планировании процедуры анализа.

Работа выполнена на АЭС МП спектрометре Agilent 4100 MP-AES, для получения азота использовали генератор азота 4107 Nitrogen Generator (Agilent Technologies).

При изучении влияния концентрации и природы кислоты на аналитические сигналы (АС) элементов показано, что АС элементов постоянны при концентрации азотной и соляной кислот до 0,5М (для РЗЭ до 0,9М), далее аналитические сигналы значительно снижаются. Для некоторых элементов (В, Cd, Fe, Mn, Ga, Si, Ti, Tb, Tm, Yb, Lu) сигналы увеличиваются с увеличением концентрации соляной кислоты. Таким образом, необходимо строго соблюдать одинаковые условия по концентрации и природе кислоты в пробах и градуировочных растворах.

Наибольший интерес представляет информация о влиянии матричных элементов (МЭ) на аналитические сигналы элементов-примесей. В качестве матричных были выбраны элементы с потенциалами ионизации в диапазоне 5,7-10,3 эВ (P - 10.48, Zn - 9.391, Cd - 8.991, Cu - 7.724, Pb - 7.415, Bi - 7.287, Ga - 6.00 eV, In - 5.728 эВ), концентрацию МЭ варьировали в диапазоне 0-1% мас. Показано, что МЭ с $E_{\text{ион}} > 8$ эВ не оказывают выраженного изменения АС аналитов. Остальные МЭ влияют на сигналы примесей тем сильнее, чем меньше их $E_{\text{ион}}$. При этом наблюдаемый матричный эффект может быть как положительным (увеличение сигнала), так и отрицательным (снижение интенсивности сигнала). Для атомных аналитических линий с $E_{\text{возб}} < 4.6-5.0$ эВ сигналы усиливаются, а для линий с $E_{\text{возб}} > 5$ эВ напротив, снижаются. Аналогичная картина наблюдается для ионных линий. Таким образом, для анализа целесообразно выбирать аналитические линии со средними значениями $E_{\text{возб}}$, для которых матричный эффект менее выражен, если их интенсивность позволяет достичь требуемого предела обнаружения.

Для оценки присутствия матричного эффекта предложено использовать изменение соотношения интенсивностей линий Mg(II)/Mg(I) или N_2^+/N_2 . Изменение этих параметров коррелирует с $E_{\text{ион}}$ матричного элемента и проявляется одновременно со значимым изменением аналитических сигналов элементов-примесей.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИИХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В НИКЕЛЕ МЕТОДАМИ АЭС-ИСП И МС-ИСППославская Е.С.¹, Бухбиндер Г.Л.², Коротков В.А.¹, Лисаков Ю.Н.¹¹ООО «Институт Гипроникель», Санкт-Петербург, Россия²Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия
*poslavskayaes@normik.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_28**

Существующие стандартизованные методы определения примесей в никеле – ГОСТ 6012, ГОСТ 13047, не соответствуют современным требованиям, предъявляемым к содержанию примесей в этом металле как по нижним границам определяемых содержаний, так и по списку определяемых элементов. ГОСТ 13047 составляют одноэлементные методы анализа, которые являются трудоемкими и длительными, связаны с большим расходом химических реактивов и с субъективной оценкой полноты осуществляемых химических операций. Химико-атомно-спектральные методики анализа никеля с использованием дуги постоянно тока в качестве источника возбуждения спектра являются многоэлементными, однако не позволяют определять Bi, Pb, S, Tl, Sb, Sn и другие примеси, регламентированные нормативно-технической документацией. Во всех стандартизованных методах используется морально устаревший принцип растворения проб в стеклянных стаканах на нагревательных плитах, что приводит к значительному загрязнению анализируемых растворов распространенными элементами, большому расходу кислот, значительному загрязнению воздуха рабочей зоны и в лабораторном помещении, повышенной нагрузке на вентиляционную систему.

В настоящей работе разработан метод анализа никеля с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП).

Растворение никеля проводили в смеси кислот в закрытых тefлоновых пробирках в нагревательных системах типа HotBlock при температуре 130 °С. Такой прием позволил сократить в 2 раза, по сравнению со стандартизованными методиками, потребление кислот – до 5 см³ HNO₃ и 4 см³ HCl на одну навеску образца массой 2,5 г.

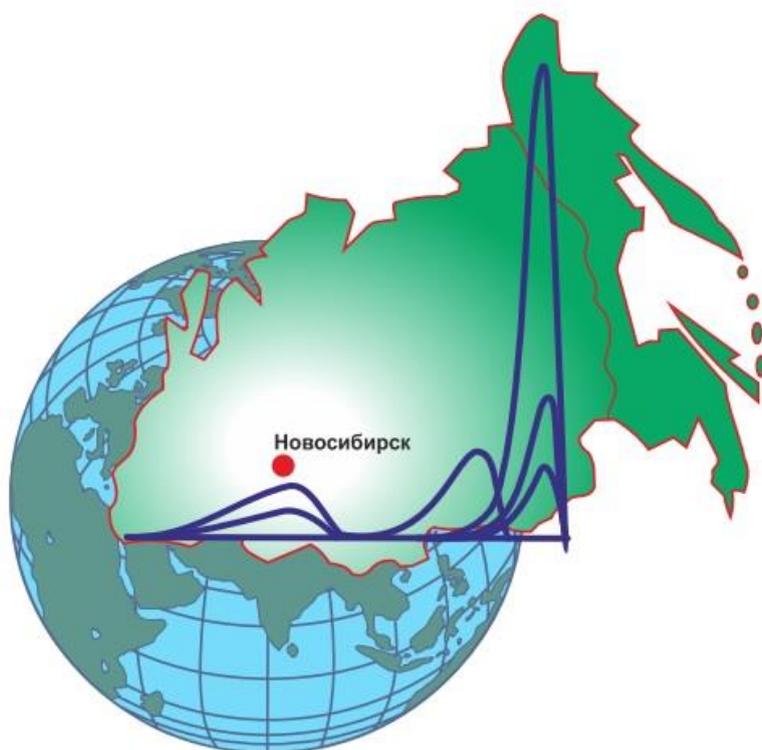
Определение примесей в растворах никеля после доведения водой до объема 50 см³ выполняли на эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP 6500 Duo при пониженной мощности плазменного разряда – 800 Вт с использованием линий основы в качестве внутреннего стандарта. Для выбора оптимальных линий использовали полные спектры анализируемых растворов. Это позволило улучшить нижние границы определения более 30 примесей: Ag, Al, As, B, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Mg, Mn, Nb, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ta, Te, Ti, Tl, V, W, Zn, Zr. При определении примесей в разбавленных дополнительно в 100 раз, растворах на масс-спектрометре с ИСП iCAP Qc использовали, в качестве внутреннего стандарта, изотоп ¹⁸⁵Re и, для удаления мешающих полиатомных ионов, реакционную столкновительную ячейку KED. Нижние границы определяемых содержаний разработанной методики полностью соответствуют текущим и перспективным маркам никеля.

Разработанный метод анализа был использован для анализа серийной продукции ПАО во время аттестации комплекта из 10 ГСО состава никеля VSN2.2, в которых были определены примеси, начиная от 0,000005%.

Проводится работа по утверждению разработанных методик в качестве нового ГОСТа и замене морально устаревшего ГОСТ 6012.

СЕКЦИЯ II

ИК- И КР-СПЕКТРОМЕТРИЯ



ПРИМЕНЕНИЕ ИК ТЕРМОГРАФИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ В ПРОЦЕССАХ ГИДРАТАЦИИ-ДЕГИДРАТАЦИИ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ РАЗНОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА И МОРФОЛОГИИ

Вайнер Б.Г.^{1,2}, Володин А.М.³

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Новосибирск, Россия

³ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
boris-stmt@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_29

Оксиды алюминия разного фазового состава и морфологии принадлежат к основным твердотельным системам, используемым в современных адсорбционных и каталитических технологиях. Наличие аморфного Al_2O_3 в материалах, применяемых в качестве носителей для катализаторов, обычно нежелательно в силу его нестабильности и высокой реакционной способности по отношению к молекулам газовой фазы. По этой причине получение информации о содержании аморфной компоненты в оксидах алюминия имеет важное практическое значение. Актуальным представляется поиск новых экспериментальных подходов, позволяющих детектировать наличие аморфной фазы в образцах оксидов алюминия.

Адсорбция молекул воды на поверхности твердого тела вызывает разогрев в силу выделения теплоты фазового перехода, а десорбция – соответственно, охлаждение. Этот эффект был использован в настоящей работе. Впервые проведено

исследование процессов гидратации-дегидратации оксидов алюминия различного фазового состава при комнатной температуре с использованием тепловизионной техники, высокие экспериментальные возможности которой подробно представлены в [1, 2]. Регистратором тепловыделения и поглощения тепла служил матричный тепловизор ТКВр-ИФП с температурной чувствительностью $0.03\text{ }^\circ\text{C}$ и быстродействием 100 кадров в секунду.

Характеристики адсорбции, зарегистрированные прибором при напуске влажного кислорода в реактор показаны на рис. 1. Хорошо видно, что структуры, содержащие аморфную фазу, проявляют гораздо больший температурный отклик на процедуру гидратации, чем окристаллизованные образцы прекурсора (Pural "SB1") и $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Показано, что при наличии аморфной фазы существенный вклад в регистрируемый тепловой эффект может давать протекающая в условиях эксперимента экзотермическая реакция превращения аморфного оксида в гидроксид, в то время как для хорошо окристаллизованных образцов Al_2O_3 эта реакция не наблюдается. Полученные методом РФА данные хорошо согласуются с результатами тепловизионных исследований.

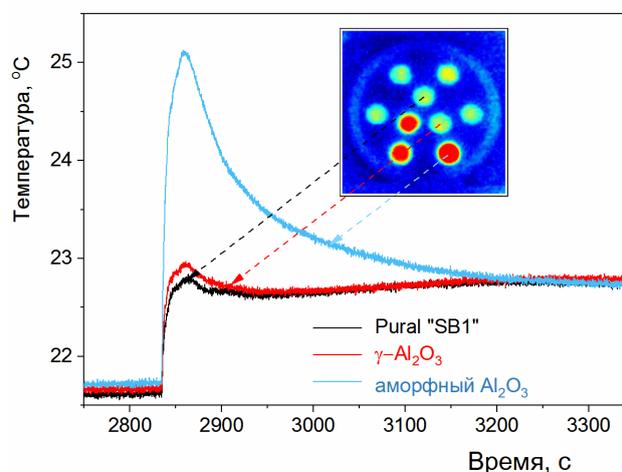


Рис.1. Тепловые эффекты при взаимодействии оксидов алюминия с водяным паром. На вставке – термограмма библиотеки из девяти образцов, измеренная в момент времени около 2950 с.

Список литературы

1. B.G. Vainer, J. Phys. D: Appl. Phys., **41**, p. 065102 (2008).
2. B.G. Vainer, ChemPlusChem, **85**, p. 1438–1454 (2020).

ЭЛЕКТРОННАЯ И ИНФРАКРАСНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ КАК ЭФФЕКТИВНЫЙ ИНСТРУМЕНТ В ИЗУЧЕНИИ СПИН-КРОССОВЕРА В КОМПЛЕКСАХ ЖЕЛЕЗА(II) С ТРИС(ПИРАЗОЛ-1-ИЛ) МЕТАНАМИ

Шакирова О.Г.^{1,2}, Шелудякова Л.А.², Лавренова Л.Г.^{2,3}

¹ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный университет»,

²ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, Россия

³Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

Shakirova_Olga@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_30

Трис(пиразол-1-ил) метан (**HC(pz)₃**) является перспективным тридентатным лигандом для получения комплексов железа(II) с координационным узлом FeN₆, для которых наблюдается спин-кроссовер $^1A_1 \leftrightarrow ^5T_2$ (**СКО**), сопровождающийся изменением цвета при нагревании/охлаждении. Такие комплексы перспективны в качестве материалов для молекулярных сенсоров и термодатчиков.

На сегодняшний день нами синтезирован представительный ряд моноядерных комплексов состава $[Fe\{HC(pz)_3\}_2]A_n \cdot mH_2O$, где в качестве анионов представлены как привычные химиче анионы (Cl⁻, Br⁻, I⁻, CF₃SO₃⁻, SO₄²⁻, SiF₆²⁻, NCS⁻, C₂N₃⁻), так и редкие карбораны, клозо-бораты, октаэдрические шестиядерные кластеры, каликс[4]арены, анион-радикалы и некоторые комплексные анионы. Получены приоритетные данные по исследованию влияния различных факторов на характеристики СКО в комплексах железа (II): резкость, полноту и температуры прямого (при нагревании) и обратного (при охлаждении) переходов. Проведены идентификация и систематическое исследование комплексов методами элементного анализа, РСА, РФА, электронной (спектры диффузного отражения, **СДО**), ИК- и мессбауэровской спектроскопии, статической магнитной восприимчивости, термогравиметрии и калориметрии. Показаны возможности электронной (спектры диффузного отражения), инфракрасной и мессбауэровской спектроскопии в определении строения координационного полиэдра FeN₆, а также в детектировании спинового состояния железа (II) в комплексах.

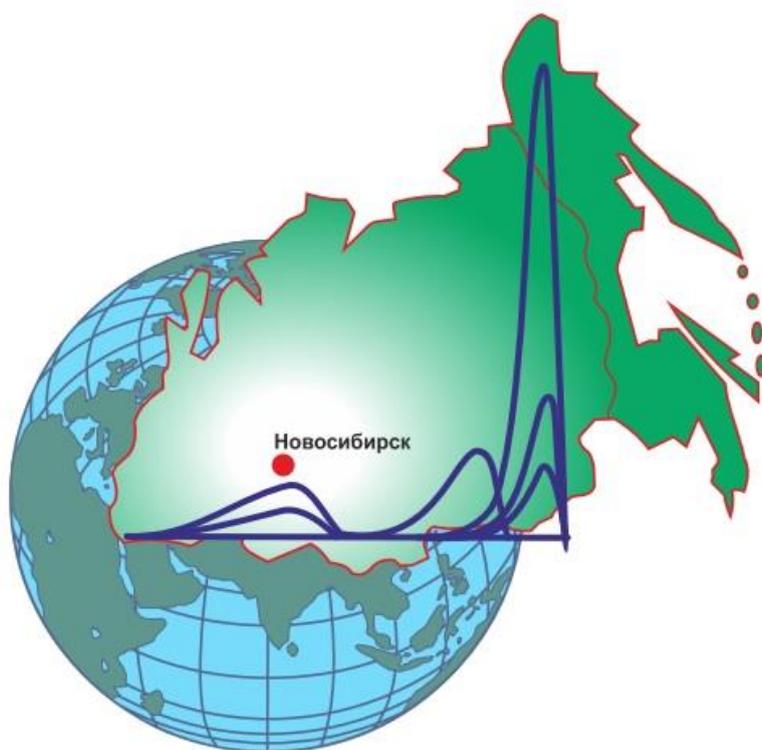
На основании экспериментальных данных колебательных частот $\nu(Fe - N)$ в низкочастотной области для октаэдрических комплексов железа(II) проведен расчет вклада колебательной составляющей ($\Delta S_{кол} \cong 65,2 \text{ Дж} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$) и показан ее наиболее существенный вклад в изменение энтропии при СКО ($\Delta S_{СКО} \cong 78,6 \text{ Дж} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$).

Число и положение полос в СДО комплексов позволяют сделать вывод об искаженно-октаэдрическом строении координационных узлов. В электронных спектрах комплексов, высокоспиновых при комнатной температуре, проявляется по одной полосе в области 870-920 нм, которую можно отнести к d-d-переходу $^5T_2 \rightarrow ^5E$ в слабом искаженно-октаэдрическом поле лигандов. В СДО низкоспиновых комплексов наблюдается по одной полосе при 540-550 нм, которая относится к d-d-переходу $^1A_1 \rightarrow ^1T_1$ в сильном искаженно-октаэдрическом поле лигандов для узла FeN₆. На основании полученных данных СДО проведена систематическая оценка силы поля лигандов, показаны возможности предсказания существования СКО в перспективных комплексах железа (II). Сделан вывод, что сила поля лиганда является основным определяющим фактором для температуры СКО, а на характер перехода наиболее значительно влияет строение комплекса.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-63-46026).

СЕКЦИЯ III

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА



ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ В БИНАРНОМ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ ОСАДКЕ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Колпакова Н.А.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
nak@tpu.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_31

Масса электролитического осадка на поверхности электрода мала, по этой причине фазовый состав структур, окисление которых обуславливает эти процессы, оценить экспериментально затруднительно. Вопросы совместного осаждения двух или нескольких металлов являются предметом особого интереса в методе инверсионной вольтамперометрии, так как введение посторонних металлов часто приводит к изменению кинетики начальных стадий выделения металлов. Анализ литературных данных показывает, что большинство исследователей описывают влияние сплавообразования через изменение токов электроокисления элемента сплава. Наиболее часто для описания взаимного влияния компонентов сплава используется теория регулярных растворов.

В наших работах показано, что характер вольтамперных кривых при электроокислении сплавов зависит от фазовой структуры бинарного сплава, а также от того происходит электроокисление компонента из осадка селективно или равномерно. При селективном электроокислении компонента из бинарного сплава, когда компоненты образуют одно или несколько интерметаллических соединений (ИМС), потенциал анодного пика отличается от потенциала анодного пика чистого компонента и зависит от состава ИМС. Однако он остается постоянным и не зависит от мольной доли компонента в сплаве.

При селективном электроокислении компонента из бинарного сплава, образующего на электроде твердый раствор, потенциал анодного пика является функцией мольной доли компонента в сплаве. Если компоненты сплава образуют эвтектическую смесь, то окисление компонентов сплава протекает независимо, а потенциалы анодных пиков совпадают с потенциалами анодных пиков чистых фаз или электроокисление компонентов сплава происходит при потенциале электроокисления более электроположительного компонента (системы рений-серебро, рений-золото).

Нами разработан термодинамический подход, позволяющий рассчитать равновесный потенциал компонента, который участвует в селективном электроокислении из электролитического осадка, где имеется интерметаллическое соединение или твердый раствор. На основе теории регулярных растворов создана методика, позволяющая рассчитать величину смещения потенциала селективного электроокисления компонента из твердого раствора или интерметаллического соединения, что позволяет высказать предположение о составе интерметаллического соединения, из которого происходит селективное электроокисление компонента сплава. Экспериментальные данные подтверждаются снимками, выполненными с помощью электронного микроскопа. поверхности графитового электрода, на котором осажден бинарный электрохимический осадок. Экспериментальные данные проверены на примере бинарных сплавов платиновый металл (Pt, Pd, Rh)-неблагородный компонент сплава (Hg, Bi, In, Pb).

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОКИНЕТИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА НАНОЧАСТИЦ
СЕРЕБРА В НЕПОЛЯРНЫХ СРЕДАХ**Поповецкий П.С.ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
*popovetskiy@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_32**

Электрофоретическая подвижность является крайне важной характеристикой дисперсных систем с наночастицами. От нее зависит величина электрокинетического дзета-потенциала (ζ -потенциала), параметра, определяющего силу электростатического отталкивания наночастиц, и непосредственно влияющего на их стабильность. Для определения ζ -потенциала существует ряд аналитических методик, одним из наиболее популярных является лазерный доплеровский электрофорез. Электрофоретическая подвижность наночастиц может определяться как по изменению длины волны рассеянного лазерного излучения (электрофоретическое рассеяние света), так и по изменению его фазы (фазовый анализ рассеянного света).

Основные сложности возникают в случае неполярных сред. Для двух элементарных зарядов в воде тепловая энергия превосходит электростатическую на расстояниях около 0.7 нм (длина Бьеррума). В случае же предельных углеводов это расстояние почти 30 нм, что обуславливает сложности со стабилизацией заряженных частиц. За счет низкой диэлектрической проницаемости существование ионов, формирующих диффузную часть двойного электрического слоя, возможно лишь в малых количествах и только в «стерически стабилизированной» форме. Хорошо известными заряжающими агентами в неполярных средах являются ионные ПАВ, для которых описаны механизмы формирования заряженных мицелл. В случае же неионных ПАВ ситуация более сложная. С точки зрения теоретических представлений, в таких системах количество заряженных частиц должно быть пренебрежимо мало. Тем не менее, в ряде работ показано, что это далеко не всегда так: неионные ПАВ могут являться эффективными заряжающими агентами. Также следует отметить, что описанные в литературе механизмы стабилизации заряда в неполярных средах разработаны исключительно для модельных систем, что вызывает сложности их применения даже для таких близких к этим модельным системам объектов, как наночастицы, полученные непосредственно в обратных мицеллах ПАВ.

Целью данной работы являлось исследование электрофореза в органозолях, содержащих наночастицы серебра, полученные в обратных мицеллах неионных ПАВ. В качестве тестовых использовались системы, полученные с использованием как классического микроэмульсионного подхода, так и более производительного эмульсионного, как с использованием заряжающих агентов и ионных со-ПАВ, так и без них. Важно отметить, что для большинства систем получены низкие значения ζ -потенциала, близкие к предельно измеряемым методом лазерного электрофореза с использованием опции фазового анализа рассеянного света. Полученные данные были подтверждены методом подвижной границы в ячейке конденсаторного типа. Была исследована применимость электрофореза для концентрирования наночастиц и получения проводящих покрытий на основе выделяемых концентратов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, код проекта 20-03-00017.

СОВРЕМЕННЫЕ АСПЕКТЫ ПРИМЕНЕНИЯ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНСТАНТ РАВНОВЕСИЯ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙСурсякова В.В.¹, Левданский В.А.¹, Рубайло А.И.^{1,2,3}¹Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск, Россия²Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия³ФИЦ «Красноярский научный центр СО РАН», Красноярск, Россия

viktorija_vs@list.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_33

При разработке методик определения и разделения аналитов зачастую необходима информация по константам кислотности, основности или константам устойчивости комплексов определяемых соединений с различными лигандами. При этом применение для определения констант общедоступных и широко распространенных методов, таких как спектрофотометрия или потенциометрическое титрование, может быть невозможно по ряду причин, например, из-за низкой растворимости интересующих соединений в воде или слишком высоких значений констант устойчивости.

В докладе рассмотрены особенности определения констант равновесия химических реакций методом капиллярного электрофореза. Показаны современные инструменты для достижения данной цели. В 2016 и в 2020 г. чешскими учеными были предложены программы SEval [1] и AnglerFish [2], с помощью которых можно рассчитать константы устойчивости 1:1 комплексов и константы диссоциации слабых электролитов. Установлено, что для треугольных пиков для расчета электрофоретических подвижностей следует использовать не время максимума пика, а время, соответствующее a_1 параметру функции Хаархова Ван дер Линде [3-7]. Этот параметр может быть определен посредством программы SEval. Кроме того, показано, что концентрация аналита в образце не должна превышать концентрацию лиганда в фоновом электролите больше, чем в 10-35 раз, иначе наблюдаются искаженные треугольные пики, для которых a_1 параметр значительно смещен относительно этого параметра для более низких концентраций [5]. Для высоких значений констант устойчивости концентрация аналита в образце должна быть как можно более низкой (например, такой, чтобы отношение сигнал/шум было около 10), это позволяет использовать более широкий диапазон концентраций лиганда в фоновом электролите и повышает точность определения констант устойчивости. Показано, что в том случае, когда помимо 1:1 комплексов образуются еще и 1:2 комплексы, линеаризационные способы «двойных обратных величин» и «у-обратной величины» не позволяют выявить наличие 1:2 комплексов и эти способы вообще не рекомендовано использовать [7].

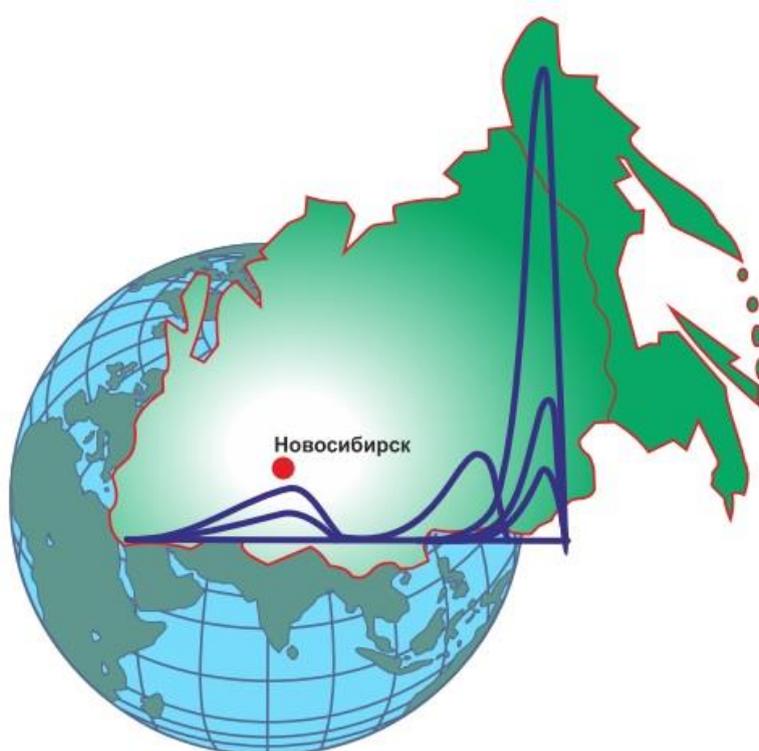
На примере комплексов эфирных производных бетулина с γ -циклодекстрином (γ -ЦД), а также с β -ЦД, 2-гидроксипропил- β - и 2-гидроксипропил- γ -ЦД [4-7] проиллюстрировано определение констант равновесия.

Список литературы

1. Dubský P., Ördögová M., Malý M., Riesová M. J. Chromatogr. A. 2016 V. 1445. P. 158.
2. Malý M., Boublík M., Pocrníc M., Ansoerge M., Lorinčíková K., Svobodová J., Hruška V., Dubský P., Gaš B. Electrophoresis. 2020. V. 41. P. 493.
3. Le Saux T., Varenne A., Gareil P. Electrophoresis. 2005. V. 26. P. 3094.
4. Sursyakova V.V., Levdansky V.A., Rubaylo A.I. Electrophoresis. 2020. V. 41. P. 112.
5. Sursyakova V.V., Levdansky V.A., Rubaylo A.I. Anal. Bioanal. Chem. 2020. V. 412. P. 5615.
6. Сурсякова В.В., Левданский В.А., Рубайло А.И. Журн. Сиб. Федер. Ун-та. Химия. 2020. Т. 13. № 4. С. 534.
7. Sursyakova V.V., Levdansky V.A., Rubaylo A.I. Electrophoresis. 2021. V. 42. P. 700.

СЕКЦИЯ IV

РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЕ И ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ



МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА ПОРОДООБРАЗУЮЩИХ МИНЕРАЛОВ

Лаврентьев Ю.Г., Усова Л.В.

ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск, Россия
micropro@igm.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_34

Доклад обобщает опыт применения РСМА в Институте геологии и минералогии СО РАН, где определение состава породообразующих минералов является основным видом аналитических работ. Данные по прецизионности определений приведены в таблице.

Табл. Параметры прецизионности

Диапазон содержания, % масс.	Основные компоненты $C > 10$	Второстепенные компоненты $1 < C < 10$	Примеси $0.3 < C < 1$
Сходимость (повторяемость), % отн	0,5	1,4	2,7
Воспроизводимость, % отн.	0,9	2,5	6,8
Расхождение с РСМА ЭДС, % отн.	0,6	1,7	7,7

Микронзондовый анализ является полным анализом минерала, поэтому оценку качества определений можно вести по сумме определённых концентраций компонентов. Существуют две разновидности погрешности суммы. Одна из них обусловлена отклонением суммы от опорного значения и может быть названа погрешностью суммы по разности. Вторая характеризует разброс результатов относительно среднего значения и может быть названа погрешностью суммы по среднему. Погрешность по разности связана с воспроизводимостью измерений и в численном виде равна 0,41 %. Погрешность по среднему обусловлена сходимостью измерений и равна 0,23 %.

Погрешность суммы по разности можно использовать для оценки качества определений непосредственно в ходе анализа, погрешность по среднему – после выполнения анализа партии образцов. В соответствии с правилом трёх сигм допустимые значения сумм заключены в интервале 98,8÷101,2 %. допустимый разброс суммы концентраций относительно среднего равен $\pm 0,7$ %.

Предел обнаружения компонентов (3 σ -критерий) при рутинном анализе составляет 0,01-0,03 %. В рамках специализированной методики эта величина может быть улучшена примерно на порядок путём увеличения тока зонда и времени измерений.

**ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРИ
АРХЕОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ДРЕВНЕЙ КЕРАМИКИ (ОБЗОР)**Мальцев А.С.¹, Пашкова Г.В.^{1,2}, Мухамедова М.М.^{1,2}, Чубаров В.М.³¹ФГБУН Институт земной коры СО РАН, Иркутск, Россия²ФГБОУ ВО Иркутский государственный университет, Иркутск, Россия³ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия*pashkova.gv@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_35**

Тенденцией в развитии современной археологии является привлечение к изучению археологических находок широкого спектра методов аналитической химии. Данные о составе археологических материалов отображают особенности сырьевых баз регионов и используются для изучения хозяйственной деятельности древнего населения, оценки источников и маршрутов транспортировки сырья, культурных взаимосвязей между людьми, проживающих в различных регионах, и т.д. Как правило, археологические артефакты представляют собой уникальные объекты, требующие сохранения, поэтому ключевым подходом является применение аналитических методов, позволяющих проводить неразрушающий анализ проб или анализ проб с минимально обоснованным объемом/навеской. В представленном докладе рассмотрены возможности рентгенофлуоресцентного анализа (XRF) и приведен обзор его применения за последние годы при решении археологических задач, в частности, при исследовании керамики. Рассмотрены различные варианты XRF: портативный (pXRF), с полным внешним отражением (TXRF), с использованием капиллярной оптики (μ -XRF) и с синхротронным излучением (SR XRF). Приведены примеры, как использование аналитических методов при исследовании керамики позволяет классифицировать местную и привозную керамику, выявить состав глинистой составляющей и искусственные добавки, состав глазури, пигментов, степень обработки и технические возможности древних авторов.

Помимо обзора применения XRF для анализа керамики в мировой практике, представлены разработанные нами методические подходы, которые были применены для определения элементного состава керамики археологических памятников Байкальской Сибири, расположенных в верховьях реки Лены.

Работа выполнена с использованием оборудования Центров коллективного пользования «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН и «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 19-78-10084).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАЛЕНТНОГО СОСТОЯНИЯ ЖЕЛЕЗА И СЕРЫ В ЗОЛАХ И КОНЦЕНТРАТАХ УГЛЕЙ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Чубаров В.М., Амосова А.А.

ФБГУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия

chubarov@igc.irk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_36

Разработка оптимальной схемы переработки отходов угольной промышленности, которые не только создают угрозу окружающей среде, но также могут быть потенциальными источниками ценных металлов, требует создания методик количественного анализа зол и концентратов углей, при этом сведения о валентном состоянии элементов важны для изучения процессов горения угля. Развитие метода рентгенофлуоресцентного анализа позволило не только широко использовать рентгеновские эмиссионные спектры для определения элементного состава зол углей [1], но и проводить оценку валентного состояния и форм вхождения некоторых элементов [2, 3]. В данной работе предложен способ оценки валентного состояния железа и серы в золах и концентратах углей методом рентгенофлуоресцентного анализа. Исследования выполнены на волноводисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре S4 Pioneer (Bruker AXS, Германия).

Для оценки валентного состояния серы исследовали рентгеновские эмиссионные спектры серы в области линии $SK\beta_{1,3}$ и сателлита $SK\beta'$, который присутствует в кислородных соединениях серы (сульфитах и сульфатах), но отсутствует в сульфидах [2]. Сопоставление спектров стандартных образцов со спектрами минералов (гипса и пирита) в исследуемой области показало, что сера в стандартном образце золы углей ЗУК-2 присутствует в основном в форме сульфатов, а в стандартном образце концентрата магнитных микросфер КММ-1 – в форме сульфидов, что соответствует сертификатам стандартных образцов и было подтверждено данными аттестованной методики гравиметрического анализа.

Для оценки валентного состояния железа были сопоставлены относительные интенсивность линии $FeK\beta_5$ и сателлита $FeK\beta'$ в качестве аналитического параметра [3]. Градуировочные уравнения построили с использованием стандартных образцов зол углей и концентратов (ЗУК-1, ЗУК-2, ЗУА-1, КММ-1, КМЦ-1, КМЦ-2), в которых было аттестовано содержание двухвалентного и общего железа. По полученным уравнениям были проанализированы два стандартных образца зол углей (СО-1 и СТА-FFA-1), в которых содержание двухвалентного железа не было аттестовано. Полученные данные хорошо согласуются с данными, полученными аттестованной методикой титриметрического анализа.

Список литературы

1. Chuparina E.V., Chubarov V.M., Paradina L.Ph. A comparative determination of major components in coal power plant wastes by wavelength dispersive X-ray fluorescence using pellet and fused bead specimens // Appl. Radiat. Isot. 2019. V. 152. P. 162.
2. Chubarov V.M., Amosova A.A., Finkelshtein A.L. X-ray fluorescence determination of the sulphur chemical state in sulphide ores // X-Ray Spectrom. 2016. V. 45. № 6. P. 352.
3. Chubarov V.M., Finkelshtein A.L. Determination of divalent iron content in igneous rocks of ultrabasic, basic and intermediate compositions by a wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometric method // Spectrochim. Acta B. 2015. V. 107. P. 110.

Исследование проведено в рамках выполнения государственного задания по Проекту № 0284-2021-0005 и при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-33-20104) с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН.

**ПРИМЕНЕНИЕ ИЗОГНУТЫХ ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ
ДЕТЕКТОРОВ ДЛЯ ЭКСПРЕССНОГО РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА**Сергиенко А.П.

ГК Термо Техно

*andrey.sergienko@thermotechno.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_37**

В настоящее время метод рентгеновской дифракции широко применяется, как в научных исследованиях, так и в промышленном производстве. Одним из ключевых требований, предъявляемым к современным дифрактометрам, является скорость регистрации дифрактограмм при заданных характеристиках качества данных. Улучшение этого показателя возможно за счет использования позиционно чувствительных детекторов.

При этом наилучшими, с точки зрения экспрессности, характеристиками обладают системы с протяженными изогнутыми детекторами – но недостатки газонаполненных детекторов такого типа (низкое энергетическое и пространственное разрешение) препятствовали их широкому применению. В настоящее время совершенствование систем обработки сигнала позволило существенно улучшить пространственное разрешение, а проблемы энергетического разрешения компенсируются за счет использования специальной оптики первичного пучка.

На рынке представлена линейка дифрактометров ARL Equinox производства Thermo Fisher Scientific ARL, оборудованных подобными детекторами.

ГК Термо Техно имеет многолетний опыт в оснащении аналитическим оборудованием научных организаций, специалистами Компании накоплен огромный опыт в области рентгеновской техники. В нашем портфолио представлены рентгеновские спектрометры (XRF), дифрактометры (XRD), рентгеновские томографы и многое другое оборудование для исследований.

В докладе представлены дифрактометры семейства ARL Equinox, варианты конфигураций под задачи заказчика, применения различных дополнительных опций, а также варианты специального «боксового» исполнения аппаратуры для работы с активными образцами.

**НЕЙТРОННЫЙ АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ КАК ИНСТРУМЕНТ ДЛЯ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА РАЗЛИЧНОГО ТИПА ОБРАЗЦОВ**Зиньковская И.^{1,2}¹Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна, Россия²Национальный научно-исследовательский институт физики и ядерной инженерии «Хория Хулубей», Бухарест-Мэгуреле, Румыния
*zinikovskaia@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_38**

Нейтронный активационный анализ благодаря его высокой точности, неразрушающей природе и возможности определения более 50 элементов широко применяется в экологических исследованиях, в археологии, геологии и медицине. В докладе будет приставлен принцип работы метода, рассмотрены преимущества метода, а также продемонстрированы примеры применения нейтронного активационного анализа (НАА) на реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна).

Основным направлением применения НАА в Дубне является оценка атмосферных выпадений тяжелых металлов на основе анализа мхов биомониторов. Первый одномоментный сбор мхов на европейском уровне был проведен в 1990 году. В рамках международной программы «Атмосферные выпадения тяжелых металлов в Европе — оценки на основе анализа мхов-биомониторов» с периодичностью в 5 лет под эгидой ООН издается Европейского Атласа атмосферных выпадений тяжелых. В 2014 году координация Программой по биомониторингу перешла из Великобритании в Россию, в Объединенный институт ядерных исследований в Дубне. В Докладе будут представлены примеры проведения биомониторинговых исследований в России и других странах участницах ОИЯИ.

НАА на реакторе ИБР-2 широко применяется и для оценки эффективности извлечения металлов из промышленных стоков используя различные сорбенты. Будут представлены примеры применения биологических и комбинированных сорбентов для извлечения металлов из стоков гальванического производства.

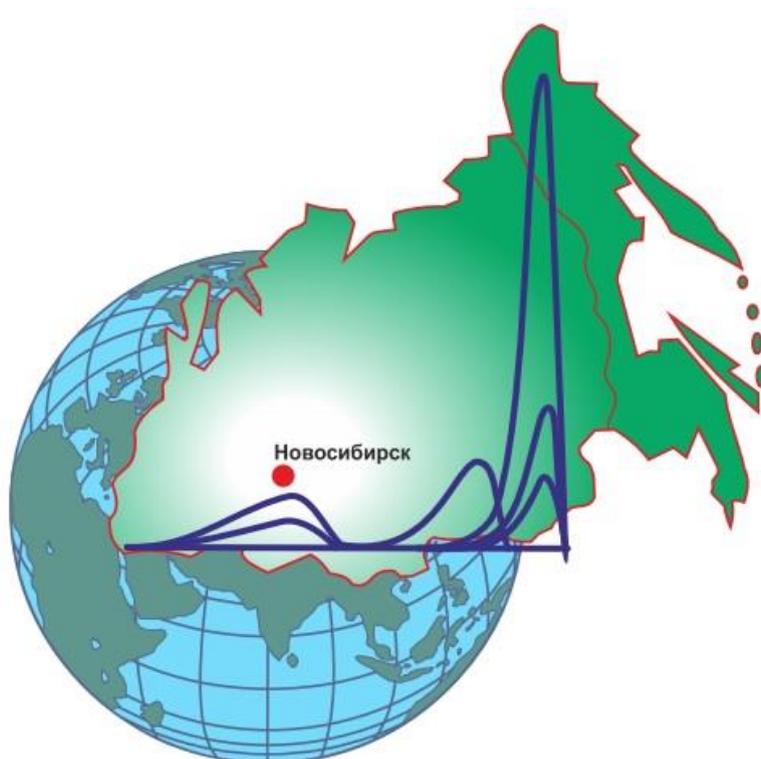
Важным направлением применения активационного анализа является оценка качества и безопасности продуктов питания, медицинских растений и травяных сборов. В докладе будут представлены примеры работ в данных направлениях.

Нанотоксикология является новым направлением, в котором нашел применение метод НАА. Было изучено накопление наночастиц металлов в органах мышек и их потомства при длительном приеме растворов наночастиц в период беременности и лактации. Полученные данные важны для оценки токсического эффекта наноматериалов на репродуктивную систему человека.

В докладе будут продемонстрированы примеры применения НАА для анализа геологических, археологических образцов и образцов внеземного происхождения.

СЕКЦИЯ V

СПОСОБЫ И СИСТЕМЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ



НОВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ СРЕДА НА ОСНОВЕ ПРОЗРАЧНОЙ ПОЛИМЕТИЛМЕТАКРИЛАТНОЙ МАТРИЦЫ ДЛЯ ТВЁРДОФАЗНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

Гавриленко Н.А.¹, Саранчина Н.В.², Гавриленко М.А.²

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
gavrilenko@mail.tsu.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_39

Сочетание спектрофотометрии и цветометрии с химическими оптическими сенсорами, которые обладают малым временем отклика и достаточной чувствительностью, дает возможность эффективно решать задачи аналитической химии в условиях, когда использование сложных инструментальных методов анализа затруднено вследствие сложной пробоподготовки, необходимости использования токсичных реагентов или привлечения квалифицированного персонала. Для оптических сенсоров особый интерес представляет прозрачная полиметакрилатная матрица (ПММ), в силу многообразия возможностей модифицирования и варьирования природы иммобилизованных соединений, что существенно улучшает характеристики методов молекулярной абсорбционной спектроскопии. Необходимое развитие использования ПММ требует разработки способов использования спектрофотометрических реагентов, выбора алгоритмов управления характеристиками новой аналитической среды, разработки рациональных вариантов сочетания способа определения с твердофазной экстракцией и выбором аналитического сигнала.

Изучены новые прозрачные аналитические системы на основе ПММ, используемой в качестве сенсора, путем исследования их цветометрических характеристик после проведения аналитической реакции для получения информации о количестве анализируемого вещества. Впервые создан комплекс методик определения ионов металлов, детектирования красителей в пищевых продуктах, антиоксидантов, витаминов, перекисных соединений, а также неорганических анионов на основе прозрачных полимерных сенсоров и исследованы закономерности изменения. Проведена оценка метрологических характеристик разработанных способов определения показана их перспективность в спектрофотометрическом и флуоресцентном методах анализа.

Использование прозрачной аналитической среды на основе ПММ включает использование сорбционных, экстракционных и хромогенных процессов и является перспективным направлением развития метода твердофазной молекулярной абсорбционной спектроскопии. Применение аналитической среды ПММ предоставляет широкие возможности управления характеристиками методик в части устойчивости окрашенных продуктов реакций, скорости их протекания, повышения метрологических характеристик оптических методов и делает анализ более мобильным и доказательным.

Основными направлениями использования ПММ для твердофазной молекулярной абсорбционной спектроскопии, визуальных и тест-методов анализа являются: изучение способов повышения чувствительности и селективности определения за счет выбора хромогенных реагентов и синтеза прозрачных полимерных матриц под конкретные аналитические задачи; расширение номенклатуры определяемых ионов и молекулярных веществ, преимущественно в области биологически активных веществ, т.е. витаминов, антиоксидантов, пестицидов и лекарственных препаратов; миниатюризация используемых приборов регистрации сигнала, комбинирование спектрофотометрического и колориметрического сигналов для повышения информативности анализа.

**АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ
ДЕМЕРКУРИЗАЦИИ ТВЕРДЫХ ОТХОДОВ**Левченко Л.М.¹, Минин В.А.³, Сагидуллин А.К.¹, Сапрыкин А.И.^{1,2}, Троицкий Д.Ю.¹¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

³ ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН,

Новосибирск, Россия

*luda@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_40**

Разработка технологий демеркуризации твердых отходов является чрезвычайно актуальной проблемой, поскольку ртуть – хорошо известный суперэкоотоксикант и, согласно действующим в нашей стране экологическим и гигиеническим нормативам, предельно допустимые концентрации (ПДК) ртути в воздухе составляют 0,0003 мг/м³, в почве – 2,1 мг/кг.

Для разработки технологии демеркуризации строительных отходов и грунтов ОАО НЗХК были использованы методы гравитационной сепарации в водной среде для извлечения металлической ртути из строительных отходов и химической иммобилизации ртути для перевода отходов из 1 класса опасных в 4 класс безопасные.

Разработка технологии демеркуризации невозможна без аналитического сопровождения каждой стадии процесса.

В начале в исходных отходах было определено содержание ртути методом ААС (содержание ртути определяли в растворах на ртутном анализаторе «Юлия-2») от 0,045±0,015 мас. % до 7,4 ±1,1 мас. %, превышающей норму ПДК в 150-30000 раз, согласно ПНДФ 14.1.2.20-95.

После гравитационной сепарации и обезвоживания содержание ртути в хвостах обогащения строительных отходов снизилось до 0.009%, грунтов 0.141%. Степень извлечения металлической ртути в итоге для строительных отходов составила 80%, для грунтов – 98%.

Процесс химической иммобилизации ртути, адсорбированной на поверхности строительных отходов, проводили введением расчетного количества окислителей с последующим взаимодействием с раствором полисульфида кальция, в результате чего образовывался нерастворимый и малолетучий сульфид ртути. Расчет количества раствора полисульфида кальция проводили по сере. Для определения сульфидной серы в растворе полисульфида кальция нами была разработана оригинальная спектрофотометрическая методика.

Демеркуризованные отходы анализировали на класс опасности и степень их утилизации. Отбор проб, анализ и определение класса опасности токсичных отходов производили в соответствии с действующими правилами согласно ГОСТ Р 51768, ПНД, Ф 14.1:2. 20, М 03-06-2000. В полученных отходах содержание ртути регистрировали на уровне менее 2,1 мг/кг (ПДК для почвы), а в фильтратах после осветления содержание ртути не превышало 0,0005 мг/л (ПДК для воды). Содержание ртути определяли методом ААС с золотым сорбентом.

Определение содержания ртути в воздухе на выходе из адсорбера проводили согласно ПНД Ф 14.1:2.20.

Иммобилизация остаточной ртути в грунтах и строительных отходах позволила снизить их класс опасности (по данным биотестирования) до четвертого безопасного.

Разработанная технология и созданная на ее основе опытно-промышленная установка обеспечивает переработку ртутьсодержащих твердых отходов с производительностью до 0,2 т/ч.

**ЛЕГКОПЛАВКИЕ РАСПЛАВЫ С КАТИОНАМИ ПИРАЗОЛОНИЯ
В ЭКСТРАКЦИОННО-ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДАХ АНАЛИЗА**

Темерев С.В., Петров Б.И., Петухов В.А.

ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия

*temerev@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_41**

Антипирин, диантипирилметан, их производные проявили эффективность в аналитической практике титриметрии, фотометрии катионов, анионных форм азота, определения фенольного индекса поверхностных вод.

При этом управлять селективностью извлечения в органическую фазу можно изменяя анионный фон водной фазы. Разнообразие фазовых и экстракционных равновесий с протолитическим взаимодействием [1] протонированного основания с анионом-партнером кислоты позволили реализовать на практике экстракционно-инструментальные методы определения ионных форм элементов, азотистой кислоты, фенолов. Физико-химический анализ изотерм растворимости трехкомпонентных систем вода–производное пиразолоната–твердая органическая кислота позволил выявить области двухфазного жидкостного расслаивания и реализовать на практике принципы «зеленой» химии, унифицировать подготовку *in situ* образцов к анализу концентратов веществ инструментальными методами.

Новые возможности инструментальной аналитической химии исследователи водных экосистем связывают с легкоплавкими расплавами, ионными жидкостями: производными имидазолия (гексафторфосфат 1-бутил-3-метилимидазолия), фосфония (тетрахлоралюминат тетрадецилфосфония) и N-алкилпиридиния, которые в сочетании с апротонными растворителями или полимерной матрицей приобретают уникальные коэффициенты диффузии и другие свойства. При всех преимуществах подобных систем для экстракции ограничивают затратный препаративный синтез ИЖ, а также неопределенность роли воды в такого рода ионных ассоциатах.

Экстракция веществ в системах без органического растворителя с единственным жидким компонентом и концентрирование веществ легкоплавкими расплавами с катионами пиразолония расширяют возможности инструментальных методов. Антипирин, диантипирилметан, их производные и органические кислоты не токсичные, твердые порошкообразные вещества, обеспечивают удовлетворительное извлечение микроколичеств нормируемых токсикантов из природных объектов, позволяют регистрировать полезный сигнал абсорбции (молекулярной, атомной) и предельные диффузионные токи микроэлементов на границе индикаторный электрод – органический гидрато-сольватный концентрат (плотность 1,2 - 2,4 г/см³) [2].

Аналоги ИЖ в виде солей пиразолония можно получить, используя малорастворимые в воде алкилированные производные диантипирилметана, которые применяли ранее в трехфазной и для соосаждения. Особой привлекательностью отличаются легкоплавкие расплавы солей: дисульфосалицилат гексилдиантипирилметания $t_{пл.}=(56\pm 1)^\circ\text{C}$, ацетилсалицилат антипириния с $t_{пл.}=85^\circ\text{C}$ количественно извлекают ртуть (II), реализуется групповое концентрирование жестких катионов из кислых хлоридных растворов [3].

Замена жесткого кислорода на более мягкий донор – серу позволил расширить эффективность извлечения до ряда халькофильных элементов. Эффективность систем с тиопирином показана на реальных образцах снега и воды в сочетании с атомной абсорбцией и вольтамперометрией [4].

Список литературы

1. Б.И. Петров, А.Е.Леснов, С.А.Денисова //ЖАХ, 2015. Т.70, №6, С.563-576.
2. О.Б.Станкевич, С.В.Темерев//Аналитика Сибири и Дальнего Востока, 2016. С. 188.
3. С.В.Темерев, Б.И. Петров, Ю.П.Савакова//ЖАХ, 2017. Т.72, №8, С. 1-6.
4. С.В.Темерев и др.// Аналитика Сибири и Дальнего Востока, 2016. С. 191.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА УСТОЙЧИВОСТИ РЕЙТИНГОВ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ СВЧ ПЛАЗМЕННОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В ПРОБАХ МАСЕЛ

Дроков В.Г., Дроков В.В., Мурыщенко В.В., Скудаев Ю.Д.

ФГБОУ ВО Иркутский национальный исследовательский технический университет,
Иркутск, Россия
viktor.drokov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_42

Точность измерения содержания металлической примеси СВЧ плазменным методом в пробе масла зависит от точности определения содержания металлической примеси в виде частиц в диапазоне размеров 2-80 мкм и точности определения содержания примеси в растворенной форме. В свою очередь, при диагностировании узлов, омываемых смазочным маслом погрешность определения содержания в частицах изнашивания зависит от точности счета импульсных сигналов. Небольшие погрешности при измерении количества регистрируемых импульсов могут приводить к существенным влияниям при измерении содержания элемента, сказывающиеся на достоверности оценки технического состояния узлов системы смазки авиационного ГТД.

Для диагностирования узлов трения по результатам СВЧ плазменных (сцинтилляционных) измерений в пробе смыва с маслофильтра было найдено несколько новых дополнительных параметров, коррелирующих с техническим состоянием авиадвигателя:

[R_0] – доля количества частиц изнашивания, содержащих определённый элемент, в общем количестве частиц изнашивания (рейтинг общего количества частиц изнашивания);

[$R_{сл}$] – доля количества «сложных» частиц изнашивания определённого состава в общем количестве частиц изнашивания (рейтинг «сложных» частиц определённого состава, например, Cu-Ag, Fe-Cr-Ni и т. д.).

Рейтинг частиц изнашивания рассчитывался как количество частиц определённого сорта, приходящихся на 1000 общего количества частиц, зарегистрированных по всем элементам. Тем самым устранялось влияние времени накопления частиц на фильтре, степени разбавления пробы.

Показано, что при последовательном разбавлении исходной пробы СОЧПИ-4 количество зарегистрированных импульсов пропорционально уменьшается в несколько раз. При этом, значение общего рейтинга R_0 для элементов основы сплавов с точностью до 2% остается постоянным. Выяснено, что при изменении абсолютного содержания металлической примеси в пробе СОЧПИ-4 в четыре раза (с 2 г/т до 0,5 г/т) рейтинг для каждого состава частиц практически не меняется с уменьшением абсолютного значения содержания. Для составов с наибольшим количеством зарегистрированных частиц в пробе погрешность измерения рейтинга не превышает 5% (как правило, для первых трех по величине).

Высокая устойчивость рейтингов «сложных» частиц позволяет рекомендовать при оценке технического состояния системы смазки авиационных ГТД использование в качестве диагностического признака величину рейтинга «сложных» частиц. Эти рекомендации тем более актуальны для ГТД последних поколений, использующих мелкоячеистые фильтроэлементы, типа PALL.

Работа подготовлена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ с использованием результатов работ, выполненных в рамках Федеральной целевой программы «Исследование и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России 2014-2020 годы» по теме «Разработка и создание программно-аппаратного СВЧ плазменного комплекса для мониторинга, контроля и безопасной эксплуатации маслосистемы двигателей наземного и воздушного назначения». Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEF157718X0289.

В последнее время возрос интерес к гидродифториду аммония (NH₄HF₂) как к более эффективному и экологически менее опасному фторирующему агенту, чем фтористоводородная кислота (HF). Он рассматривается как новый реагент в пробоподготовке различных типов образцов горных пород [1]. В сочетании с методом лазерной абляции-ICP-MS (LA-ICP-MS) этот способ становится многообещающим и перспективным [2]. Разложение с NH₄HF₂ для анализа тугоплавких минералов привлекает все больше внимание в ядерной криминалистике [3]. Особенно хорошо метод зарекомендовал себя при анализе кремнийсодержащих материалов.

NH₄HF₂ – твердое вещество с T_{пл}=126°C и T_{кип}=238°C. Его взаимодействие с исходными материалами протекает с экзоэффектом с образованием двойной соли кремния (NH₄)₂SiF₆·NH₄F = (NH₄)₃SiF₇. Сопутствующие элементы и микропримеси образуют простые фториды (CaF₂, MgF₂) или фторо- и оксофторометаллаты аммония. Способ позволяет определять содержание как самого кремния с использованием в качестве стандарта растворов (NH₄)₂SiF₆ [4], так и элементов-примесей после удаления кремниевой основы в результате простого нагрева при 300-400°C или пирогидроллиза при 200-400°C [5]. Стадия пирогидроллиза необходима для перевода летучих фторидных соединений некоторых элементов (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W) в нелетучие оксиды и ранее не рассматривалась в анализе материалов на кремниевой основе. Остаток после удаления кремния легко растворяется в минеральной кислоте (HCl, HNO₃), и полученный раствор удовлетворяет требованиям анализа с использованием современной аналитической техники.

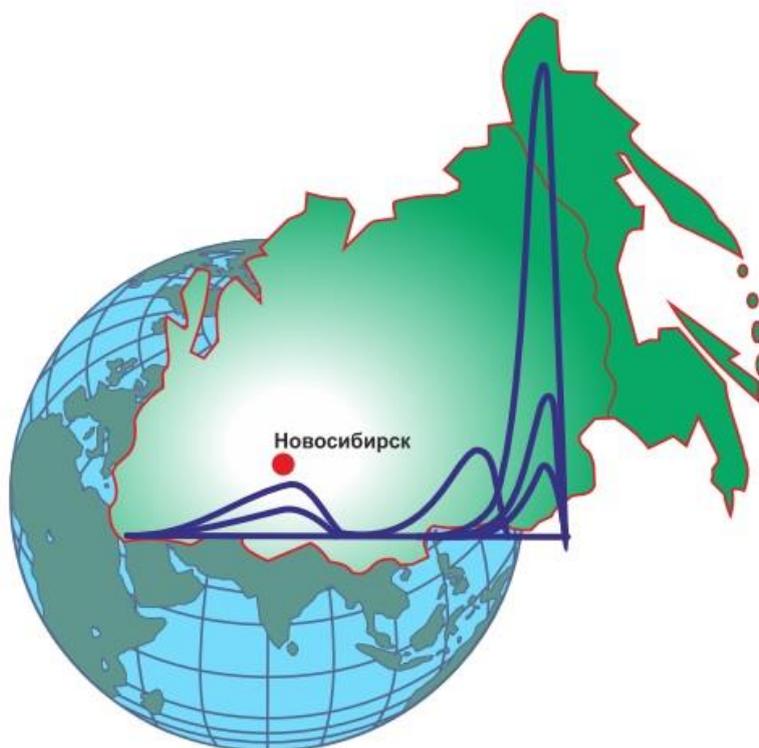
Контроль предлагаемого способа определения кремния осуществляли на стандартных образцах дальневосточных магматических руд с различным содержанием кремния. Проводился анализ природных руд и минералов, концентратов, благородных опалов месторождения “Радужное” и вторичных кварцитов Гусевского месторождения (Приморский край), отходов растительного сырья, различных образцов почв, боросиликатов Дальнегорского месторождения (Приморский край).

Список литературы

1. W. Zhang, Z.C. Hu, Y.S. Liu, H.H. Chen, S. Gao, R.M. Gaschnig, Total rock dissolution using ammonium bifluoride (NH₄HF₂) in screw-top teflon vials: a new development in open-vessel digestion, *Anal. Chem.* 84 (2012) 10686–10693.
2. W. Zhang, Z.C. Hu, Recent advances in sample preparation methods for elemental and isotopic analysis of geological samples, *Spectrochim. Acta, Part B* 160 (2019) 105690.
3. V.C. Bradley, T.M. Weilert, J.D. Brockman, Innovative high-temperature ammonium bifluoride fusion and rapid analysis of elements with nuclear forensic value, *Talanta* 221 (2021) 121622.
4. Н.М. Лапташ, Л.Н. Куриленко, Способ определения кремния, Патент РФ № 2157523, 2000.
5. Н.М. Лапташ, Л.Н. Куриленко, Способ определения примесей в кремнийсодержащих материалах, Патент РФ № 2306546, 2007.

СЕКЦИЯ VI

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ



ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1-ГИДРОКСИПИРЕНА В МОЧЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С МАСС-СЕЛЕКТИВНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

Алексеенко А.Н., Меринов А.В., Журба О.М., Шаяхметов С.Ф.

ФГБНУ Восточно-Сибирский институт медико-экологических исследований,
Ангарск, Россия
*alexeeenko85@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_44**

1-гидроксипирен (1-пиренол) в моче относится к биологическим маркерам экспозиции полициклических ароматических углеводородов. Методики ГХ-МС и ВЭЖХ определения 1-гидроксипирена в моче обязательно включают ферментативный гидролиз, извлечение из биологической пробы (ТФЭ или ЖЖЭ), дериватизацию силилирующим агентом (только для ГХ-МС). Существующие ГХ-МС методики обладают следующими недостатками: значительная продолжительность ферментативного гидролиза (16 ч) и дериватизации (40 мин), нижние пределы измерения порядка 1 нг/мл, недостаточные при определении 1-гидроксипирена у лиц, не подверженных воздействию ПАУ в условиях производства [1, 2].

Поставлена цель разработать менее продолжительную и более чувствительную методику определения 1-гидроксипирена в моче методом газовой хроматографии с масс-селективным детектированием (ГХ-МС).

В настоящей работе применяли газовый одноквадрупольный хромато-масс-спектрометр Agilent 5975С, оснащенный автоматическим пробоотборником 7693 и капиллярной колонкой HP-5MS (30 м, 0.25 мм, 0.25 мкм). Ферментативный гидролиз β -глюкуронидазой, необходимый для расщепления конъюгированной формы 1-гидроксипирена (в виде глюкуронида) проводили в течение 1 ч. Извлечение аналита из биологической пробы осуществляли двукратной жидкостно-жидкостной экстракцией гексаном с дальнейшим упариванием экстракта до сухого остатка в токе азота. Факторы жидкостно-жидкостной экстракции (высаливающий агент: время экстракции: кратность экстракции) оптимизировали с помощью математического планирования 3-факторного эксперимента. Сопоставлены два силилирующих реагента БСТФА и МТБСТФА при дериватизации 1-гидроксипирена. Установлено, что сухой остаток лучше дериватизировать в силилирующем реагенте БСТФА (N,O-бис(триметилсилил)трифторацетамиде) в триметилсилиловый эфир при комнатной температуре в течение 5 мин.

Непосредственно перед пробоподготовкой вводили в пробы внутренний стандарт 1-гидроксипирен-d₉, благодаря которому достигаются линейность градуировочной характеристики ($r^2=1$), высокая прецизионность и точность определения.

Проведена оценка метрологических характеристик в диапазоне определяемых концентраций 0,1 – 100 нг/мл. Показатели повторяемости и внутрिलाбораторной прецизионности составили 4.4% и 6.4% соответственно. Систематическая погрешность не значима. Показатель точности в виде суммарной погрешности не превышает 15%. Методика апробирована на образцах мочи работников алюминиевого производства разных профессий, а также лиц, не занятых в данном производстве.

Список литературы

1. L. Campo, F. Rossella, S. Fustinoni. Development of a gas chromatography/mass spectrometry method to quantify several urinary monohydroxy metabolites of polycyclic aromatic hydrocarbons in occupationally exposed subjects. // J. Chromatog. B. 2008. V. 875. P. 531.
2. Ho-Sang Shin, Hyun-Hee Lim. Simultaneous determination of 2-naphtol and 1-hydroxypyrene in urine by gas chromatography-mass spectrometry // J. Chromatog. B. 2011. V. 879. P. 489

ИЗУЧЕНИЕ НАКОПЛЕНИЯ МАРКЕРОВ ПРИМЕНЕНИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС

Родин И.А., Байгильдиев Т.М., Вокуев М.Ф., Сарвин Б.А.,
Браун А.В., Рыбальченко И.В.

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия

igorrodin@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_45

В настоящее время существует серьезная угроза применения боевых отравляющих веществ (БОВ) в ходе террористических атак и военных столкновений. Наиболее часто применяются нервнопаралитические отравляющие вещества (НПОВ) и кожно-нарывные отравляющие вещества (КНОВ). Эти сильно ядовитые вещества при попадании в окружающую среду и организм человека и животных гидролизуются до характерных маркерных соединений. Анализ объектов окружающей среды позволяет установить факт предполагаемого применения БОВ и выявить их тип. Однако пробы воды и почвы не всегда надежны для проведения ретроспективного анализа. Маркеры НПОВ и КНОВ со временем могут быть вымыты с места применения грунтовыми водами или атмосферными осадками.

Данное исследование показывает потенциал использования растений в качестве удобного материала для ретроспективного анализа. Для этой цели в качестве модельного растения был выбран садовый кресс-салат (*Lepidium sativum*), так как его можно легко и быстро вырастить гидропоническим способом и перенести все растение из загрязненной среды в чистую воду. Растения были выращены в среде маркеров фосфорорганических НПОВ, сернистого и азотистого иприта для изучения их дальнейшего накопления. Для подготовки образцов применяли метод гомогенизации с последующим ультразвуковым экстрагированием. Разделение гидрофильных маркеров проводили на обращенно-фазовой колонке с полярным эндкеппингом. Масс-спектрометрическое детектирование осуществляли при помощи тандемного масс-спектрометра квадрупольного типа и при помощи системы квадруполь-времяпролетный масс-анализатор. В результате исследований было установлено, что после прекращения поступления маркеров БОВ растения могут сохранять анализируемые соединения не менее 5 недель, обеспечивая высокую ретроспективность анализа. Полученные результаты указывают на перспективность использования растений в качестве дополнительных объектов анализа при расследовании инцидентов, связанных с применением БОВ.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 21-33-70002 мол_а_мос.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ МОНОЛИТНЫХ КОЛОНОК ДЛЯ ВЭЖХ С ОРГАНИЧЕСКИМИ ПОЛИМЕРНЫМИ СОРБЕНТАМИСотникова Ю.С.^{1,2}, Патрушев Ю.В.^{1,2}, Сидельников В.Н.¹¹ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

*julias94@catalysis.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_46**

Монолитные колонки для ВЭЖХ отличаются от насадочных простотой приготовления, высокой проницаемостью, отсутствием усадки сорбента и возможностью приготовления неподвижных фаз с заданными свойствами на стадии синтеза. Существует 3 основных типа монолитных материалов: органические, неорганические и гибридные органо-неорганические. Использование органических монолитов дает возможность приготовить колонку в одну стадию, а также позволяет работать в более широком диапазоне pH по сравнению с колонками на основе неорганических монолитов.

В настоящей работе представлен способ создания и аналитические возможности органических монолитных колонок на основе сополимера стирола, дивинилбензола и азотсодержащих гетероциклических мономеров, в качестве которых использовали: 1-винилимидазол, 4-винилпиридин, 1-винил-2-пирролидон и 1-винил-1,2,4-триазол. На примере разделения тестовой смеси, состоящей из фенола, бензола и толуола, показано, что селективность колонок значительно отличается в зависимости от природы и количества функционального мономера в исходной полимеризационной смеси.

При оценке возможности разделения веществ различных химических классов было установлено, что удовлетворительное разделение белковых молекул можно провести на колонке с 1-винилимидазолом, разделение молекул полипропиленгликоля с молекулярными массами 250 и 425 г/моль, хлорпроизводных фенолов и нитросоединений – на колонке с 1-винил-2-пирролидоном, фенолов – на колонке с 4-винилпиридином, лекарственных препаратов и углеводов – на колонке с 1-винил-1,2,4-триазолом.

Зависимость логарифма фактора удерживания от состава подвижной фазы имеет минимум, что говорит о смешанном механизме удерживания на приготовленных колонках. Так, при содержании в подвижной фазе ацетонитрила менее 85% фактор удерживания фенола увеличивается с уменьшением доли ацетонитрила. Такое поведение характерно для обращенно-фазового механизма удерживания. Однако при доле ацетонитрила в подвижной фазе более 85% дальнейшее ее повышение приводит к увеличению фактора удерживания фенола, что характерно для гидрофильной хроматографии. На примере лекарственного препарата Аскофен-П продемонстрирована возможность разделения его компонентов в гидрофильном режиме на колонке с 1-винил-1,2,4-триазолом.

Сравнение хроматографических свойств приготовленной колонки с 1-винилимидазолом и коммерческой монолитной колонки на основе дивинилбензол-стирола RP-3U показало, что колонка RP-3U позволяет проводить анализ смеси белковых макромолекул, но получить разделение малых молекул не представляется возможным. В то время как на колонке с 1-винилимидазолом возможно провести разделение как крупных белковых молекул, так и малых молекул.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-90006.

**РЕШЕНИЕ ЗАДАЧ НЕФТЕПРОМЫСЛОВОЙ ХИМИИ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ**

Суховерхов С.В., Задорожный П.А., Трухин И.С.
ФГБУН Институт химии ДВО РАН, Владивосток, Россия
svs28@ich.dvo.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_47

При добыче, транспортировке и первичной подготовке нефти, и газа возникают проблемы, связанные с образованием различных эмульсий, осадков и отложений, коррозией добывающего оборудования и трубопроводов. Решение этих проблем основная задача нефтепромышленной химии – науки находящейся на стыке нефтехимии, аналитической, физической и коллоидной химии, а также ряда инженерных дисциплин.

Для удаления и предотвращения образования различных эмульсий, осадков и отложений необходимо знать их состав. Для решения этой задачи активно применяются хроматографические и масс-спектрометрические методы. Газовая хроматография (ГХ) и газовая хроматомасс-спектрометрия (ГХ/МС) широко используется для исследования состава асфальтосмолопарафиновых отложений (АСПО) на нефтедобывающем оборудовании и в трубопроводах. Метод пиролитической хроматомасс-спектрометрии (Пи-ГХ/МС) используют для идентификации остатков реагентов буровой и нефтепромышленной химии в нефти, газовом конденсате, различных осадках и отложениях. В сложных случаях для идентификации остатков реагентов в нефти и газовом конденсате необходимо применять двумерную газовую хроматомасс-спектрометрию (ГХ/ГХ/МС). Также метод ГХ/ГХ/МС чрезвычайно полезен при идентификации источников разлива нефти и нефтепродуктов в районах прохождения нефтепроводов.

Методом ГХ в пластовых и попутнодобываемых водах, растворах гликолей анализируют содержание насыщенных, непредельных и ароматических углеводородов, низших карбоновых кислот, продуктов разложения ингибиторов коррозии.

Методом ВЭЖХ в пластовых и попутнодобываемых водах определяют ионный состав, проводят мониторинг эффективности использования ингибиторов солеотложений. В растворах гликолей методом ВЭЖХ анализируют ионный состав, содержание карбоновых кислот, концентрацию полигликолей и их молекулярно-массовое распределение.

ВЭЖХ/МС высокого и низкого разрешения применяют для исследования состава ингибиторов коррозии, контроля эффективности применения ингибиторов коррозии для защиты подводных и наземных трубопроводов.

Использование хроматографических и масс-спектрометрических методов позволяет решать различные задачи нефтепромышленной химии и помогает обеспечению технологической и экологической безопасности при добыче и транспортировке нефти и газа.

Хроматографические и масс-спектрометрические исследования проводились с использованием оборудования ЦКП ДВЦСИ ИХ ДВО РАН.

ПРИМЕНЕНИЕ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ПРОДУКТОВ ГИДРОЛИЗА ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ОТРАВЛЯЮЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Корягина Н.Л., Савельева Е.И., Уколов А.И.

ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России, г.п. Кузьмоловский, Россия

nkoryagina@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_48

Проблема анализа неустойчивых, полярных и нелетучих органических соединений методом газовой хроматографии (ГХ) может быть решена с применением реакционной ГХ, предполагающей конверсию аналитов в летучие и стабильные производные. Широкое распространение метод реакционной ГХ получил в токсикологическом анализе при определении маркеров токсикантов в объектах окружающей среды (ООС) и биосредах ввиду того, что ГХ остается базовым методом в лабораториях химико-токсикологического профиля. Использование химических превращений нелетучих соединений позволяет значительно улучшить селективность определения, оптимизировать условия хроматографического разделения, установить/подтвердить структуру аналитов. Индексы удерживания дериватов аналитов являются дополнительным критерием подтверждения идентификации. Дериватизация может быть проведена непосредственно в пробе, в экстракте пробы, на твердом сорбенте или в инжекторе хроматографа. Выбор реагента в значительной степени зависит от матрицы объекта исследования, постановки задачи (разведочный или целевой анализ), имеющегося лабораторного оборудования.

Определение полярных, термически нестабильных продуктов гидролиза фосфорорганических отравляющих веществ (ФОВ) – *O*-алкилметилфосфонатов, методом ГХ традиционно проводят после их перевода в метильные, силильные или перфторированные производные [1]. В то же время поиск новых дериватирующих реагентов продолжается. В рамках подтверждения компетентности аккредитованной Организацией по запрещению химического оружия лаборатории химико-аналитического контроля и биотестирования ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России при определении продуктов гидролиза ФОВ в моче в качестве дериватирующего реагента был применен 2-бром-1-(2-метоксифенил)-этанон. Определяемые соединения извлекали из образцов мочи объемом 1 мл методом ТФЭ (Supelclean LC-Si, 500 mg/3 mL). Элюирование аналитов проводили водным раствором ацетонитрила (3:1) порционно (2x1мл). Элюат концентрировали в токе азота досуха. В сухой остаток добавляли 0,05 мл ацетонитрильного раствора 2-бром-1-(2-метоксифенил)-этанола с концентрацией 10 мг/мл и 0,01 г карбоната калия. Образец выдерживали при 80°C в течение 40 минут. Анализ образца проводили методом ГХ-МС/МС в режиме положительной химической ионизации. Подобранные условия были успешно применены к анализу тестовых образцов мочи, в которых были идентифицированы гидролитические метаболиты циклозарина – *O*-циклогексилметилфосфонат и зарина – *O*-изопропилметилфосфонат. Детектирование дериватов проводили в режиме мониторинга заданных реакций по m/z 245 → 149, 121 для 2-(4-метоксифенил)-2-оксоэтил)-(изопропил)метилфосфоната и по m/z 273 → 149, 121 для 2-(4-метоксифенил)-2-оксоэтил)-(циклогексил)метилфосфоната.

В докладе будет представлен опыт применения разных дериватирующих реагентов для определения продуктов гидролиза ФОВ в ООС и биопробах [2, 3].

Список литературы

1. Н.Л. Корягина, Е.И. Савельева, Н.С. Хлебникова и др. // Масс-спектрометрия. – 2015. – Т. 12. – № 4. – С. 236-246.
2. Корягина Н.Л., Савельева Е.И., Уколов А.И. и др. // Токсикологический вестник. – 2016. – Т. 137. – № 2. – С. 8-18.
3. Н.Л. Корягина, Е.И. Савельева, Д.С. Прокофьева и др. // Токсикологический вестник. – 2017. – №3. – С. 8-17.

Задача ВЭЖХ-разделения гомологов органических веществ, как известно, успешно решается использованием высокоуглеродистых стационарных фаз, имеющих высокую селективность по отношению к веществам, отличающимся на один и более атомов углерода. Однако, такие задачи, как, например, разделение родственных примесей в фармацевтическом анализе требует, как правило, более сложных типов селективности, чем классическая обращенная фаза на C_{18} -сорбентах. Одним из примеров может служить метод разделения родственных примесей в препарате «Аденурик» (действующее вещество – фебуксостат). По своей структуре примеси фебуксостата представляют собой гетероароматические и ароматические системы с полярными ионными и неионизирующимися заместителями. Добиться разделения на стационарной фазе C_{18} -сорбенте, как было установлено, невозможно, однако, при замене его на более низкоуглеродистый сорбент C_8 появляется возможность увеличения селективности к веществам с одинаковым количеством углерода, но разным типом полярных заместителей.

Такая замена приводит к падению разрешения между примесями гомологами. Было установлено, что одним из способов тонкой настройки селективности между веществами гомологами в условиях смешанного режима (обращенно-фазовый и ионный) является добавление больших количеств соли (более 50 ммоль). Одной из вероятных причин является высаливающий эффект соли и хаотропный эффект. Увеличение разрешения происходит только за счет увеличения селективности, а не за счет эффективности и удерживания. При этом, разрешение между молекулами остальных примесей и основным веществом не изменяется. На рис. 1 представлены результирующие хроматограммы, подтверждающие вышеуказанные утверждения.

Разработанная методика удовлетворяет всем валидационным критериям согласно требованиям ИСН [1] и внедрена на площадку производителя препарата. Стоит отметить, что в литературе не было найдено методик анализа, позволяющих контролировать качество препарата «Аденурик» по показателю «Родственные примеси» с удовлетворительным результатом.

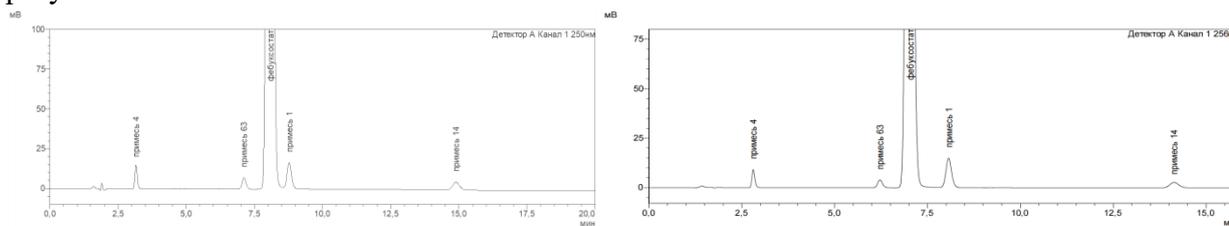


Рисунок 1 – Влияние добавки соли на разрешение между критической парой: а) хроматограмма тестовой смеси при 30 ммоль буфера в подвижной фазе (R_s между пиком фебуксостата и примесью 1 = 1,5); б) хроматограмма тестовой смеси при 80 ммоль буфера в подвижной фазе (R_s между пиком фебуксостата и примесью 1 = 3,1)

Список литературы

1. ICH Topic Q3B (R2) Impurities in new drug products CPMP/ICH/2738/99. – 2006.

**СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ:
ТВЁРДЫХ ЛИДАРОМ И ПАРА ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ**Тивилёва М.И.¹, Балдин М.Н.², Кихтенко А.В.², Аксёнов В.А.¹, Грузнов В.М.^{2,3,4}¹Сибирский филиал ФКУ НПО «СТиС» МВД России, Новосибирск, Россия²ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,
Новосибирск, Россия³Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия⁴Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

GruznovVM@ipgg.sbras.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_50

Представлены результаты одновременного определения следов взрывчатых веществ (ВВ) на поверхности объектов, содержащих ВВ в пропускных порталах безопасности. Лазерным дистанционным методом для идентификации твёрдых следов, и газохроматографическим методом для определения следов пара над твёрдыми следами.

Цель: экспериментальное сравнение методов по возможности определения следов ВВ с разной летучестью на поверхности объектов в антитеррористическом контроле. Использовали портативный поликапиллярный газовый хроматограф (ГХ) и лидарный обнаружитель (ЛО) ВВ на основе эффекта лазерной фрагментации/лазерно-индуцированной флуоресценции НО-фрагментов [1]. В качестве модельных объектов использовали картонную коробку с имитатором ВВ, укрываемую тканью и открытые эластичные имитаторы ВВ. Лидарное определение твёрдых ВВ осуществляли с 5 метров, отбор паров ВВ вихревым пробоотбором для анализа на ГХ - с расстояния 2-3 см от объекта.

Характеристики приборов и условий определения: ГХ - порог определения ТНТ 10^{-12} г в пробе, время отбора пробы на концентратор 5-10 секунд, время анализа и принятия решения 20-40 секунд, ЛО – порог обнаружения с дистанции 5 м: паров ТНТ - $(1-10) \times 10^{-13}$ г/см³, твёрдых следов на поверхности – 1 нг/см², время определения 10 секунд. Критерием обнаружения объектов было превышение сигнала над шумом.

Результаты экспериментального сравнения методов.

1. Имитатор ТНТ. Укрытый тканью (чёрным сатином) обнаруживается ГХ. Лидаром не обнаруживается объект, укрытый тканью, но обнаруживается открытый имитатор ТНТ.

2. Открытый имитатор гексогена. ГХ – не обнаруживается при комнатной температуре, но обнаруживается при облучении имитатора лазером. Объект обнаруживается ЛО.

3. Открытый имитатор ТЭН. При комнатной температуре не обнаруживается ГХ. Но обнаруживается ГХ при облучении имитатора лазером. Объект обнаруживается ОЛ.

4. ЛО эффективен в обнаружении ВВ по твёрдым следам, чем по парам. Эффективность дистанционного ЛО по сравнению с пробоотборным газоаналитическим ярко проявляется при обнаружении труднолетучих ВВ типа ТНТ, гексогена, ТЭН.

Список литературы

1. Gruznov V.M., Bobrovnikov S.M., Baldin M.N., Gorlov E.V., Vorozhtsov A.B., Tivileva M.I. The effect of the high efficiency of laser detection of objects containing explosives by solid traces detection compared to vapours detection//International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion, Volume 19, Issue 4, 2020, P. 319-327.

АНАЛИЗ ЛЕГКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ И СЕРНИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ПОРИСТОСЛОЙНЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ С НЕПОЛЯРНОЙ ФАЗОЙ

Яковлева Е.Ю.¹, Патрушев Ю.В.^{1,2}

¹ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия
yakovl@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_51

Приготовленная впервые капиллярная колонка размером 30 м x 0,53 мм со слоем поли(1-триметилсилил-1-пропина) (ПТМСП) толщиной 2,82 мкм по загрузочной емкости существенно превосходит коммерческую Rt-Q-BOND – 30 м x 0,32 мм x 10 мкм.

Продемонстрирована перспективность применения капиллярной колонки с ПТМСП для анализа природного газа и продуктов нефтепереработки, которая обусловлена высокой селективностью разделения бутен-бутановой фракции и сернистых соединений. Макрозона метана, содержание которого в смеси составляет более 90%, селективно отделяется от сопутствующих примесей. При этом время разделения смеси на колонке с ПТМСП примерно в 1.4 раза меньше, чем на коммерческой колонке Rt-Q-BOND.

Сравнительная оценка сходимости времен удерживания сернистых соединений на колонке с ПТМСП и коммерческой Rt-Q-BOND показала удовлетворительную повторяемость: относительное среднеквадратичное отклонение (ОСКО) не превышает 0.47%; ОСКО для измеренных площадей пиков составляет менее 1,92%.

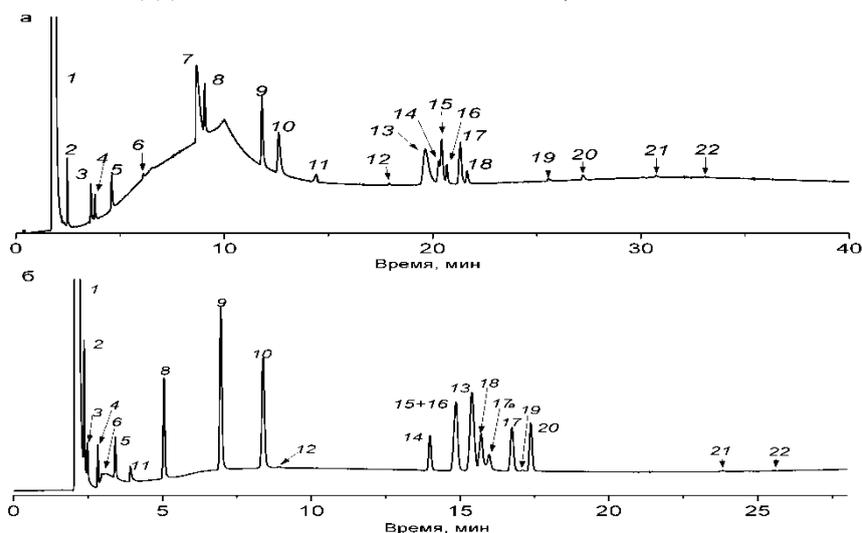


Рис. 1. Хроматограмма модельной смеси II **а**) на колонке **3** (Rt-Q-BOND), температура: 35 °С - 3 мин., нагрев со скоростью 5 °С/мин до 200 °С; **б**) на колонке **2** (ПТМСП), температура: 35 °С - 2 мин., нагрев со скоростью 7 °С/мин до 200 °С. 1 – метан, 2 – диоксид углерода, 3 – ацетилен, 4 – этилен, 5 – этан, 6 – сероводород, 7 – вода, 8 – карбонил сульфид, 9 – пропилен, 10 – пропан, 11 – диоксид серы, 12 – метил меркаптан, 13 – изобутан, 14 – 1,3-бутадиен, 15 – изобутен, 16 – 1-бутен, 17 – н-бутан, 17а - цис-2-бутен, 18 – транс-2-бутен, 19 – этил меркаптан, 20 – CS₂, 21 – изопропил меркаптан, 22 – пропил-меркаптан. Газ-носитель – гелий.

Работа выполнена при поддержке Федерального агентства научных организаций (проект № 17-117041710081-1, проект № 17-117041710078-1).

**ВКЛАД АНАЛИТИКИ СИБИРИ В РАЗВИТИЕ
МЕТОДОВ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ**

Грузнов В.М.^{1,2,3}, Балдин М.Н.¹, Макась А.Л.¹, Науменко И.И.¹

¹ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,
Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

³Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия
gruznovvm@ipgg.sbras.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_52

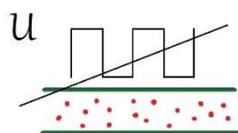
Химическая аналитика Сибири внесла существенный вклад в развитие портативных газоаналитических средств определения следовых количеств взрывчатых веществ (ВВ). Основные решённые проблемы: быстрое эффективное разделение веществ достигнуто созданием поликапиллярных колонок (ПКК), быстрое концентрирование достигнуто на сетчатых концентраторах в режиме проскока до 80%, дистанционный отбор пробы с увеличением площади сбора достигнут изобретением вихревого отбора; для чувствительной регистрации веществ созданы способы спектрометрии приращения ионной подвижности (СПИП), ионизационного детектирования с перестраиваемой селективностью (ИДПС). Сформулированы достижения, мирового уровня. В области технологии ПКК – изобретение коррелированной загрузки неподвижной жидкой фазы в капилляры разного диаметра со степенью корреляции, зависящей от объема V_S неподвижной фазы в капилляре и площади поперечного сечения капилляра:

$$n = \frac{V_S}{S} \frac{\partial V_S}{\partial S} > 1 \quad (1)$$

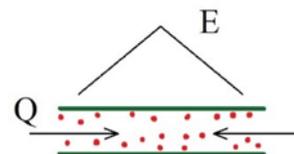
Экспрессное концентрирование паров ВВ за несколько секунд достигнуто оптимизацией потока через концентратор по критерию максимальной скорости накопления массы ВВ при условии, что проскок β молекул через концентратор определяется потоком Q воздуха с паром ВВ через концентратор и потоком ВВ к поверхности сорбента:

$$\beta = \exp(-Q_d/Q).$$

Способ СПИП основан на разделении ионов по подвижности в двух электрических полях, приложенных поперёк движения газа-носителя с пробой ВВ: одного переменного поля, другого медленно увеличивающегося (МУ) [1, 2]. Селекция ионов осуществляется МУ полем.



В способе ИДПС используется атмосферный воздух в качестве газа-носителя. Устранение ионов кислорода воздуха и частичная селекция ионов по подвижности осуществляются оптимизацией величин напряжённости поля E вдоль камеры разделения и величины потока, встречного относительно прямого Q .



В результате создана серия портативных, высокочувствительных с порогом на два порядка лучше мирового уровня, быстродействующих (до 30 сек), малопотребляющих (до 50 Вт) обнаружителей ЭХО и их гражданских модификаций:



ЭХО-М



ЭХО-В



Шпинат-М1



ЭХО- СПИП



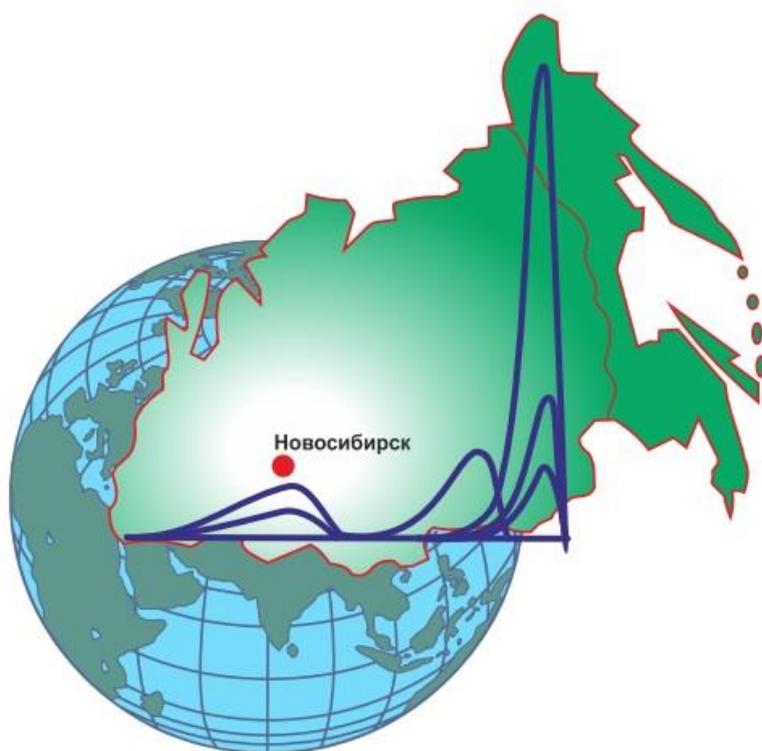
ЭХО-ФИД

Список литературы

1. Горшков М.П. Способ анализа примесей в газах. Бюллетень изобретений № 38. 1982.
2. Buryakov I.A.// Int. J. For Ion Mobil. Spect., 2001, V.4, No.2, pp.112-116.

СЕКЦИЯ VII

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ



НЕКОТОРЫЕ СТРАТЕГИИ ПОЛУЧЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ НОВОГО КАЧЕСТВА ПРИ АНАЛИЗЕ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ МС-ИСПКолотов В.П.

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

Москва, Россия

*kolotov@geokhi.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_53**

Получение результатов химического анализа нового качества при проведении исследований в области геохимии, космохимии и др. дисциплинах является ключевым условием достижения прорывных результатов, генерации новых знаний. Под новым качеством аналитических результатов здесь понимается возможность проведения определений с более низким пределом обнаружения, корректно оцененной неопределенностью измерений, высоким пространственным разрешением, правильностью или при использовании уникальных решений (технических, вычислительных и т.п.). МС-ИСП является сегодня ведущим методом определения ультранизких концентраций элементов и/или изотопов как в варианте валового, так и локального анализа.

Валовый анализ обычно предусматривает разложение пробы. Качество разложения определяет успех анализа в целом, внося основной вклад в общую неопределенность результатов анализа. К тому же, это трудоемкий и длительный этап, определяющий общую производительность. А для выявления природных закономерностей обычной практикой является анализ большого числа проб. Разложение в открытых сосудах не теряет своей привлекательности в силу высокой производительности, меньшей стоимости, большей гибкости, например, за счет возможности добавления реагентов по ходу процесса, возможности полного удаления кремния. Нами разработана оригинальная конструкция системы разложения, а также максимально формализованные процедуры анализа, что обеспечивает одновременное разложение нескольких десятков проб пород с предсказуемым результатом при минимальном участии аналитика.

С использованием статистических методов на основе СУБД разработана программа оценки накопления погрешности на всех этапах процедуры измерения. Итогом работы программы является многомерная модель результатов анализа, которая обеспечивает достоверность и гибкость при проведении их интерпретации.

Для определения сверхнизких концентраций РЗЭ (например, в ряде ультраосновных пород) предложено использовать их концентрирование на углеродных нанотрубках (УНТ), с последующим их растворением и определением РЗЭ. Для коррекции выхода РЗЭ сорбируемых УНТ использован метод изотопного разбавления для определения Nd, Dy и Yb. Разработан интерполяционный метод для оценки необходимой коррекции для других РЗЭ.

Альтернативой методу МС-ИСП растворов, может служить использование лазерной абляции как для локального, так и валового анализа. Приведены примеры применения лазерной абляции для локального анализа геологических образцов, включая высокоразрешающее профилирование [1] и валового анализа мелкоизмельченных компактированных образцов. Обсуждаются и подходы, связанные с использованием уникальных систем оборудования, например, разделенного потока вещества после лазерной абляции (LASS) для мультиэлементного и изотопного анализа [2].

Список литературы

1. E. Cook, M. Portnyagin, et. al. Quaternary Science Reviews 181 (2018) 200-206.
2. Соболев А.В. (частное сообщение).

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант 19-03-00953.

**ПРОБЛЕМЫ, ВОЗМОЖНОСТИ И ОГРАНИЧЕНИЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭПГ В
ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ ИСП-МС**

Гребнева-Балюк О.Н., Кубракова И.В.

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

Москва, Россия

*grebneva@geokhi.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_54**

Геохимические исследования поведения элементов платиновой группы (ЭПГ) и золота в природных процессах важны для решения многих фундаментальных и прикладных задач и требуют накопления большого объема аналитической информации о содержаниях этих элементов в объектах сложного состава на уровне ppb-ppm. Однако если проблему определения следов (ppm) этих элементов можно считать решенной, то поиск новых путей определения ультраследовых содержаний ЭПГ (ppb и ниже) постоянно продолжается. Наиболее перспективно для этих целей использование масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), обеспечивающей одновременное определение всей группы ЭПГ на уровне долей ppb, уникальную возможность измерения изотопных отношений и высокую производительность анализа.

Серьезным ограничением ИСП-МС являются спектральные и неспектральные помехи, которые генерируются изобарными и полиатомными ионами.

Для получения достоверной информации пользователем современного аналитического оборудования при определении следов ЭПГ первостепенное значение имеет анализ способов учета или устранения возникающих мешающих влияний, а также выбор и корректное применение этих способов.

В докладе детализируются наиболее важные аспекты ИСП-МС определения следовых и ультраследовых содержаний ЭПГ и золота. Для подавления/устранения помех используются инструментальные способы: метод «холодной плазмы»; введение в плазму веществ-модификаторов; десольватация вводимого аэрозоля; введение суспензий; электротермическое испарение; лазерная абляция. Обсуждаются преимущества и недостатки столкновительных/реакционных ячеек [1].

В качестве альтернативы инструментальным способам рассматриваются неинструментальные (химические) способы подавления/устранения помех различного происхождения, а также метод изотопного разбавления [1].

Обсуждаются наиболее перспективные подходы к решению задачи определения следов ЭПГ в природных материалах [2].

Список литературы

1. Гребнева-Балюк О.Н., Кубракова И.В. Определение элементов платиновой группы в геологических объектах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой: возможности и ограничения // ЖАХ. 2020. Т.75. № 3. С.195.
2. Тютюнник О.А., Набиуллина С.Н., Аносова М.О., Кубракова И.В. Определение следовых содержаний элементов платиновой группы и золота в ультраосновных породах с использованием сорбентов AG-8X и LN-Resin методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // 2020. ЖАХ. Т.75. № 6.

**МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С ИОНИЗАЦИЕЙ
ИЗЛУЧЕНИЕМ ЛАЗЕРНОЙ ПЛАЗМЫ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ**Гречников А.А.¹, Никифоров С.М.²¹ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
Москва, Россия²ФГБУН Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия
grechnikov@geokhi.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_55

В 2000-е годы в практику масс-спектрометрии вошли и получали интенсивное развитие методы ионизации органических соединений при атмосферном давлении. К настоящему времени разработано большое число таких методов, которые сформировали новое направление масс-спектрометрии – «ambient ionization mass spectrometry». Их отличительная особенность заключается в возможности проведения прямого анализа твердых, и жидких образцов сложного состава, и в том числе, биологических образцов, без или с минимальной пробоподготовкой.

В докладе представлен новый метод ионизации химических соединений при атмосферном давлении, основанный на использовании излучения лазерной плазмы – метод APLPI (Atmospheric Pressure Laser Plasma Ionization) [1]. Лазерная плазма представляет собой нестационарную плазменную среду, возникающую вблизи поверхности при воздействии импульсного лазерного излучения на твердую мишень, и является источником жесткого ультрафиолетового (УФ) излучения. Интенсивности УФ-излучения достаточно для создания высокой концентрации первичных ионов, которые обеспечивают последующую мягкую ионизацию определяемых органических соединений в результате ионно-молекулярных взаимодействий.

Рассмотрена инструментальная реализация метода, основанная на сочетании ионного источника с времяпролетным масс-анализатором типа Q-TOF и орбитальной ионной ловушкой “Orbitrap”. Исследованы различные лазерные системы и найдены оптимальные условия анализа твердых, жидких и газообразных образцов без процедуры предварительной подготовки проб. Представлены результаты исследования параметров плазмы, создаваемой на поверхности металлической мишени при атмосферном давлении: спектр излучения, электронная температура, время существования плазмы.

Показано, что в зависимости от физико-химических свойств определяемых соединений регистрируются различные виды ионов аналитов. Можно выделить следующие основные каналы ионизации: перенос протона с образованием протонированных молекул; реакции присоединения с образованием ионов вида $[M+NH_4]^+$ или $[M+H_3O]^+$; фотоионизация или перезарядка с образованием молекулярных ионов; окисление и постиионизация. Обсуждаются возможные механизмы ионизации.

Аналитические возможности метода продемонстрированы на ряде примеров, включающих:

- on-line анализ атмосферы;
- быстрый скрининг фармацевтических препаратов, в частности, для выявления фальсифицированной продукции;
- построение масс-спектрометрических изображений, в том числе - отпечатков пальцев по органическим соединениям, и биологически активных соединений в биологических тканях;
- диагностика онкологических заболеваний на основе анализа летучих компонентов биологических жидкостей.

Список литературы

1. Пенто А.В., Никифоров С.М., Симановский Я.О., Гречников А.А., Алимпиев С.С. // Квант. электрон. 2013. Т.43. №1. С.55.

**РАЗВИТИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ ИОНИЗАЦИИ
АЭРОДИНАМИЧЕСКИМ/ТЕРМИЧЕСКИМ РАСПАДОМ КАПЕЛЬ
ПРИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ.**

Шевень Д.Г., Первухин В.В.

ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
sh_dim@ngs.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_56

Предложен способ ионизации аэрозоля для масс-спектрометрии при окружающих условиях – ионизация аэродинамическим/термическим распадом капель. (Aerodynamic Thermal Breakup Droplet Ionization – ATBDI). Система ионизации была установлена на масс-спектрометр 6130 Quadrupole MS (Agilent) вместо коммерческого источника ионизации электрораспылением (ESI). За счет простоты реализации и эксплуатации, источник с ATBDI ионизацией может стать хорошим дополнением к ионизации электрораспылением и химической ионизации при атмосферном давлении (APCI), широко представленным коммерчески.

Были рассмотрены возможные механизмы ионизации анализируемых соединений из полярных растворителей.

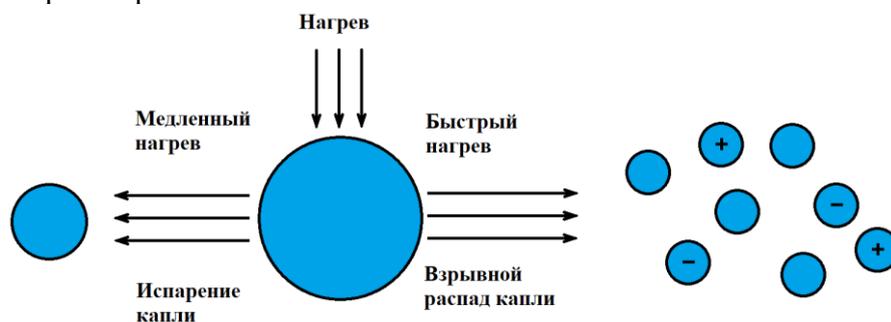


Рис. 1. Распад капли при нагревании.

Оптимизированы условия для метода ионизации аэродинамическим/термическим распадом капель по таким параметрам как температура всасывающего капилляра, расстояние между всасывающим капилляром и входным капилляром масс-спектрометра, норма потока через всасывающий капилляр.

Проведен масс-спектрометрический анализ ряда металлоорганических комплексов, наркотических и взрывчатых соединений с ATBDI ионизацией. В качестве полярных растворителей использовали воду, этанол, ацетонитрил.

Изучены каталитические возможности микрокапель при термическом разложении ряда взрывчатых соединений.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Правительства Новосибирской области, проект № 20-48-540004.

ВНЕЛАБОРАТОРНЫЙ ГХ/МС АНАЛИЗ В ЦЕЛЯХ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Макась А.Л., Кудрявцев А.С., Трошков М.Л.

ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,
Новосибирск, Россия
atakas@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_57

Для решения задач по обеспечению химической безопасности важную роль выполняют внелабораторные анализы, которые позволяют оперативно идентифицировать токсичные компоненты, оценить уровень загрязнения.

В Лаборатории полевых аналитических и измерительных технологий ИНГГ СО РАН в рамках создания полевой и бортовой масс- и хромато-масс-спектрометрической аппаратуры специального назначения развиваются две аналитические платформы:

- 1) на базе магнитного масс-анализатора с электронной ионизацией [1];
- 2) на базе миниатюрного фильтра масс с химической ионизацией при атмосферном давлении [2].

Разработанные технические решения по этим направлениям уже реализованы в двух приборах, предназначенных для специального химического контроля, которые прошли все стадии разработки, приняты на снабжение в ВС РФ, и выпускаются серийно. В том числе мобильный хромато-масс-спектрометр МХМС «Навал», который используется в передвижных лабораториях специального контроля и корабельный масс-спектрометрический газосигнализатор АГФ-2.

В докладе представлены особенности технических решений и примеры применения разработанной полевой аппаратуры для решения задач обеспечения химической безопасности в гражданской сфере, в частности:

- определение продуктов био- и геотрансформации технологических отходов в газоаэрозольных выбросах техногенных геохимических аномалий [3];
- экспрессный анализ стойких органических загрязнителей, аккумулированных в кожном сале человека [4];
- исследование эмиссии труднолетучих органических веществ из полимерных материалов [5].

Список литературы

1. Makas A.L., Troshkov M.L. Field gas chromatography - mass spectrometry for fast analysis // Journal of chromatography B. – 2004. – Т. 800. – № 1-2. – С. 55-61
2. Makas A.L., Troshkov M.L., Kudryavtsev A.S., Lunin V.M. Miniaturized mass-selective detector with atmospheric pressure chemical ionization // Journal of chromatography B. – 2004. – Т. 800. – № 1-2. – С. 63-68
3. Bortnikova S.B., Yurkevich N.V., Abrosimova N.A., Devyatova A.Y., Edelev A.V., Makas A.L., Troshkov M.L. Assessment of emissions of trace elements and sulfur gases from sulfide tailings // Journal of Geochemical Exploration.
4. Makas A.L., Troshkov M.L., Kudryavtsev A.S. Evaluation of direct flash thermal desorption inlet system for rapid combined GC/MS analysis of VOC in exhaled breath and SVOC in skin surface lipids // Breath Summit 2018 (Maastricht, Netherlands, June 17-20, 2018): Abstracts. - Maastricht, 2018. - С. 87-87
5. Петров В.А., Дубняков И.В., Ефименко И.И., Куданов Я.В., Макась А.Л., Кудрявцев А.С., Трошков М.Л. Предварительный контроль источников пожарной опасности. Основные аспекты и реперы предварительного противопожарного контроля // Безопасность жизнедеятельности. - 2018. - № 4. - С. 44-49

КОНТРОЛЬ ЭМИССИИ ПОЛУЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ В РЕАЛЬНОМ ВРЕМЕНИ С ПОМОЩЬЮ МС ХИАД

Кудрявцев А.С., Макась А.Л., Трошков М.Л.

ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,
Новосибирск, Россия
kudryavcevas@ipgg.sbras.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_58

Практичность современных полимерных материалов в значительной степени определяется полуволетучими органическими соединениями (ПЛОС): пластификаторы, антиоксиданты, стабилизаторы и т.д. Медицинские исследования показали, что некоторые из них являются эндокринными дизрапторами [1]. Попадая в организм, они связываются с рецепторами гормонов и оказывают гормоноподобные эффекты, а также нарушают секрецию гормонов эндокринными железами. Список веществ, ограниченных для применения из-за риска для здоровья, регулярно расширяется. Таким образом, важным является изучение процессов массового переноса ПЛОС внутри помещений, особенно в воздухе.

В работе исследована эмиссия ПЛОС с поверхности полимерных материалов. Сначала с помощью ГХ/МС идентифицировались выделяющиеся вещества из образцов, а затем измерялась зависимость эмиссии концентрации выделяющихся веществ от температуры с помощью масс-спектрометра с химической ионизацией при атмосферном давлении (МС ХИАД) [2] с непрерывным вводом.

Был проанализирован ряд бытовых и промышленных материалов. Получены экспериментальные зависимости скорости эмиссии от температуры. Скорость эмиссии ПЛОС зависит от давления насыщенного пара и поверхностной концентрации. Соотношение этих двух факторов различается для различных веществ, что отражается в полученных температурных зависимостях. Полученные данные можно использовать для разработки систем предаварийного контроля источников пожарной опасности [3].

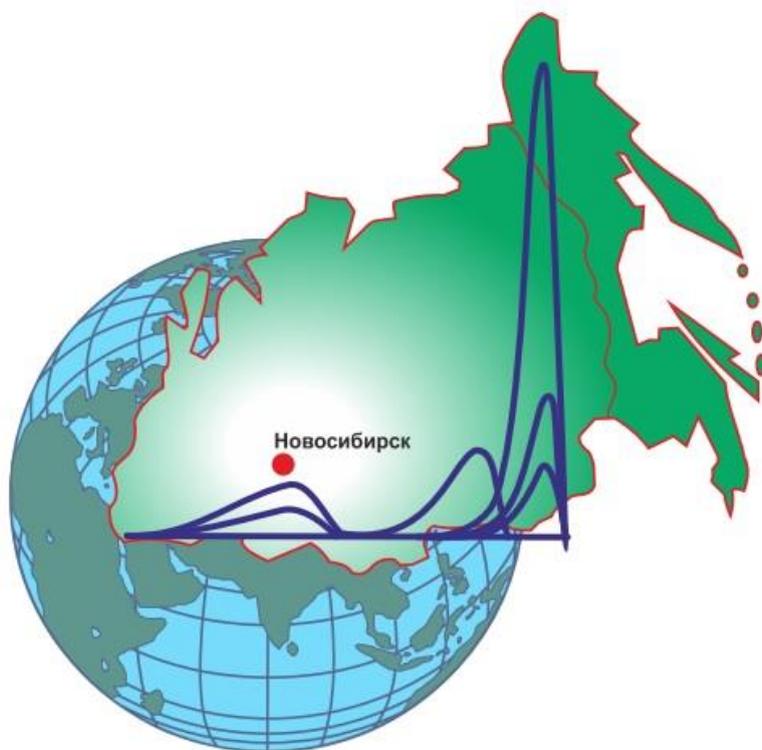
В работе также показана возможность быстрой идентификации веществ, добавляемых в полимерные материалы, например, состав пластификаторов, используя мазковый отбор и быстрый ГХ/МС ХИАД анализ.

Список литературы

1. Yilmaz B., Terekci N., Sandal S. et al. Endocrine disrupting chemicals: exposure, effects on human health, mechanism of action, models for testing and strategies for prevention // Rev. Endocr. Metab. Disord. 2020. V. 21. P. 127.
2. Makas A.L., Troshkov M.L., Kudryavtsev A.S., Lunin V.M. Miniaturized mass-selective detector with atmospheric pressure chemical ionization // Journal of chromatography B. 2004. T. 800. № 1-2. С. 63
3. Петров В.А., Дубняков И.В., Ефименко И.И., Куданов Я.В., Макась А.Л., Кудрявцев А.С., Трошков М.Л. Преаварийный контроль источников пожарной опасности. Основные аспекты и реперы предаварийного предожарного контроля // Безопасность жизнедеятельности. 2018. № 4. С. 44

СЕКЦИЯ VIII

АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ, БИОЛОГИЧЕСКИХ, ПРИРОДНЫХ И МЕДИЦИНСКИХ ОБЪЕКТОВ



НОВЫЕ ПОДХОДЫ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА ОБЪЕКТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГИБРИДНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗАШуваева О.В.^{1,2}, Волчек В.В.¹, Шевень Д.Г.¹, Романова Т.Е.^{1,2}¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

*olga@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_59**

Несмотря на широкое применение гибридных методов в анализе, их использование для изучения состава сложных смесей в растворе, как правило, ориентировано на модельные системы. Последнее обусловлено тем, что для идентификации компонентов смеси необходимы индивидуальные соединения, доступность которых весьма ограничена. Поэтому разработка новых подходов для идентификации веществ неизвестного состава в отсутствие или при ограниченных возможностях использования индивидуальных соединений представляется актуальной проблемой, как неорганической синтетической химии, так и экологической химии.

В работе представлен подход, в основе которого лежит сочетание различных методов разделения с элемент- и масс-селективными детекторами (ВЭЖХ-ИСП-АЭС, ВЭЖХ-ИСП-МС, ВЖХ-ЭСИ-МС и КЭ-ИСП-МС). Для решения подобных задач предложены различные методологические приемы, в числе которых: оценка стехиометрических соотношений элементов, в регистрируемых аналитических сигналах (ВЭЖХ или КЭ) в координатах «время удерживания (или электрофоретической миграции) - интенсивность линии в ИСП-АС (ИСП-МС)»; детектирование масс ионов с учетом возможного формирования ассоциатов, образующихся в процессе электро-спрей ионизации, в том числе при взаимодействии с компонентами подвижной фазы в ВЭЖХ-ЭСИ-МС, а также использование закономерностей электрофоретической миграции исследуемых компонентов с учетом их УФ-Вид-спектральных характеристик.

Разработанная методология с успехом применена для исследования состава смесей неорганических соединений: комплексных полиоксометаллатов различного состава, полиядерных оксигидроксикомплексов родия. Следует отметить, что промежуточная информация о составе компонентов смеси, полученной в процессе неорганического синтеза, позволяет, с одной стороны, судить о механизме его протекания, а с другой – выбрать верное направление на пути к целевому продукту путем варьирования условий синтеза. Кроме того, использование данного подхода применительно к природным объектам позволило идентифицировать формы связывания элементов на примере кадмия и ртути в растениях в процессе биоаккумуляции.

Список литературы

1. Volchek, V.V., Shuvaeva, O.V., Berdyugin, S.N., Vasilchenko, D.B., Korenev, S.V. The study of Rh (III) hydroxocomplexes using capillary zone electrophoresis with a UV-Vis detector: The development of the method. Dalton Trans. 2019. V. 48, P. 12707-12712.
2. Volchek, Berdyugin, S.N., Shuvaeva, O.V., Sheven, D.G., Vasilchenko, D.B., Korenev, S. V. Rh(III) hydroxocomplexes speciation using HPLC-ESI-MS. Analytical Methods, 2020, 12:2631-2637.
3. T.E. Romanova, O.V. Shuvaeva. Identification of the binding forms of cadmium during accumulation by water hyacinth. Chem. Spec. & Bioavailability, 2015, 27:3, 139-145.
4. T.E. Romanova, O.V. Shuvaeva. Fractionation of Mercury in Water Hyacinth and Pondweed from Contaminated Area of Gold Mine Tailing. Water Air Soil Pollut, 2016. 227:171.

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ
АНТРОПОГЕННЫХ ИСТОЧНИКОВ НА ПРИРОДНЫЕ СРЕДЫ**

Коковкин В.В.^{1,2}, Шуваева О.В.^{1,2}, Морозов С.В.^{2,3}, Полякова Е.В.^{1,2},
Бейзель Н.Ф.^{1,2}, Рапута В.Ф.^{2,4}

¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

³ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

⁴Институт вычислительной математики и математической геофизики СО РАН,
Новосибирск, Россия

DOI: 10.26902/ASFE-11_60

Основными природными средами в окрестностях антропогенных источников, которые аккумулируют их выбросы, являются растительный покров, почва и снег. Однако наиболее подходящим для изучения длительного воздействия на окружающую среду представляется снеговой покров, в котором поллютанты практически не подвергаются процессам трансформации в сравнении с растительностью и почвой.

Авторами доклада за период с середины 90-х годов исследовано большое число объектов с различной пространственно-временной структурой выбросов (точечной, линейной и площадной), в числе которых котельная Завода конденсаторов, Новосибирский оловокомбинат, ТЭЦ-5, Чернореченский цементный завод, Новосибирский электродный завод, а также участок автотрассы Советского шоссе г. Новосибирска.

Отбор проб в окрестностях этих источников проводился по определенным маршрутам, учитывающим розу ветров, орографию местности, систему дорог и др. факторы. Для изучения состава водорастворенной и взвешенной частей снегового покрова применяли электрохимические методы анализа (рН, минерализация, карбонатная щелочность), капиллярный электрофорез (ионный состав, включая натрий, калий, кальций, магний, хлорид, сульфат, нитрат), хромато-масс-спектрометрию (полиароматические полициклические углеводороды) и атомно-эмиссионную спектрометрию с индуктивно связанной плазмой (содержание макро- и микроэлементов).

По результатам исследований установлены бинарные корреляции компонентов проб для определения состава выбросов. Данные по пространственной динамике с применением моделей распространения моно- и полидисперсных примесей использованы для построены схем аэрозольных выпадений в окрестностях источников, а также для оценки мощности эмиссии источника и скорости оседания аэрозольных частиц.

Проверка правильности полученных результатов осуществлялась как с использованием стандартных образцов, так и по соответствию результатов моделям распространения аэрозольных частиц.

Определение химического состава природных и измененных под действием техногенеза веществ является основой большинства исследований, выполняемых в науках о Земле и жизни (геология, геохимия, океанология, агрохимия, биохимия, фармакология и т.д.), а также в производственных областях (экологический мониторинг, поиски полезных ископаемых, производство продуктов питания и лекарств, переработка сырья и отходов и т.д.). Достоверные, сопоставимые между собой результаты разных аналитических методов необходимы, чтобы надёжно охарактеризовать изучаемые объекты и перенос вещества в природных и технологических процессах. Получение такой информации требует значительных финансовых затрат. Несопоставимые данные снижают результативность научных исследований, поэтому продолжается развитие общего подхода к оценке качества химического анализа и его пригодности для решения конкретных практических задач.

Стандартные образцы (СО) являются одним из средств обеспечения единства измерений, основным способом оценки правильности результатов и надежности методик анализа даже при применении самых современных приборов [1, 2]. Необходимость увеличения номенклатуры СО вытекает из недостаточной обеспеченности геоанализа референтными материалами, особенно твердыми веществами, такими как: горные породы, рудное и нерудное минеральное сырье, продукты его переработки, почвы, донные отложения, растительная биота и т.д. Вследствие широчайшего разнообразия составов анализируемых геосред создание единой универсальной номенклатуры СО не представляется возможным. Однако направления развития зависят от актуальности объектов и методов, и процедур анализа (градуировка, валидация и верификация методик, оценка квалификации лабораторий).

В докладе обоснована необходимость разработки матричных СО; рассмотрены проблемы выбора объектов – кандидатов в СО; особенности пробоподготовки, оценивания гранулометрического состава, неоднородности и стабильности материала природных и техногенных сред; установления представительной аналитической массы; планирования аттестационных исследований и сравнения аналитических методов; составление и ранжирование основных источников неопределенности для конкретного кандидата в СО; приемы демонстрации прослеживаемости аттестованных значений. Приведены конкретные примеры использования СО в целях совершенствования существующих и разработки новых методов (методик) элементного и вещественного состава. Применение многокомпонентных СО, имеющих в качестве аттестованных до 50 и выше показателей, способно обеспечить реальное увеличение экспрессности и повышение эффективности исследований в геоанализе. Показана перспективность и объективные трудности разработки многопараметрических СО состава и свойств для развития микро- и нанотехнологий [3].

Список литературы

1. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы геологических материалов и объектов окружающей среды: проблемы и решения // Журн. аналит. химии. 2017. Т. 72. № 2. С. 129.
2. анализа // Журн. аналит. химии. 2019. Т. 74. № 9. С. 643.
3. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. О многопараметрических стандартных образцах, необходимых для анализа геологических проб на драгоценные металлы // Тез. докл. III Международн. науч. конф. "Стандартные образцы в измерениях и технологиях", Екатеринбург, 2018. С. 41.

КОРРЕКЦИЯ МАТРИЧНЫХ ВЛИЯНИЙ ПРИ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОДНОЙ СТАНДАРТНОЙ ДОБАВКИ

Садагов Ю.М.¹, Тютюнник О.А.², Кубракова И.В.², Садагов А.Ю.¹, Бирюкова И.В.¹

¹ООО «КОРТЭК», Москва, Россия

²ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
Москва, Россия

sadagov@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_62

Развитие спектрометрических методов анализа требует разработки методических и инструментальных подходов, обеспечивающих устранение и коррекцию матричных влияний при градуировке аналитического прибора по простым градуировочным образцам, поскольку стандартные образцы состава, близкие анализируемому, для многих объектов отсутствуют.

Для ряда широко используемых методов, например, атомно-абсорбционной спектрометрии (в отличие от спектрометрии с ИСП), градуировочные зависимости описываются существенно нелинейной функцией насыщения. В работе [1] в качестве первичной метрологической характеристики используется функция преобразования аналитического сигнала от массы аналита. На примере исследования функций преобразования зеемановского ЭТАА спектрометра КВАНТ.Z разработан простой способ установления двухпараметрической функции преобразования (встроенной градуировки прибора) и метод коррекции матричных влияний по одной стандартной добавке во всем диапазоне функции преобразования. Предлагаемый подход апробирован при определении следовых компонентов в растворах после кислотного разложения природных объектов (в частности, образцов илистых почв из коллекции Программы международного тестирования геоаналитических лабораторий GeoPT (усреднены результаты более чем 90 участников программы)).

Результаты определения следов элементов в почвах методом ЭТААС, мкг/г

Образец	<i>Te</i>		<i>Se</i>		<i>Sb</i>		<i>Cd</i>	
	Найдено методом одной добавки	Данные GeoPT						
VIM-1	0,05	(0,05)	1,06	(1)	1,24	1,63	0,42	0,39
NES-1	0,10	(0,1)	1,09	(1)	1,23	1,16	0,25	0,27

Результаты определения следов элементов в почвах методом ИСП-АЭС, мкг/г

Образец	<i>As</i>		<i>Pb</i>	
	Найдено методом одной добавки	Найдено при определении с внешней градуировкой	Найдено методом одной добавки	Найдено при определении с внешней градуировкой
VIM-1	13,2	12,3	47,4	53,1
NES-1	9,4	9,0	23,0	23,0

Показано, что метод одной стандартной добавки упрощает процедуру анализа и снижает систематическую погрешность определения.

Список литературы

1. Садагов Ю. М., Левин А. Д., Бирюкова И. В. Функции преобразования в электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии // Измерительная техника. 2021. №4.

**ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ОТЛОЖЕНИЙ
БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ**Вторушина Э.А.¹, Низамеев М.С.¹, Вторушин М.Н.¹, Чижов П.С.²¹АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпилемана»,
Ханты-Мансийск, Россия²Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия

VtorushinaEA@nacrn.hmao.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_63

Нефтематеринские отложения баженовской свиты (БС) Западной Сибири являются самой большой в мире сланцевой формацией и относятся к нетрадиционным трещинным коллекторам [1]. Фильтрационно-емкостные и флюидоизолирующие свойства пород, влияющие на миграцию и образование залежей углеводородов, в большей степени определяются литологическим составом отложений. Изучение изменения минерального состава пород под воздействием флюидов, мигрирующих из залежей нефти, лежит в основе построения минерально-геохимической модели, а также дает дополнительную информацию при оценке перспектив поисковых площадей [2].

В настоящее время основным методом определения минералогического состава пород является рентгеновская дифракция. Однако полиминеральность, неоднородность и обогащенность органическим веществом делают породы БС чрезвычайно сложным объектом для анализа и показывают невозможность применения стандартных подходов.

Целью исследования была разработка методики определения пороодообразующих и аксессуарных минералов в образцах керна баженовской свиты методом рентгеновской дифракции, включая оценку соотношения глинистых минералов во фракции 0,01 мм.

Исследования проводили на рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA.

В ходе экспериментов была выбрана оптимальная схема пробоподготовки порошковых проб кернавого материала для полнопрофильного анализа и ориентированных препаратов для определения соотношения глинистых минералов. Проведена сравнительная оценка качества дифрактограмм, получаемых с использованием двух детекторов – точечного энергодисперсионного и позиционно-чувствительного.

Количественный анализ неориентированных (порошковых) образцов и уточнение параметров элементарных ячеек минеральных фаз проводили по методу Ритвельда с применением программного комплекса Siroquant. В зависимости от литотипа пород были определены порядок и параметры уточнения, позволяющие получать корректные данные. Проанализированы и систематизированы ошибки уточнения по методу Ритвельда при анализе пород БС, приводящие к недостоверным результатам. С целью уменьшения времязатрат было разработано программное обеспечение XRDServer, позволяющее автоматизировать процесс количественного фазового анализа. Для каждого литотипа было создано несколько файлов-шаблонов, которые использовали для обработки дифрактограмм в автоматическом режиме.

Для определения соотношения глинистых минералов во фракции 0,01 мм на модельных смесях были рассчитаны коэффициенты, связывающие между собой соотношение интегральных интенсивностей рефлексов различных фаз и соотношение их массовых долей.

Список литературы

1. Петухов А.В. Теория и методология изучения структурно-пространственной зональности трещинных коллекторов нефти и газа. – Ухта, 2002. – 276 с.
2. Серебренникова О.В. Геохимические методы при поиске и разведке нефти и газа: Учебное пособие. – РИЦ ЮГУ, 2008. – 172 с.

**ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА УФ-Вид СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ
ДЛЯ АНАЛИЗА НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ И НАНОСИСТЕМ**

Ларина Т.В.

ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
*viktanlar@mail.ru; larina@catalysis.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_64**

Метод УФ-Вид спектrophотометрии широко используется для анализа физико-химических, структурных и оптических свойств материалов различного назначения, полученных химическими и физическими способами.

Метод УФ-Вид спектrophотометрии – один из немногих неразрушительных физико-химических методов анализа, который позволяет работать с исследуемым твердым материалом, не прибегая к различным их пробоподготовкам, что делает данный метод экспрессным и более доступным для рутинного анализа образцов.

Метод УФ-Вид спектrophотометрии является количественным методом для анализа примесей в пробах в виде растворов или монокристаллов. Как качественный метод анализа – он хорошо подходит для исследования проб в виде твердого тела, например, металлических пластин, порошков, таблеток или пыли.

Метод УФ-Вид спектrophотометрии позволяет исследовать состояние d элементов, как на поверхности массивного образца, так и в его объеме. Чаще всего данный метод используют для исследования электронного состояния d элементов в истинных растворах, а также для определения их степени окисления и координационного числа в комплексах, массивных и нанесенных кислородсодержащих системах. Данный метод широко применяется для установления природы взаимодействия нанесенных или примесных d элементов между собой как в условиях реальных растворов, так и в твердых пробах, например, в кислородсодержащих матрицах – всевозможных наносистемах и новых материалах различного назначения.

Исследование электронного состояния и координационного окружения d катионов, как модификаторов кислородсодержащих систем, является очень важным для катализа и других областей науки, например, твердотельной электроники, энергоемких материалов, твердотельной керамики и других строительных материалов. Особенно интересным является изучение методом УФ-Вид спектrophотометрии в режиме диффузного отражения электронного состояния d элементов в составе гетерогенных катализаторов, поскольку компоненты катализаторов почти всегда находятся в рентгеноаморфном или высокодисперсном состояниях, и имеют малые концентрации модифицирующих компонент. При данных условиях другие физические методы исследования являются малоинформативными. При этом при регистрации спектра отражения не наблюдается каких-либо воздействий на образец и изменения его физико-химических свойств во время съемки, поскольку энергия обоих источников излучения сравнительно мала, а глубина проникновения луча при анализе образца в виде порошка или гранул составляет порядка миллиметра.

Метод УФ-Вид спектrophотометрии идеально подходит для исследования образцов на всех стадиях их приготовления: от исходных растворов, через все промежуточные соединения, до конечного продукта – материалов различного назначения, что является наиболее экономически выгодным решением при организации Научно-исследовательских лабораторий для комплексного анализа при управлении свойствами и контроле качества выпускаемой продукции на Промышленных предприятиях.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания Института катализа СО РАН (проект АААА-А21-121011890074-4).

Исследования методом УФ-Вид спектроскопии выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Национальный центр исследования катализаторов».

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА, РАЗМЕРОВ И МОРФОЛОГИИ ТВЕРДЫХ НАНОЧАСТИЦ В ВОЗДУХЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Цыганкова А. Р.^{1,2}, Волженин А. В.¹, Сапрыкин А. И.^{1,2}

¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

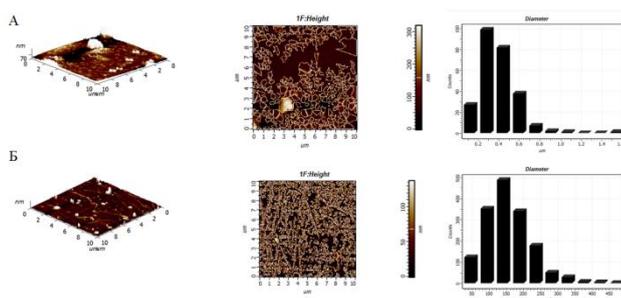
alphiya@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_65

В промышленных помещениях в ходе обработки, наплавки, шлифовки деталей, сварки и др. в воздух рабочей зоны (ВРЗ) попадают твёрдые микро- и наночастицы различного состава. В процессе работы, образующиеся частицы вместе с воздухом попадают в дыхательные пути рабочего, становясь причиной лёгочных заболеваний, например, хронической обструктивной болезни легких.

В настоящей работе проведено изучение элементного состава и морфологии частиц в ВРЗ кузнечного пресса, пескоструйного участка, шлифовального, домны. Для отбора использовали аспиратор и барботёры различных конструкций. Элементный состав твёрдых аэрозолей воздуха определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП). Для этого поглотительный раствор, содержащий частицы ($V = 3-135$ мл) упаривали под ИК-лампой до объёма 50-100 мкл. Далее концентраты подвергали АЭС ИСП анализу с использованием спектрометра высокого разрешения iCAP-6500 фирмы «Thermo Scientific». Твёрдого аэрозоль в ВРЗ содержит кузнечного цеха следующие элементы: Al (0,056-0,28), B(0,021-0,058), Ba(0,009-0,028), Ca(0,38-0,39), Cd(0,019), Cr(0,019), Cu(0,007-0,012), Fe(0,049-0,35), K(0,23-0,35), Mg(0,037-0,20), Mn(0,002-0,007), Na(0,46-0,48), Ni(0,0021), P(0,018), S(3-5), Si(1,2-3,5), Sr(0,0021-0,0023), Ti(0,012-0,48), Zn(0,069-0,10 нг/л воздуха). Морфологию частиц – размеры, форму и локальный состав определяли методом сканирующей электронной микроскопии (Zeiss EVO MA 15 фирмы «Karl Zeiss»). Предварительная пробоподготовка заключалась в упаривании, переносе на кремниевую пластину и полном высушивании. Распределение частиц по размеру изучали методом атомно-силовой микроскопии (Ntegra Prima II (NT-MDT, Россия)). Как видно по рис. 1, большинство исследованных твёрдых частиц относятся к диапазону 300-600 нм.

Рис. 1. А – АСМ микрофотографии и распределение для наночастиц на кремниевой подложке. Б – данные для чистого кремния.



В рамках данного исследования расширена область знаний о твёрдых частицах в воздухе промышленных предприятий, развит подход к всесторонней физико-химической характеристике данных частиц.

Работа выполнена при поддержке РФФ, номер проекта – 19-74-30011.

СОВМЕСТНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРНЫХ ПАРАМЕТРОВ И СЧЁТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА

Садагов А.Ю.¹, Левин А.Д.²¹ООО «КОРТЭК», Москва, Россия

²ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», Москва, Россия
anton.sadagov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_66

Авторами доклада предложены и реализованы два усовершенствования метода динамического рассеяния света (ДРС), расширяющие его возможности по характеристике наночастиц в жидких средах. Оба подхода реализованы в новом малогабаритном анализаторе ДРС АРН-4.

1. Определение счетной концентрации наночастиц в суспензиях [1, 2]

Данный подход, позволяющий, совместно с измерением размерных параметров наночастиц с помощью ДРС, определять их счетные концентрации без использования каких-либо образцов сравнения. Для этого необходимо обеспечить в приборе ДРС возможность измерения, наряду с гидродинамическим диаметром наночастиц d_H , также их оптической плотности A . Эта оптическая плотность связана со счетной концентрацией сферических наночастиц n соотношением (1)

$$A(\lambda_0) = \frac{\pi \cdot a^2 \cdot Q_{ext}(\lambda_0, a, m_{компл.}) \cdot l \cdot n}{\ln 10} \quad (1)$$

Здесь λ_0 – длина волны, на которой измерено значение оптической плотности, a – радиус частицы, l – длина оптического пути в кювете, а $Q_{ext}(\lambda_0, a, m_{компл.})$ – эффективность экстинкции, которая может быть вычислена для сферических частиц при помощи теории рассеяния Ми, если предположить, что радиус частиц $a = \frac{d_H}{2}$. Для вычислений необходимы также значения действительной и мнимой части относительного комплексного показателя преломления наночастиц в жидкости $m_{компл.}$. Вычислив таким образом $Q_{ext}(\lambda_0, a, m_{компл.})$ и используя измеренное значение оптической плотности $A(\lambda_0)$, можно с помощью формулы (1) определить счетную концентрацию наночастиц n . Данный подход был опробован на разных типах частиц, в т.ч. золотых.

2. Оценка размеров наночастиц в многокомпонентных коллоидных системах [3]

Данный подход метод предполагает использование метода динамического рассеяния света для измерений размеров наночастиц и их распределений по размерам в том случае, если наночастицы добавлены в сложную коллоидную систему (плазму крови или другую биологическую жидкость), содержащую частицы близких размеров. Выделение вклада добавляемых частиц в рассеяние осуществляется методом деполяризованного динамического рассеяния света (для анизотропных частиц) или с помощью обработки экспериментальных данных (для изотропных частиц). В докладе приведены примеры определения размеров золотых наночастиц и липосом, добавленных в неразбавленную плазму крови.

Список литературы

1. Левин А.Д., Нагаев А.И., Садагов А.Ю. Определение счётной концентрации и размеров наночастиц при измерениях методом динамического рассеяния света. Измерительная техника. №8. 2018, № 8, стр. 14-19
2. Патент РФ 2610942. Способ оптического измерения счетной концентрации дисперсных частиц в жидких средах и устройство для его осуществления, Левин А.Д., Садагов А.Ю.
3. Левин А.Д., Садагов А.Ю. и др. Оценка размеров наночастиц в многокомпонентных коллоидных системах методом динамического рассеяния света, Измерительная техника, 2017, № 11, стр. 15-18

**МЕТОД ДИАГНОСТИКИ ПРИ РАЗРАБОТКЕ СОСТАВОВ И СПОСОБОВ
МОДИФИКАЦИИ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ**

Шевченко В.Г., Еселевич Д.А., Конюкова А.В.

ФГБУН Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург, Россия

*shevchenko@ihim.uran.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_67**

Порошкообразный алюминий находит все более широкое применение в различных областях науки и техники. Основными сферами использования являются металлургия, машиностроение, производство взрывчатых веществ различного назначения. В работах, на примерах разработки алюминиевых порошков повышенной реакционной способности, модифицированных порошков для традиционных методов порошковой металлургии и составов для инновационной области производства изделий методом 3Д печати, показана эффективность совместного использования термоаналитических методов (ДТА, ДСК, ТГ), масс-спектрометрии, рентгеновского фазового анализа *in situ* с применением источника синхротронного излучения [1-4].

Преимущества перечисленных аналитических методов состоит в возможности получения информации непосредственно в процессе протекания процессов, определяющих сферы их практического применения, либо в условиях близких к реальным.

Список литературы

1. Пат. РФ № 2509790. Способ активации порошка алюминия / В.Г. Шевченко, Д.А. Еселевич, А.В. Конюкова, В.Н. Красильников. Оpubл. 20.03.2014. Бюл. № 8.
Шевченко В.Г., Еселевич Д.А., Попов Н.А. [и др.]. Окисление порошка АСД-4, модифицированного V_2O_5 // *Физика горения и взрыва*, 2018, 54 (1), 65-71.
2. В.Г. Шевченко, В.Н. Красильников, Д.А. Еселевич, А.В. Конюкова. Окисление порошкообразного алюминия после модификации поверхности формиатами Mn, Fe, Co и Ni // *Физикохимия поверхности и защита материалов*, 2019, 55 (1), 25-32.
3. В.Г. Шевченко, Д.А. Еселевич, Н.А. Попов [и др.]. Физико-химические исследования порошка Al-Cu и материала на его основе, полученного в неоптимальных условиях 3Д-печати // *Физикохимия поверхности и защита материалов*, 2019, 56 (4), 362-368.

Работа выполнена в соответствии с государственным заданием Института химии твердого тела УрО РАН № АААА-А19-119031890028-0.

МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕДЬ-ЖЕЛЕЗО СМЕШАННОГО ОКСИДА СО СТРУКТУРОЙ КУБИЧЕСКОЙ ШПИНЕЛИ

Почтарь А. А., Комова О.В., Нецкина О.В.

ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия

*po4tar@catalysis.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_68**

Феррит меди является широко исследуемым оксидом в силу его высокопроводящих и магнитных свойств, а также разнообразных каталитических применений. В докладе представлены результаты применения стехиографического метода дифференцирующего растворения (ДР) для определения химического состава медь-железосодержащих катализаторов со структурой кубической шпинели. Применение метода ДР было обусловлено его безэталонной природой, возможностью проведения количественного фазового анализа с высокой чувствительностью как кристаллических, так и аморфных образцов.

Методом ДР были исследованы образцы ферритов меди, синтезированные горением глицин-нитратных предшественников, прокаленные при температуре 300, 700 и 1100 °С. Метод послойного горения глицин-нитратного предшественника является одним из эффективных способов получения наноразмерных частиц медь-железо смешанного оксида структуры кубической шпинели [1,2]. Присутствие меди в структуре кубической шпинели CuFe_2O_4 сложно подтвердить рентгенографическим методам без дополнительных исследований, поскольку структуры Fe_3O_4 и $\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_{2+x}\text{O}_4$ обладают близкими параметрами решётки. Однако, стехиометрия является важной характеристикой, определяющей свойства синтезируемых образцов феррита меди. Использование метода ДР позволило установить, содержание и стехиометрию феррита меди, а также состав примесных фаз, состоящих из оксидов меди, оксидов железа. Активность синтезируемых образцов ферритов меди была изучена в реакции каталитического гидролиза, а также гидротермолиза амминборана [2], который является перспективным способом получения водорода при температуре окружающей среды.

Список литературы

1. Симагина В.И., Комова О.В., Одегова Г.В., Нецкина О.В., Булавченко О.А., Почтарь А.А., Кайль Н.Л. Исследование медь-железо смешанного оксида со структурой кубической шпинели, синтезированного методом горения // Журнал прикладной химии. 2019. Т.92. №1. С.24-34.
2. Komova O.V., Odegova G.V., Gorlova A.M., Bulavchenko O.A., Pochtar A.A., Netskina O.V., Simagina V. Copper-Iron Mixed Oxide Catalyst Precursors Prepared by Glycine-Nitrate Combustion Method for Ammonia Borane Dehydrogenation Processes // International Journal of Hydrogen Energy. 2019. V.44. N44. P.24277-24291.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания Института катализа СО РАН (проект № АААА-А21-121011390006-0).

ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ НА ДВУХСТРУЙНОМ ДУГОВОМ ПЛАЗМОТРОНЕ С ИСКРОВЫМ ПРОБООТБОРОМКупцов А.В.^{1,2}, Волженин А.В.², Лабусов В.А.¹, Сапрыкин А.И.^{2,3}¹ФГБУН Институт автоматизации и электрометрии СО РАН, Новосибирск, Россия²ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия³Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

kuptsov@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_69

Двухструйная дуговая плазма (ДДП) является перспективным источником возбуждения спектров для атомно-эмиссионного спектрального анализа. Плазматрон позволяет использовать мощность до 10-15 кВт и применяется для прямого анализа порошкообразных образцов. Плазматрон применяют в первую очередь для анализа твердых проб, которые вводят в плазму в виде порошка. Данный способ характеризуется высокой стабильностью аналитического сигнала, простотой и универсальностью. Для анализа металлов и сплавов необходим перевод проб в оксидную форму или растворение с последующим выпариванием и высушиванием твердого остатка. В данной работе показана возможность использования альтернативного способа ввода пробы в плазму ДДП – искрового пробоотбора.

Принцип действия основан на воздействии искрового разряда, создаваемого между поверхностью проводящего образца и электродом из вольфрама. Образующийся в результате воздействия искрового разряда на поверхность проводящего образца твердый аэрозоль транспортируется потоком инертного газа (аргона) в источник возбуждения спектров. Целью данной работы была оценка аналитических возможностей метода атомно-эмиссионной спектроскопии на двухструйном дуговом плазматроне с искровым пробоотбором. В работе использовали ДДП «Факел» и установку «Аспект» (ВМК-Оптоэлектроника) [1].

Изучено влияние операционных параметров плазматрона (скорость транспортирующего и плазмообразующего газов) и устройства искрового пробоотбора (время обсыхания, частота и длительность импульса) на величину аналитического сигнала. Выбраны оптимальные рабочие параметры плазматрона и искрового разряда, обеспечивающие высокое соотношение сигнал/фон и неселективность пробоотбора. Показано, что максимальное значение аналитического сигнала (отношение интенсивности аналитической линии к сигналу фона) реализуется при частоте импульса 500 Гц, длительности импульса 150 мкс, расходе транспортирующего и плазмообразующего газов 0,9 и 3,5 л/мин соответственно. Пределы обнаружения примесей при анализе сталей методом ДДП-АЭС в сочетании с искровым пробоотбором составили $n \cdot 10^{-5}$ % мас. для Mn и V; $n \cdot 10^{-4}$ % мас. для Cr, Cu и Ni; $n \cdot 10^{-3}$ % мас. для Mo и Si, что сопоставимо с пределами обнаружения при ИСП-АЭС анализе сталей из растворов [2]. При этом метод характеризуется простотой и экспрессностью.

Список литературы

1. Лабусов В.А. Заводск. лаборатория. Диагностика материалов // 2015. Т. 81. № 1(II). С.12.
2. Yakubenko E.V., et al. / Inorganic Materials. 2015. V. 51. №. 14. P. 1370.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-31-27001.

КОНТРОЛЬ ЧИСТОТЫ И БЕЗОПАСНОСТИ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ НА ПРИМЕРЕ ПРОИЗВОДНОГО (–)-ИЗОПУЛЕГОЛА, ОБЛАДАЮЩЕГО АНАЛЬГЕТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТЬЮ

Ластовка А.В.^{1,2}, Фадеева В.П.^{1,2}, Ильина И.В.¹, Рогачев А.Д.^{1,2},
Волчо К.П.¹, Салахутдинов Н.Ф.^{1,2}

¹ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия
nast.lastovka@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_70

Методики контроля чистоты и безопасности лекарственных средств, описанные в Фармакопее РФ, перестают удовлетворять постоянно изменяющимся требованиям к качеству физиологически активных веществ (ФАВ), фармацевтических субстанций и лекарственных препаратов, поэтому необходимо создание новых и совершенствование уже существующих методик, что является актуальной задачей современного фармацевтического анализа.

В отделе медицинской химии Новосибирского института органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН было получено новое производное монотерпеноида (–)-изопулегола – (2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-диметил-2-(тиофен-2-ил)октагидро-2H-хромен-4-ол (**1**) (рис. 1), которое сочетает высокую анальгетическую активность в тестах висцеральной боли и низкую острую токсичность, имеет эффект пролонгированного действия при пероральном введении.

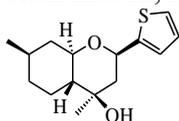


Рис. 1. Структурная формула (**1**) (2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-диметил-2-(тиофен-2-ил)октагидро-2H-хромен-4-ола (производное монотерпеноида (–)-изопулегола, производное 2H-хромена, фармацевтический агент, физиологически активное вещество)

Совершенно очевидно, что фармацевтические продукты от ФАВ до готовой лекарственной формы должны быть наиболее полно охарактеризованы комплексом физико-химических методов. Контроль качества рассматриваемого ФАВ включал исследование физико-химических свойств [1]; разработку и валидацию методики идентификации технологических примесей и определения содержания действующего вещества методом ВЭЖХ-УФ [2]; разработку и валидацию методики определения остаточных органических растворителей методом ГХ-ПИД [3]; установление содержания элементных примесей методом МП-АЭС. Для построения фармакокинетического профиля были разработаны и валидированы четыре биоаналитические методики определения ФАВ в плазме и цельной крови животных методом ВЭЖХ-МС/МС в сочетании с экстракцией сухого пятна матрицы и экстракции на модифицированном целлюлозном носителе [4].

В результате разработаны и валидированы методики контроля качества нового физиологически активного вещества и, на основе полученных данных, создан стандартный образец предприятия.

Список литературы

1. Ластовка А.В., Фадеева В.П., Ильина И.В., Курбакова С.Ю., Волчо К.П., Салахутдинов Н.Ф. Исследование физико-химических свойств и разработка методики количественного определения (2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-диметил-2-(тиофен-2-ил)октагидро-2H-хромен-4-ола, обладающего высокой анальгетической активностью // Зав. лаб. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 10. С. 11-17.
2. Ластовка А.В., Фадеева В.П., Ильина И.В., Салахутдинов Н.Ф. Аналитический контроль субстанции производного (–)-изопулегола – соединения с анальгетической активностью – по показателям “технологические примеси” и “действующее вещество” // Хим.-фарм. журн. 2020. Т. 54. № 2. С. 30-35.
3. Ластовка А.В., Яковлева Е.Ю., Коллегов В.Ф., Фадеева В.П., Салахутдинов Н.Ф. Определение остаточных органических растворителей методом газовой хроматографии в субстанции (2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-диметил-2-(тиофен-2-ил)октагидро-2H-хромен-4-ол, обладающей анальгетической активностью // Зав. лаб. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 9. С. 13-20.
4. Lastovka A.V., Rogachev A.D., Iina I.V., Kabir A., Volcho K.P., Fadeeva V.P., Pokrovsky A.G., Furton K.G., Salakhutdinov N.F. Comparison of dried matrix spots and fabric phase sorptive extraction methods for quantitation of highly potent analgesic activity agent (2R,4aR,7R,8aR)-4,7-dimethyl-2-(thiophen-2-yl)octahydro-2H-chromen-4-ol in rat whole blood and plasma using LC-MS/MS // J. Chromatogr. B. 2019. V. 1132. P. 121813

СИНТЕЗ, ИЗУЧЕНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ, РАЗРАБОТКА И ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДИК КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ В КРОВИ КРЫС НОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ МОНОТЕРПЕНОВ, ОБЛАДАЮЩИХ АНТИФИЛОВИРУСНОЙ АКТИВНОСТЬЮ

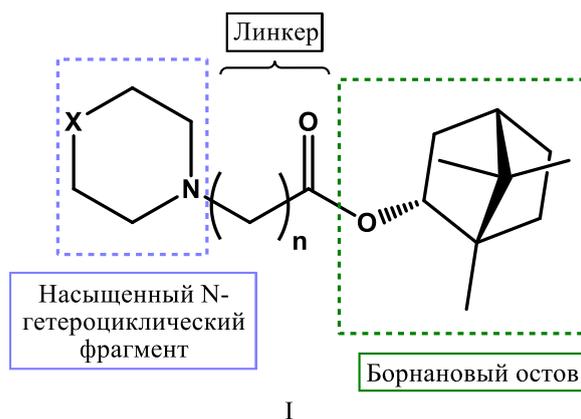
Путилова В.П.^{1,2}, Рогачев А.Д.^{1,2}, Яровая О.И.^{1,2}, Салахутдинов Н.Ф.^{1,2}

¹Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Новосибирск, Россия

²ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, Новосибирск, Россия
valya1put1@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_71

Синтезированные по разработанной ранее в лаборатории физиологически активных веществ НИОХ СО РАН методике гибридные соединения структуры I, показали высокий уровень антивирусной активности, в частности в отношении филовирусов Эбола и Марбург [1-2]. Данные соединения содержат несколько фармакофорных структур: борнанный остов и N-гетероциклы, связанные между собой линкером – сложным эфиром с различной длиной цепи.



В данной работе с использованием метода ВЭЖХ-МС/МС представлен метод анализа одного из соединений I, названного как AS-358, где $n=2$, $X=CH_2$. Изучена его стабильность *in vitro* в различных биологических жидкостях (кровь и плазма крови крысы), содержащих разные антикоагулянты, показано, что сложноэфирная связь в линкере гидролизует ферментами крови. Тем не менее, при использовании NaF в качестве добавки к консерванту происходило ингибирование ферментов, в результате чего скорость гидролиза заметно снижалась. Это позволило разработать методику количественного определения AS-358 в цельной крови крысы с использованием метода ВЭЖХ-МС/МС и валидировать ее по необходимым параметрам. Разработанная методика была использована для изучения фармакокинетики соединения AS-358 после перорального введения крысам.

С целью нахождения метаболически стабильных соединений, также обладающих антивирусной активностью, благодаря присутствующим фармакофорным структурам, были синтезированы аналоги соединений типа I, содержащие простой эфир в качестве линкера. Для соединений, проявивших наилучшую антифиловирусную активность, разработаны методики количественного определения в крови крыс и изучена фармакокинетика.

Список литературы

1. Патент 2697716 Российская Федерация. Гидрохлорид 1,7,7-триметилбицикло [2.2.1]гептан-2-ил 3-(пиперидин-1-ил)пропионат, используемый в качестве ингибитора вируса Эбола / О.И. Яровая, А.С. Соколова, Д.Н. Щербаков, А.В. и др.; заявитель и патентообладатель НГУ, ФБУН ГНЦ ВБ "Вектор", НИОХ СО РАН – опубл. 19.08.2019, Бюл. № 23.
2. A. Kononova, A. Sokolova, S. Cheresiz, O. Yarovaya, and et al. N-Heterocyclic borneol derivatives as the inhibitors of Marburg virus glycoprotein-mediated VSIV pseudotype entry // Med. Chem. Commun. 2017. V. 8. N 12. Pp 2233-2237.

**МЕТОД ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
ЭПИКУТИКУЛЯРНЫХ ЛИПИДОВ НАСЕКОМЫХ**

Морозов С.В.^{1,2}, Черняк Е.И.¹, Ганина М.Д.^{1,3}, Карпова М.А.^{1,2}, Тюрин М.В.⁴,
Ярославцева О.Н.⁴, Крюков В.Ю.⁴

¹ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

³ФГБУН Институт химической биологии и фундаментальной медицины СО РАН,
Новосибирск, Россия

⁴ФГБУН Институт систематики и экологии животных СО РАН, Новосибирск, Россия
morozov@nioch.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_72

Кутикулярная химия объединяет многообразие химических реакций, протекающих в покровах насекомых и обеспечивающих синтез веществ, проявляющих барьерные свойства поверхностных слоев, обеспечивающих жизнедеятельность и регулирующих взаимодействие организма с внешней средой на разных стадиях онтогенеза. Изучение состава кутикулярного слоя насекомых является одним из направлений при исследовании формирования их защитных реакций и атакующих механизмов энтомопатогенов (в частности, грибов) в ходе коэволюции. Соединения, входящие в состав эпикутикулы, являются хемотаксономическими признаками насекомых, участвуют в меж- и внутривидовой коммуникации, являются сигнальными веществами.

Метод газовой хромато-масс-спектрометрии использован для исследования состава липидов эпикутикулярного слоя личинок колорадского жука *Leptinotarsa decemlineata* Say [1], личинок саранчевых *Locusta migratoria*, *Calliptamus italicus* и вошинной огневки *Galleria mellonella*. Показано, что основными соединениями являются предельные, непредельные, нормальные и метилразветвленные углеводороды, свободные и связанные карбоновые кислоты и спирты. Для идентификации соединений получены высокоинформативные хроматографические профили ("отпечатки пальцев", "fingerprint"). Идентификация углеводородов проведена по наблюдаемым молекулярным ионам, ионам (M-15)⁺ и характеристичным ионам, соответствующим разрыву C–C связи в местах разветвления, анализу путей фрагментации молекулярных ионов, линейным индексам удерживания. Для близких по строению метилразветвленных углеводородов использовался разработанный критерий выявления характеристичных ионов путем статистической обработки масс-спектров нормальных и метилразветвленных углеводородов и методика «ионной экстракции». Для идентификации липидных соединений также были использованы литературные данные по биохимическим путям синтеза метилразветвленных углеводородов, составу эпикутикулярных липидов насекомых и специализированные базы масс-спектральных данных.

Полученные данные имеют существенное значение для понимания фундаментальных механизмов адаптации и эволюции резистентности насекомых к энтомопатогенным грибами разработки альтернативных, экологически безопасных способов регуляции численности насекомых-вредителей.

Список литературы

1. Tomilova O.G., Yaroslavtseva O.N., Ganina M.D., Tyurin M.V., Chernyak E.I., Senderskiy I.V., Noskov Y.A., Polenogova O.V., Akhanev Y.B., Kryukov V.Y., Glupov V.V., Morozov S.V. Changes in antifungal defence systems during the intermolt period in the Colorado potato beetle. *Journal of Insect Physiology*. 2019. Vol. 116. P. 106-117. <https://doi.org/10.1016/j.jinsphys.2019.05.003>.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФ № 18-74-00085.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ
ФЕНОЛЬНЫХ АНТИОКСИДАНТОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ:
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПРОБЛЕМЫ**

Вершинин В.И.

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, Омск, Россия

vyvershinin@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_73

Недавно проведенные в ОмГУ исследования показали, что традиционный способ спектрофотометрической оценки суммарного содержания (c_{Σ}) фенольных антиоксидантов в пищевых продуктах с помощью реактива Фолина-Чокальтеу (ФЧ) дает хорошо воспроизводимые, но систематически завышенные результаты [1]. Выявленные в ходе анализа модельных смесей полифенолов систематические погрешности статистически значимы; при использовании галловой кислоты в качестве стандарта значения погрешностей (δ_c) доходят до 50 % отн. Основной источник погрешностей – внутригрупповая селективность сигналов, вызванная разной стехиометрией взаимодействия ФЧ с индивидуальными полифенолами. Другой источник погрешностей выявлен впервые, это неаддитивность светопоглощения продуктов восстановления ФЧ смесями полифенолов. Исключить эти погрешности, меняя условия анализа, не удастся. При анализе реальных объектов к ним добавляются погрешности, вызванные взаимодействием ФЧ с малоактивными восстановителями, не обладающими антиоксидантной активностью [2].

Замена реактива ФЧ более слабыми окислителями, например системой $Fe^{3+} + 2,2$ -дипиридил (метод FRAP) снижает внутригрупповую селективность и исключает неаддитивность сигналов, что повышает точность определения полифенолов в модельных смесях ($\delta_c < 20$ % отн.). Результаты определения c_{Σ} по методу FRAP менее чувствительны к присутствию посторонних веществ, в частности, углеводов. Продолжительность анализа единичных проб (как и пределы обнаружения полифенолов) методами ФЧ и FRAP приблизительно одинаковы. Следовательно, целесообразна замена традиционного способа контроля качества чая, вин и других пищевых продуктов по показателю «суммарное содержание полифенолов» (ГОСТ 14502-1-2010) более точным и более специфичным для полифенолов методом FRAP. Анализ одних и тех же пищевых продуктов методом FRAP в двух независимых лабораториях с использованием разных методик измерения сигналов дал довольно близкие результаты; расхождения результатов в большинстве случаев не значимы [3]. Это подтверждает пригодность метода FRAP для объективной оценки c_{Σ} .

Интервальные оценки c_{Σ} рассчитывали по значениям c^* с учетом внутригрупповой селективности сигналов [4]. Такие оценки не зависят от выбора стандарта и от того, какие именно полифенолы присутствуют в анализируемой пробе. Границы интервала могут быть вычислены непосредственно по величине аналитического сигнала, то есть без использования стандартного вещества. Выражение результатов анализа пищевых продуктов в интервальной форме без пересчета на произвольно выбранный стандарт обеспечивает метрологическую корректность этих результатов. Однако полученные по методу FRAP интервалы возможных значений c_{Σ} на порядок шире доверительных интервалов, вычисляемых по Стьюденту и учитывающих лишь случайные погрешности измерений. Для улучшения используемой нами системы интервальных оценок необходимо дальнейшее нивелирование чувствительности определения индивидуальных антиоксидантов.

Список литературы

1. Вершинин В.И., Белова Е.В. // Аналитика и контроль. 2019, Т.19, № 3 С.314-322.
2. Everett J.D. [et al.] // J. Agric Food Chem. 2010, V. 58, № 14. Pp. 8139–8144.
3. Цюпко Т.Г. [и др.] // Аналитика и контроль. 2019, Т.19, № 1. С.143-151.
4. Vershinin V.I., Isachenko N.A., Brilenok N.S // J. Anal. Chem. 2016. V.71, № 4. Pp.351-358.

ОСНОВЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ БАЗЫ ДАННЫХ ГУМИНОВЫХ КИСЛОТ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ ИК-ЭКСПЕРТ

Дерябина Ю.М., Тихова В.Д., Корнакова Т.А.

ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия
dyulik@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_74

Гуминовые кислоты (ГК) представляют собой сложную смесь высокомолекулярных природных органических соединений, извлекаемых щелочными растворами из почв, торфа, угля и сапропеля. Важность систематизации данных о ГК обусловлена их необычайным разнообразием и широким использованием в различных областях. В настоящее время накоплено огромное количество фактического материала для гуминовых кислот, полученного различными аналитическими методами. На основе представленных и накопленных в течение многих лет данных по исследованию ГК возможно создание базы данных по гуминовым кислотам – с оцифрованными спектрами, отражающими их состав по структурным фрагментам, физико-химическими характеристиками и другой соответствующей информацией. Для этого предлагается использовать систему ИК-ЭКСПЕРТ, созданную в НИОХ СО РАН.

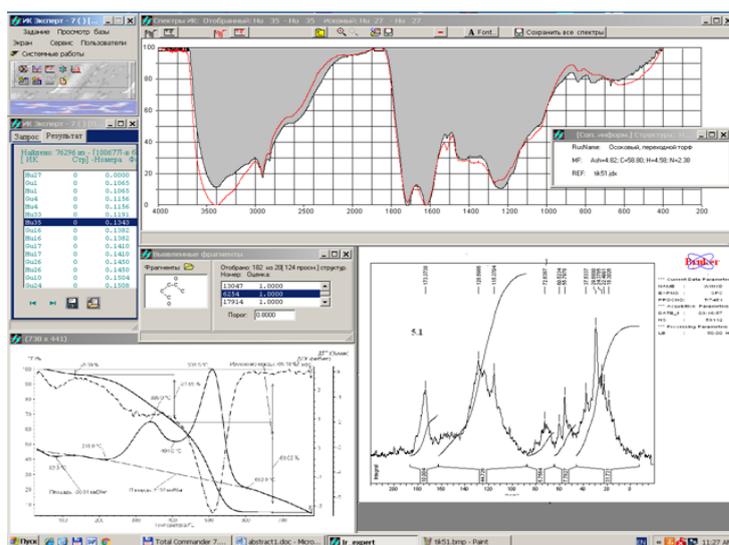
Особенность создания базы данных гуминовых кислот состоит в том, что невозможно создать записи соответствия «спектр-структура», поскольку структура ГК варьируется в зависимости от большого количества параметров, например, от времени формирования или территориального происхождения. Система ИК-ЭКСПЕРТ позволяет связать спектр с комбинацией структурных фрагментов, а не с точной структурой и работать с таким оригинальным представлением, как с обычной структурой: выполнять поиск по подструктуре, сравнивать наборы структурных фрагментов друг с другом. Количественная оценка структурного сходства двух наборов структурных фрагментов может быть полезна, например, при сравнительном анализе гуминовых кислот разных территорий или генезиса.

Еще одним интересным направлением исследований гуминовых кислот может быть проверка возможности «получения» ИК-спектра путем суммирования ИК-спектров соединений (набора структурных фрагментов), предположительно входящих в структуру исследуемого образца.

База данных по гуминовым кислотам может содержать:

- название, почвенно-географическое районирование, тип, горизонт почвы, глубина отбора проб и т. д.
- элементный состав, зольность, содержание воды;
- электронные, инфракрасные, спектры поглощения, спектры ЯМР и др.
- термогравиметрические данные;
- любые другие данные, имеющиеся на данный момент.

Создание базы данных ГК различного генезиса не только позволило бы по-новому подойти к фундаментальной проблеме анализа их структуры, моделирования и прогнозирования их свойств, но и упростила бы оценку полезности коммерческих гуминовых препаратов.



АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ НАРАБОТКИ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОЙ ПАРТИИ КАТАЛИЗАТОРА ГИДРООЧИСТКИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

Сайко А.В., Надеина К.А., Данилевич В.В., Климов О.В., Носков А.С.
ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
saiko@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_75

В настоящее время постоянно ужесточаются экологические и химмотологические требования к дизельным топливам. Производство топлив, удовлетворяющих нормам Евро-5 и Евро-6 возможно только при использовании катализаторов гидроочистки последнего поколения. В России при разработке импортозамещающих катализаторов в условиях исследовательских институтов, для контроля химических, текстурных, структурно-механических и каталитических свойств, научным сотрудникам доступны самые разнообразные информативные методы анализа. Когда процесс оптимизации катализатора завершен, встает вопрос о наработке опытно-промышленных партий на промышленном оборудовании. Разовая загрузка типичного реактора гидроочистки низкого давления составляет не менее 30 тонн катализатора. Т.е. необходимо масштабировать процесс синтеза от лабораторного (десятки граммов) до промышленного (десятки тонн) уровня.

Синтез катализатора гидроочистки – сложный процесс, состоящий из нескольких последовательных стадий. На первой из термоактивированного гидроксида алюминия получают псевдобемит с заданными текстурными характеристиками. Далее псевдобемит пептизируют и путем грануляции образовавшейся пасты получают носитель необходимой формы с заданными параметрами влагоемкости и прочности на раздавливание. Носитель пропитывают многокомпонентным раствором, содержащим металлы в определенных комплексных соединениях, а полученный катализатор сушат. Для получения качественного катализатора на каждой стадии необходимо контролировать до 10 различных характеристик полупродуктов. Таким образом, синтез опытно-промышленной партии катализатора – это серьезная задача не только с точки зрения соблюдения условий синтеза, но и объемная работа для аналитического контроля качества процесса приготовления катализатора. Особенно это актуально ввиду того, что на действующих российских катализаторных производствах нет готовой аналитической базы для характеристики катализаторов гидроочистки последнего поколения.

Так, например, для контроля содержания нанесенных активных компонентов катализатора, в исследовательских лабораториях, зачастую используют многоэлементный информативный метод ИСП-АЭС, который практически не присутствует в парке аналитического оборудования большинства катализаторных предприятий. Проблемой встает отсутствие методик анализа основного компонента на всех стадиях синтеза катализатора: анализ сырья, анализ пропиточных растворов, анализ сливных вод, анализ катализатора.

Для сопоставления результатов анализа ряда текстурных и структурно-механических методов, присутствующих на заводе, но по характеристикам отличных от используемых в исследовательском институте, необходимо получить матрицы результатов анализа образцов с различным значением характеристик и получить корреляции для оценки результатов, получаемых при наработке на производстве.

В рамках аналитического сопровождения наработки опытно-промышленной партии катализатора гидроочистки дизельного топлива, был разработан и адаптирован ряд методик анализа сырья, полупродуктов и продуктов, получены матрицы для корреляции получаемых результатов анализа и разработан график аналитического контроля производства катализатора, представленные в настоящей работе.

Работа выполнена в рамках государственного задания Института катализа СО РАН (проект АААА-А21-121011890074-4).

**ВОЗМОЖНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ ИЗУЧЕНИИ
ТРАНСФОРМАЦИИ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ТОРФЯНЫХ ЗАЛЕЖАХ**Ларина Н.С.¹, Шигабутдинова Л.М.¹, Ларин С.И.²¹ФГАОУ ВО Тюменский государственный университет, Тюмень, Россия²Институт криосферы Земли ТюмНЦ СО РАН, Тюмень, Россия

nslarina@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_76

Торфяные залежи привлекают внимание ученых, прежде всего, способностью торфа аккумулировать и хранить в себе климатическую, геохимическую и биоценологическую информацию. Торфяники являются одним из немногочисленных слоистых объектов, являющихся «летописью» прошлых изменений с привязкой ко времени их формирования [1]. Особенности формирования торфяной залежи является различие химического и биологического состава разных слоев торфа, свойств его органической массы, которая представляет собой сложную многокомпонентную систему, это обусловлено различиями в пределах типа, вида, условий и глубины залегания [2, 3]. Целью данной работы являлось установление особенностей структуры и накопления органического вещества торфов при использовании различных методов химического анализа.

Для геохимического анализа были взяты образцы торфа, отобранные с различных глубин разреза, расположенного в центральной части Горчанского рьяма (Омская область). Использовались методы спектрофотометрии [4], инфракрасной спектроскопии, потенциометрического титрования и титриметрический метод Тюрина. Во всех пробах было проведено фракционирование гуминовых веществ, которое позволило разделить гумус почвы на три фракции гуминовых кислот, четыре фракции фульвокислот и гумин - нерастворимую часть гумуса почвы.

Неравномерность распределения некоторых общих показателей торфа (рН, ППП) по глубине разреза позволила выделить участки, существенно различающиеся по содержанию органического вещества и кислотно-основным свойствам. Распределение общего углерода по фракциям органического вещества торфа по глубине разреза неравномерно: чем глубже залегает торф, тем больше накоплено органического вещества. Изучение гуминовых и фульвокислот в торфах методом ИК-спектроскопии выявило наличие ароматических циклов, карбоксильных, сложно-эфирных, спиртовых, фенольных, amino- и гидроксо-групп. Методом потенциометрического титрования, определили формальные константы кислотности и содержание кислот в торфах, были обнаружены карбоксильные, карбоксильно-фенольно-аминные, а также фенольные группы, что согласуется с данными полученными методом ИК-спектроскопии [5].

Список литературы

1. Ларина Н.С., Ларин С.И., Моисеенко Т.И. Геохимическая дифференциация профиля торфяной залежи в индикации условий ее формирования в голоцене// Геохимия. 2013. № 2. С.145-155.
2. Purmalis, O. Surface Activity of Humic Substances Within Peat Profile. In: Xu J., Wu J., He Y. (eds) / O. Purmalis, M. Klavins // Functions of Natural Organic Matter in Changing Environment. – 2013. - P. 341 – 346.
3. Тарасова Е.Н., Безрукова Е.В., Мамонтова Е.А., Мамонтов А.А., Кузьмин М.И. Элементный состав органического вещества торфа как показатель трофического состояния болотных экосистем юга байкальского региона // Доклады академии наук. Геохимия. - 2016. Том 470. - № 1. - С. 91-94.
4. Меркушина, Г.А. исследование группового и фракционного состава гумуса верхового торфяника в голоцене / Г.А. Меркушина, С.И. Ларин, Н.С. Ларина // Вестник Тюменского государственного университета. - 2013. - № 41. - С. 187-198.
5. Сартаков, М.П. Инфракрасные спектры поглощения гуминовых кислот аллювиальных почв Обь – Иртышской поймы/ М.П. Сартаков, В.А. Чумак// Вестник КрасГАУ. 2013. №8. С. 53-55.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-05-00734 на оборудовании ЦКП ТюмГУ (Министерство науки и высшего образования РФ, контракт 05.594.21.0019).

¹ ФГБУН Байкальский институт природопользования СО РАН, Улан-Удэ, Россия² ФГБОУ ВПО Бурятский государственный университет имени Доржи Банзарова,
Улан-Удэ, Россия*info@binm.ru, univer@bsu.ru*

DOI: 10.26902/ASFE-11_77

Республика Бурятия богата разнообразными гидроминеральными ресурсами, многие из которых открыты и впервые исследованы при проведении геолого-гидрогеологического картирования территории в 1950–1980-е годы [1]. В долине р. Баргузин широко известны минеральные озера, одним из которых является озеро Бормашовое. Многие из минеральных озер располагают запасами целебных грязей. В настоящее время детально изучены механизмы действия грязевых процедур на рецепторы кожи, что приводит к рефлекторной активации процессов биорегуляции многих систем организма [2]. Известно, что положительное воздействие грязи на организм человека реализуется за счет теплового и химического факторов [3]. Многочисленные химические факторы грязи, активируемые теплом, а именно минералы, витамины, биогенные стимуляторы, гормоноподобные вещества, действуют непосредственно на подлежащие ткани и на месте воздействия образуют так называемую «мантию», которая способна пролонгировать лечебное действие грязи [4].

Вода в озере Бормашовое несколько солоноватая. В формировании водно-солевого режима водоема принимают участие атмосферные осадки и грунтовые воды современных и верхнечетвертичных отложений. По солевому питанию преимущество остается за грунтовыми водами, с которыми в него поступают основные микроэлементы, в том числе сульфаты. Грязь озера Бормашовое является бальнеологической разновидностью пелоидов – низкоминерализованные высокосольные слабосульфидные лечебные сапропели.

Таким образом, нами были изучены физико-химические свойства лечебной грязи озера Бормашовое. Средний показатель влажности составляет 74%. Средняя зольность составила 85%, что позволяет отнести лечебную грязь к высокосольным лечебным грязям. Электропроводность – 720-760 мкСм/см., что говорит о высокой проводимости электрического тока, характеризующий большое содержание солей. рН среды составило 7,8 – относится к слабощелочным грязям. Именно такая среда способствует образованию и накоплению в грязи сульфидов. Определены такие катионы как: Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mg_2^+ , Ca_2^+ . Анионы: F^- , Cl^- , NO_2^- , Br^- , NO_3^- , HCO_3^- . Также были идентифицированы следующие элементы: Al, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Ni, Pb, Ba, Cd. Был определен жирно-кислотный состав липидной фракции пелоида. В этом составе ведущими кислотами стали: пальмитиновая, миристиновая и стеариновая кислоты, обладающие лечебными свойствами.

Литература

1. Плюснин А.М., Украинцев А.В., Чернявский М.К., Перязева Е.Г., Ангахаева Н.А. Факторы и процессы образования соленого озера на берегу Байкала // Водные ресурсы. 2021. Т. 48. № 2. С. 194-206.
2. Илли Я.Р., Гончарова Е.Н. Использование сапропелевой грязи в лечебной практике // В сборнике: Научные технологии и инновации Международная научно-практическая конференция (XXII научные чтения). – 2016. – С. 29-33.
3. Андреева И.Н., Andreeva I.N., Степанова О.В., Поспеева Л.А., Тимошин С.А. Лечебное применение грязей (учебное пособие) // Физиотерапия, бальнеология и реабилитация. – 2004. – № 5. – С. 46.
4. Королев Д.Ю., Данилина Т.Ф., Сабанов В.И. Лечебные грязи и особенности их применения в клинической практике // В сборнике: Актуальные вопросы экспериментальной, клинической и профилактической стоматологии Конференция, посвященная 45-летию стоматологического факультета Волгоградского государственного медицинского университета. – 2006. – С. 144-150.

НОВЫЕ ХИРАЛЬНЫЕ АЗА-МАКРОЦИКЛЫ ИЗ ЛЕВОПИМАРОВОЙ КИСЛОТЫ

Конев В.Н.¹, Хлебникова Т.Б.¹, Пай З.П.¹, Ельцов И.В.²¹ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

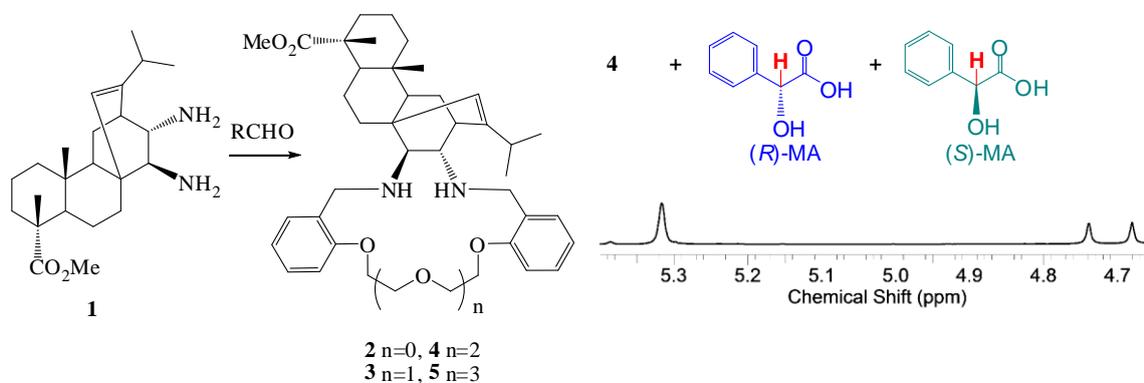
konevv@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_78

Природные хиральные соединения являются удобными и доступными строительными блоками в дизайне и синтезе хиральных катализаторов, реагентов для разделения и анализа смесей энантиомеров, фармацевтических и агрохимических препаратов. Дитерпеновые смоляные кислоты, содержащиеся в сосновой живице - многотоннажном продукте лесопереработки, являются привлекательным источником хирального сырья для синтеза практически значимых веществ. Однако, к настоящему времени возможности их гетерофункционализации исследованы недостаточно.

В результате реализации разработанной нами стратегии N-функционализации левопимаровой кислоты синтезирован оптически чистый диамин **1** [1]. На основе диамина **1** синтезированы хиральные лиганды, которые в составе комплексов меди(II) катализируют асимметрический вариант нитроальдольной реакции [2].

В настоящей работе из диамина **1** взаимодействием с рядом диальдегидов были получены с выходами 55-96% аза-макроциклы **2-5** с разным размером олигоэфирного мостика. Исследование энантиодифференцирующих свойств полученных новых аза-макроциклов проводили титрованием рацемической миндальной кислоты синтезированными макроциклическими рецепторами **2-5**. Было показано, что хиральные рецепторы **2-5** демонстрируют отчетливую способность к десимметризации энантиомеров миндальной кислоты. На рисунке представлен спектр ЯМР ¹H рацемической миндальной кислоты с добавкой макроцикла **4**.



Таким образом, синтезированы в энантиомерно чистой форме новые макроциклические азотсодержащие полиэфиры с дитерпеновым фрагментом, и показана возможность их применения в качестве хиральных сольватирующих реагентов для определения оптической чистоты энантиомерных смесей миндальной кислоты методом ЯМР на ядрах ¹H.

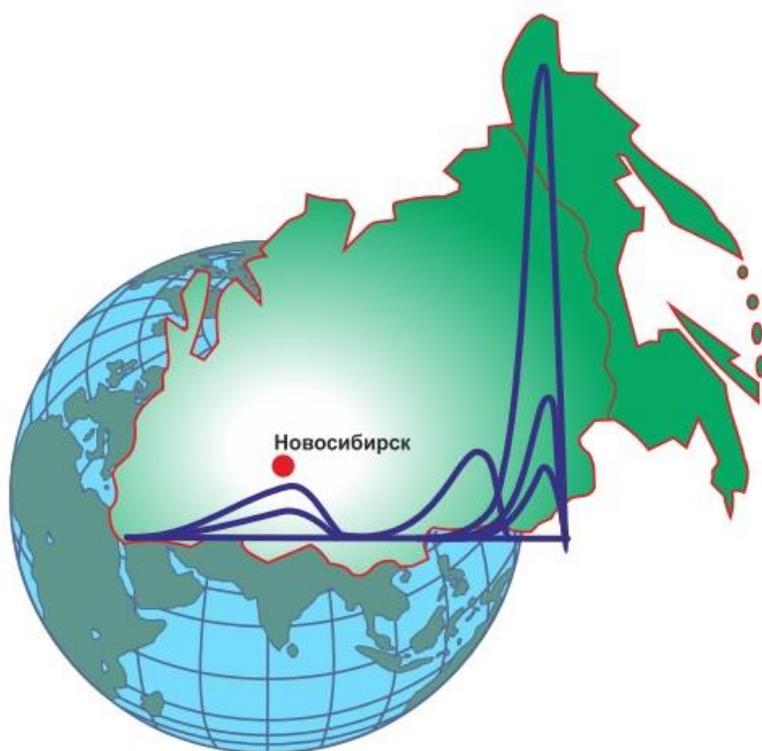
Список литературы

1. Конев В.Н., Хлебникова Т.Б., Пай З.П., Химия в интересах устойчивого развития. 2011. Т. 19. № 2. С. 165-168.
2. Khlebnikova T.B., Konev V.N., Pai Z.P., Tetrahedron. 2018. V. 74. N 2. P. 260-267.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания Института катализа СО РАН (проект АААА-А21-121011390007-7).

СЕКЦИЯ IX

СЕКЦИЯ ДЕРЖАТЕЛЕЙ ГРАНТОВ РФФ



ПРИМЕНЕНИЕ ЯМР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОЕНИЯ ПАРАМАГНИТНЫХ КОМПЛЕКСОВ И ОЦЕНКИ РАДИОЧАСТОТНОГО ЛОКАЛЬНОГО НАГРЕВА С ПОМОЩЬЮ ЗОНДОВ НА ОСНОВЕ КОМПЛЕКСОВ 3d- И 4f-ЭЛЕМЕНТОВ

Бабайлов С.П., Сейтказина К.С.

ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

babajlov@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_79

Ранее строение комплексов 3d- и 4f-элементов исследовали методом ЯМР из анализа парамагнитных дипольных вкладов в химические сдвиги и увеличения скоростей релаксации [1]. В настоящем докладе представлены результаты применения предложенной нами методики анализа строения парамагнитных комплексов из исследования Кюри-спинового вклада в увеличение скоростей релаксации на ядрах лигандов. Полученные методом ЯМР в растворах структурные данные оказались сопоставимыми с данными, найденными методом РСА в кристаллической фазе для соответствующих моноядерных и биядерных комплексов лантанидов.

Кроме того, нами предложено использовать парамагнитные комплексы 3d- и 4f-элементов в качестве ЯМР/МРТ зондов не только для стационарного 3D мониторинга температуры тела человека или животных (для диагностики заболеваний), но и для оценки локального увеличения температуры в результате радиочастотного воздействия на раствор парамагнитных комплексов в квазистационарных условиях. Методически это использование основано на существенных парамагнитных металл-индуцированных химических сдвигах (ПМИХС) в спектрах ЯМР.

Например, в результате *in vitro* экспериментального исследования комплексов $[\text{Co}(\text{ДТРА})]^{3+}$ зарегистрировано изменение ПМИХС сигналов групп $-\text{CH}_2$ на более, чем 4 м.д., после применения импульсного декаплинга на протонах в квази-стационарных условиях. Это соответствовало нагреву, при котором температура увеличивается более, чем на $\Delta T = 2$ К.

Полученные результаты и разрабатываемые подходы могут помочь в контроле радиочастотного нагрева в ходе непосредственных *in vivo* МРТ исследований животных и человека. Что имеет важное значение, т.к. радиочастотный нагрев является основным параметром для оценки безопасности тех или иных протоколов МРТ исследований. Кроме того, предлагаемые подходы могут быть перспективны для МРТ контроля локального нагрева при *in vivo* применении фотодинамической терапии, поскольку в ходе светового воздействия происходит аналогичный локальный нагрев тела животных или человека.

Список литературы

1. S.P. Babailov, E.N. Zapolotsky, T.V. Basova, Inorg. Chim. Acta (2019), V. 493, 57-60.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 20-63-46026).



МАСТЕР-КЛАСС

АНАЛИЗ ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ ИСКУССТВЕННОГО ИНТЕЛЛЕКТА

Матвеев А.В.¹, Машуков М.Ю.¹, Нартова А.В.^{2,1}, Санькова Н.Н.^{2,1},
Окунев А.Г.^{1,2}

¹Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

²ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
matveev.nsu@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_80

Достижения в области технологий визуализации оказали значительное влияние на все области науки и техники, предоставив возможность изучать объекты с высоким разрешением в пространстве и времени. Часто при изучении физических, химических и биологических объектов важно определить их статистические параметры (количество, размер, площадь). При этом оператору необходимо обработать тысячи объектов, чтобы получить статистически достоверные результаты. В последнее время для решения этих задач активно разрабатываются различные методы и технологии, основанные на методах искусственного интеллекта – компьютерном зрении, машинном обучении и т.д.

Мы разработали два сервиса для анализа изображений, основанных на использовании глубокого машинного обучения: онлайн-сервис ParticlesNN и облачный сервис DLgram.

Онлайн-сервис ParticlesNN создан для распознавания наночастиц на изображениях сканирующей туннельной микроскопии и просвечивающей электронной микроскопии [1-3], <http://particlesnn.nsu.ru> и имеет следующие особенности:

- 1) возможна обработка изображений, содержащих шумы, артефакты, характерные для изображений зондовой микроскопии, без дополнительной обработки;
- 2) пользователь может корректировать определенные нейронной сетью контуры с помощью внешних программных продуктов;
- 3) возможна совместная статистическая обработка нескольких изображений;
- 4) результаты обработки отображаются в виде гистограммы и таблиц, в которых имеется информация об объектах – их координаты, размеры;
- 5) реализованы функции корректного учета объектов на границе изображения.

Облачный сервис DLgram создан на основе передового подхода в глубоком обучении, который позволяет исследователям без опыта программирования самостоятельно обучать глубокую нейронную сеть, используя для разметки лишь несколько экземпляров интересующих объектов. Обученная сеть способна эффективно распознавать остальные объекты на этом же и на других аналогичных изображениях. Сервис DLgram использует мессенджер Telegram в качестве интерфейса t.me/nanoparticles_nsk [4].

Список литературы

1. ParticlesNN <http://particlesnn.nsu.ru>
2. Okunev A.G., Nartova A.V., Matveev A.V. Recognition of nanoparticles on scanning probe microscopy images using computer vision and deep machine learning International Multi-Conference on Engineering, Computer and Information Sciences (SIBIRCON), 2019, Novosibirsk Russia 0940–0943.
3. Okunev A.G., Mashukov M.Y., Nartova A.V., Matveev A.V. Nanoparticle recognition on scanning probe microscopy images using computer vision and deep learning, Nanomaterials, 2020, 10, 1–16.
4. DLgram t.me/nanoparticles_nsk

Работа поддержана из средств Программы повышения международной конкурентоспособности НГУ, 4 этап, а также частично (Н.А.В.) выполнена в рамках государственного задания ФГБУН ФИЦ ИК СО РАН (проект АААА-А21-121011390011-4).

An aerial photograph of a coastal region. A river flows from the top left towards the center, forming a delta that empties into a large, dark bay. The surrounding land is light-colored, showing some vegetation and infrastructure. The sky is a pale, hazy blue.

**ШКОЛА МОЛОДЫХ
УЧЁНЫХ**

**ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ЭПИКУТИКУЛЯРНОГО СЛОЯ
КОЛОРАДСКОГО ЖУКА (*LEPTINOTARSA DECEMLINEATA*)
НА РАЗНЫХ СТАДИЯХ ОНТОГЕНЕЗА МЕТОДОМ ГХ/МС**

Ганина М.Д.^{1,2}, Ярославцева О.Н.³, Крюков В.Ю.³, Морозов С.В.^{1,4}

¹ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

²ФГБУН Институт химической биологии и фундаментальной медицины СО РАН,
Новосибирск, Россия

³ФГБУН Институт систематики и экологии животных СО РАН, Новосибирск, Россия

⁴Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия
ganina@nioch.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_81

Колорадский жук является одним из самых опасных сельскохозяйственных вредителей на территории России. Современные биологические способы регуляции численности насекомых включают использование энтомопатогенных микроорганизмов, в частности, проникающих через кутикулу паразитических грибов [1]. Для понимания механизмов развития микозов и адаптаций в системе «насекомые-патогены» важным является исследование состава защитного эпикутикулярного слоя и его изменений в течение жизненного цикла насекомого.

Целью данной работы являлось определение качественного и количественного состава защитного эпикутикулярного слоя трех стадий колорадского жука (*Leptinotarsa decemlineata*) – личинок, куколок и взрослых особей с помощью метода ГХ/МС и выявление динамики содержания основных компонентов в течение исследуемых периодов. Объектом исследования являлись личинки, куколки и взрослые особи колорадского жука. Были подобраны условия хроматографирования и концентрации для эффективного разделения и получения качественных масс-спектров. Методом ГХ/МС с помощью анализа характеристичных ионов и линейных индексов удерживания, с использованием «ионной экстракции» литературных и библиотечных масс-спектральных данных идентифицированы предельные метилразветвленные углеводороды, свободные и связанные карбоновые кислоты. Разработан количественный критерий выявления характеристичных ионов метилразветвленных алканов в случае плохо разделяемых соединений, и оценены метрологические характеристики методики количественного определения углеводородов в эпикутикулярном слое личинок колорадского жука. Рассмотрены биохимические пути синтеза метилразветвленных углеводородов в организме насекомых и построены гомологические ряды идентифицированных углеводородов для личинок колорадского жука.

Показано, что при переходе от личинок к взрослым жукам углеводородный профиль смещается в область более тяжелых соединений, а при переходе от личинок к куколкам значительно возрастает суммарное содержание кислот в эпикутикулярном слое.

Список литературы

1. Lacey, L.A., Grzywacz, D., Shapiro-Ilan, D.I., Frutos, R., Brownbridge, M., and Goettel, M.S., Insect Pathogens as Biological Control Agents: Back to the Future // Journal of Invertebrate Pathology – 2015. – V. 132. – P. 1–41.

Работа выполнялась при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-74-00085.

**РАСШИРЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ДВУМЕРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
ДЛЯ АНАЛИЗА СЛОЖНЫХ ВЫСОКОКИПАЮЩИХ СМЕСЕЙ**

Долгушев П. А., Шашков М.В.

ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия

dolgusheva@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_82

Одним из новых методов современного химического анализа является двумерная газовая хроматография. Она позволяет достигать дополнительных возможностей [1], как для исследовательских задач, так и для ряда практических задач, по сравнению с классической одномерной. В классической одномерной хроматографии, у нас есть одна колонка, на которой и происходит разделение вводимой смеси. Но зачастую, требуется проанализировать сложные смеси, состоящие из огромного числа соединений широкого спектра химических классов. И в таком случае разделение по одному физико-химическому параметру может быть неудовлетворительным. Именно эту проблему и решает двумерная хроматография. Используя две колонки с принципиально различными фазами, производится разделение смеси по 2 параметрам, что в разы увеличивает эффективность и информативность разделения. Отметим также иные преимущества двумерной газовой хроматографии, такие как повышение чувствительности и понижение предела обнаружения, возможность проведения группового анализа, а также идентификация определённых соединений в сложных смесях.

Тем не менее, двумерная хроматография имеет ряд ограничений не позволяющих использовать ее для широкого круга задач. В частности, основная комбинация колонок в двумерной хроматографии заключается в использовании двух колонок с максимально различными по полярности фазами. Если в случае неполярных колонок существуют решения для высоких температур (максимальная рабочая температура колонки может быть более 350°C), то в случае полярных колонок единицы из них обладают возможностью работать в температурных условиях 280°C и выше. Отметим также, что существуют прочие факторы, которые усложняют анализ высококипящих смесей. Уже существуют некоторые решения для двумерной газовой хроматографии, которые позволяют работать в подобном температурном диапазоне [1]. Но данных работ мало, и они не охватывают всех вариантов исполнения двумерной газовой хроматографии.

В связи с изложенным выше, настоящая работа нацелена на разработку методов и подходов расширяющих возможности двумерной газовой хроматографии для анализа сложных высококипящих смесей. Основные цели работы: отработка методов работы на колонках средней полярности, с последующим созданием колонок на основе ионных жидкостей [2] с адаптацией ранее полученных методов для них. На данный момент получен большой объём экспериментальных данных на колонках средней полярности. Получен ряд разделений для высококипящих смесей Нефтяного происхождения и пиролиза различных отходов. Достигнуты разделения высокого качества до температуры 360°C.

Список литературы

1. Dutriez T. et al. High-temperature two-dimensional gas chromatography of hydrocarbons up to nC60 for analysis of vacuum gas oils //Journal of Chromatography A. – 2009. – Т. 1216. – №. 14. – С. 2905-2912.
2. Shashkov M. V., Sidelnikov V. N. Separation of phenol-containing pyrolysis products using comprehensive two-dimensional chromatography with columns based on pyridinium ionic liquids //Journal of separation science. – 2016. – Т. 39. – №. 19. – С. 3754-3760.

ИЗОТОПНЫЙ СОСТАВ УГЛЕРОДА ПЧЕЛ И ПРОДУКТОВ ИХ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Калашникова Д.А., Симонова Г.В., Гераскевич А.В.

ФГБУН Институт мониторинга климатических и экологических систем СО РАН,
Томск, Россия
terrezaprk@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_83

Метод изотопной масс-спектрометрии широко используется для анализа подлинности меда в отношении его географического происхождения [1] и его фальсификации [2]. Для других продуктов пчеловодства, не так важных с коммерческой точки зрения, нет международных стандартов анализа и исследования в этой области ограничены.

В работе представлен предварительный анализ результатов измерений изотопного состава углерода ($\delta^{13}\text{C}$) пчел и продуктов их жизнедеятельности (мед, пыльцевая обножка, воск, прополис), отобранных на пасеках Томской области, а также для сравнения в Алтайском, Краснодарском краях и Кемеровской области (рис. 1). Изотопный анализ проведен с использованием изотопного масс-спектрометра DELTA V Advantage (Thermo Fisher), совмещенного с элементным анализатором Flash 2000 (ТомЦКП СО РАН). Показано, что независимо от географического места происхождения вариации величины $\delta^{13}\text{C}$ подмора пчел, прополиса и воска незначительны и составляют величину $-26,1\pm 0,4\%$, $-27,4\pm 0,5\%$ и $-28,4\pm 0,6\%$, соответственно. Вариации $\delta^{13}\text{C}$ в медах составили величину $-26,6\pm 1,1\%$, а в пыльцевой обножке $-27,7\pm 1,6\%$, что обусловлено географическим местоположением и разнообразием кормовой базы пчел.

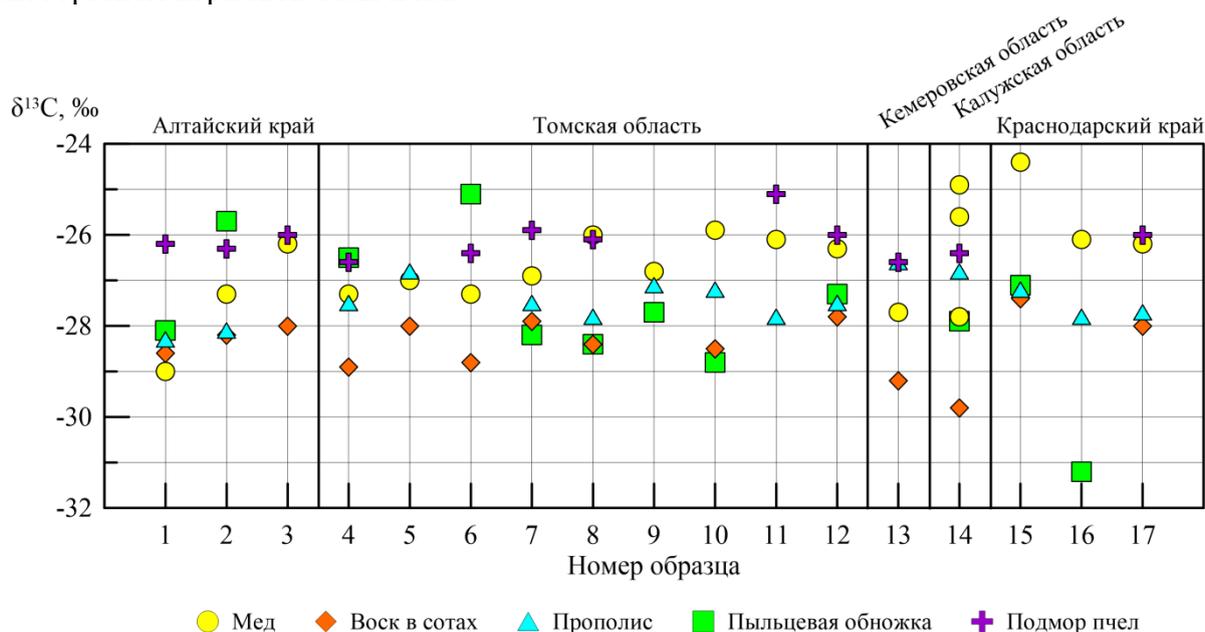


Рис.1. Величина $\delta^{13}\text{C}$ пчел и продуктов их жизнедеятельности

Список литературы

1. Carter J.F., Chesson L.A. Food Forensics: Stable Isotopes as a Guide to Authenticity and Origin. Boca Raton FL: CRC Press, 2017. 352 p.
2. Ветрова О.В., Калашникова Д.А., Мелков В.Н., Симонова Г.В. Выявление фальсификации меда сахарными сиропами методом масс-спектрометрии стабильных изотопов // Журн. аналит. химии. 2017. № 7. Том 72. С. 645.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-34-90016.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНЫХ ПРИМЕСЕЙ В ПРОИЗВОДНОМ
(-) - ИЗОПУЛЕГОЛА, ОБЛАДАЮЩЕМ ВЫСОКОЙ АНАЛЬГЕТИЧЕСКОЙ
АКТИВНОСТЬЮ, МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ
СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ**

Зубричева Д.В.^{1,2}, Ластовка А.В.^{1,2}, Фадеева В.П.^{1,2}

¹ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия
dasha.zubricheva@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_84

При исследовании новых физиологически активных веществ, которые далее могут быть использованы как лекарственные средства, необходимо установить их чистоту и безопасность по различным показателям, в том числе по содержанию элементных примесей, которые могут оказывать на организм человека как положительное, так и негативное воздействие.

Источниками появления элементных примесей в лекарственных средствах могут быть катализаторы и реагенты, применяемые при получении, вспомогательные вещества, оборудование и т.д.

Данная работа посвящена определению примесей металлов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой плазмой в физиологически активном соединении (ФАС), синтезированном в Новосибирском институте органической химии СО РАН: (2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-диметил-2-(тиофен-2-ил) октагидро-2H-хромен-4-оле [1], обладающем аналгетической активностью.

Фармакопея XIV описывает полуколичественные методики определения таких элементов, как Ag, Cu, Pt, Pd, Ru, V, Pb, Hg, As, Cd, Fe, Mo, Al, Co, Ni. Такие методики являются недостаточно точными и не удовлетворяют возрастающим требованиям к качеству лекарственных препаратов. Также для контроля качества металлов в Фармакопее упоминаются методы атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии, однако условия пробоподготовки и определения отсутствуют.

Так как исследуемое соединение является твердым, нерастворимыми в воде, а используемый в данной работе атомно-эмиссионный спектрометр Agilent 4100 регистрирует интенсивность излучения элементов, находящихся в водном растворе, то для измерения содержания металлов требовалась предварительная пробоподготовка. Применяли следующие условия пробоподготовки: навеска вещества 500 мг, разлагающая смесь 8 мл HNO₃ + 2 мл H₂O₂; время разложения в микроволновой системе 30 мин при температуре 130 °С.

Одним из важнейших аспектов при работе с элементными примесями является учет возможных спектральных наложений элементов друг на друга. Различные методы устранения таких влияний подробно рассмотрены в этом исследовании.

В результате выполненной работы было показано, что содержание металлов Ag, Cd, V, Pt, Pd, Ru, Mo, Hg, As, Co в ФАС находятся ниже предела обнаружения, содержание Pb – $8,0 \cdot 10^{-5}$ %, Al – $1,5 \cdot 10^{-5}$ %, Fe – $3,7 \cdot 10^{-4}$ %, Cu – $9,0 \cdot 10^{-5}$ %, Ni – $3,0 \cdot 10^{-5}$ %.

Список литературы

1. Nazimova E., Pavlova A., Mikhachenko O., et al. Discovery of highly potent analgesis activity of isopulegol-derived ((2R,4R,4aR,7R,8aR)-4,7-dimethyl-2-(thiophen-2-yl) octahydro-2H-chromen-4-ol) // Med. Chem. Res. 2016. Vol. 25. № 7. P. 1-15.

СМУ-5.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В УГЛЯХ КУЗНЕЦКОГО УГОЛЬНОГО БАССЕЙНА МЕТОДОМ ГХ-МС

Журавлева Н.В.^{1,2}, Журавлева Е.В.³, Михайлова Е.С.³, Исмагилов З.Р.³

¹АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

²ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет»,
Новокузнецк, Россия

³Федеральный исследовательский центр угля и углехимии СО РАН, Кемерово, Россия
zhuravleva_nv@zsic.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_85

Уголь представляет собой осадочную породу органического происхождения. Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) входят в состав органической массы углей и относятся к стойким экотоксикантам. Изучение содержания ПАУ в углях актуально для определения степени токсичности сырья, продукции и атмосферного воздуха в зоне действия угледобывающих и углеперерабатывающих предприятий.

Для проведения исследований из Банка углей ИУХМ СО РАН были выбраны 10 образцов разных марок угля (Б, Д, Г, Ж, К, КС, ОС, СС, Т, А) Кузнецкого угольного бассейна, в совокупности, представляющие почти полный ряд метаморфического превращения. Для оценки токсичности тонкодисперсных угольных систем и определения доли наиболее опасных классов было проведено измельчение исследуемых образцов углей на следующие классы крупности, мм: (-0,04); (-0,063+0,04); (-0,1+0,063); (-0,2+0,1).

Для извлечения ПАУ из проб углей использовалась экстракция дихлорметаном (ДХМ) в ультразвуковом поле с частотой 35 кГц в течение 20 мин с заменой растворителя на гексан. Определение качественного и количественного состава ПАУ проводили методом ГХ-МС на хромато-масс-спектрометре SCION SQ Select («Bruker», США) на капиллярной колонке BR-5ms 30 m×0,25 mm×0,25 μm, с квадрупольным анализатором и ионизацией электронным ударом.

Результаты исследования показали, что для всех марок угля суммарное содержание 14 представителей класса ПАУ ($\Sigma 14$ ПАУ) значительно увеличивается при уменьшении класса крупности исследуемой фракции. Максимальные содержания $\Sigma 14$ ПАУ наблюдаются для углей марок А (224,3 мкг/кг), КС (201,9 мкг/кг) и Т (197,8 мкг/кг), минимальное содержание $\Sigma 14$ ПАУ – для марки Б (3,5 мкг/кг) для фракции крупности (-0,04) мм. Однако распределение ПАУ в данных углях различное: для угля марок А и Т преобладающим соединением является бенз(а)пирен с содержанием 103,1 и 85,7 мкг/кг соответственно, для угля марки КС – фенантрен (43,23 мкг/кг). Для остальных образцов углей содержание $\Sigma 14$ ПАУ находится в пределах 5,6-186,6 мкг/кг. Наибольшее содержание флуорантена (от 3,5 до 8,8 мкг/кг в зависимости от класса крупности) обнаружено в угле марки Д. Максимальное содержание нафталина характерно для угля марки Г: от 24,4 для фракции (-0,2+0,1) мм до 112,1 мкг/кг для фракции (-0,04) мм. Дибенз(а,һ)антрацен идентифицирован только в углях марок КС, ОС, СС, Т и А.

Содержание бенз(а)пирена, являющегося сильным канцерогеном, в исследуемых углях находится в диапазоне 0,026-103,1 мкг/кг. Вместе с тем, доля бенз(а)пирена составляет менее 45 % от суммы общего количества обнаруженных ПАУ, и он менее устойчив к влиянию окружающей среды, чем другие ПАУ. Наиболее стабильной структурой в ряду ПАУ является фенантрен, который обнаружен в ряду исследуемых образцов углей разных фракций (0,061-43,7 мкг/кг). Очевидно, что фенантрен можно считать приоритетным ПАУ, и он может быть использован в качестве реперного соединения для оценки влияния процессов добычи и переработки углей на окружающую среду.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Департамента образования и науки Кемеровской области в рамках научного проекта № 20-45-420020/20.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНАЯ АЭС ИСП МЕТОДИКА АНАЛИЗА ТЕЛЛУРА

Лундовская О.В.¹, Цыганкова А.Р.^{1,2}, Орлов Н.А.²¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

lundovskaya@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_86

Металлический теллур и его соединения востребованы во многих сферах современного наукоемкого производства. Теллур широко используется в производстве полупроводников CdTe, CdZnTe, BiTe. Сплавы теллура обеспечивают высокую эффективность производства электроэнергии на солнечных элементах. Теллур является перспективным катодом в производстве литий-ионных аккумуляторов. Диоксид теллура и тройная система Ge/Sb/Te являются ключевыми компонентами при изготовлении стекол, обладающих уникальными свойствами: низкой температурой плавления, высоким показателем преломления и диэлектрической постоянной, а также прозрачностью в инфракрасной области.

В настоящее время более 90% теллура производится из побочного продукта плавки меди и электролитического рафинирования неочищенной металлической меди и свинца. Очевидно, что получение высокочистого теллура – сложный многостадийный процесс. Аналитический контроль качества продукции на каждой стадии является гарантом получения конечного материала требуемого качества.

Для обеспечения аналитического контроля был выбран метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС ИСП). Данный метод позволяет контролировать примесный состав теллура по широкому кругу элементов. Для достоверного контроля качества необходимо оптимизировать инструментальные параметры проведения анализа. А именно, выбрать аналитические линии, свободные от спектральных наложений и мощность ИСП, при которой достигается максимум интенсивности аналитического сигнала примесных элементов. Ключевым моментом является выбор концентрации матричного компонента. При выборе концентрации основы необходимо обеспечить оптимальный коэффициент разбавления пробы, при котором наблюдаются минимальные спектральные влияния со стороны теллура.

В результате проведенных экспериментов были выбраны инструментальные условия проведения анализа; установлена оптимальная концентрация матричного компонента; выполнена проверка правильности результатов количественного химического анализа методом «введено-найдено». Разработанная инструментальная АЭС ИСП методика анализа теллура и его оксида позволяет определять до 40 аналитов с пределами обнаружения в интервале концентраций от $n \cdot 10^{-6}$ до $n \cdot 10^{-4}$ % мас.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИНХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.

**МЕТОДИКА ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ Na, K, Li, Rb и Cs
В ГЕОХИМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ**

Зак А.А., Шабанова Е.В., Васильева И.Е.

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия

zak@igc.irk.ru, shev@igc.irk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_87

Определение щелочных элементов Na, K, Li, Rb и Cs в геохимических образцах необходимо для классификации и датировки. Однако распространённость щелочных металлов отличается в тысячи раз, и их одновременное определение является нетривиальной задачей.

Пламенная атомно-эмиссионная спектроскопия (ПАЭС) хотя является моноэлементным методом в отличие от рентгенофлуоресцентного анализа, атомно-эмиссионной и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, позволяет определять все щелочные металлы в диапазоне от 10^{-4} до десятков % мас., но требует дополнительных операций по пробоподготовке в ходе анализа – разбавления растворов и введения спектроскопических буферов. Современные спектрометры с многоканальной регистрацией спектра и широким динамическим диапазоном измерений интенсивности излучения (например, спектрометр «Колибри-2» ООО «ВМК-Оптоэлектроника», Россия [1]) обеспечивают одновременное детектирование аналитических сигналов Na, K, Li, Rb и Cs при концентрациях, характерных для геохимических образцов. Однако для одновременного определения Na, K, Li, Rb и Cs в широком концентрационном диапазоне и использования всех возможностей таких спектрометров, необходимо оптимизировать процедуру пробоподготовки проб.

Для этого проведено сравнение вариантов подготовки растворов порошковых проб разнообразного состава, таких как магматические и осадочные горные породы, донные отложения, почвы, золы углей, и выбран способ [2-3], обеспечивающий воспроизводимость процедур и стабильности аналитических сигналов, регистрируемых из растворов, срок хранения которых составляет 9 месяцев. Подобраны оптимальные условия атомизации элементов (скорость введения раствора в пламя, расход газа), способы регистрации и обработки спектров (экспозиция, время считывания, число параллельных измерений, учёт фона и расчёт интенсивности линии). Исследовано влияние концентрации кислоты и содержания породообразующих элементов на интенсивность аналитических сигналов аналитов. Показано, что градуировка по растворам государственных стандартных образцов (ГСО) при использовании метода постоянного графика обеспечила минимизацию матричных влияний.

Разработанная методика позволяет одновременно без дополнительных процедур определять элементы в диапазонах (% мас.): Na 0,025-8,0; K 0,005-15,0; Li 0,0002-0,35; Rb 0,0002-0,2 и Cs 0,0002-0,02 с точностью 30-8 отн. %. Правильность результатов анализа оценена при анализе ГСО разнообразного состава, способом стандартных добавок и межметодными сопоставлениями. Методика позволяет получить дополнительную информацию о содержаниях в пробах Ca (1-31 % мас.), Mn (0,16-1,37 % мас.) и Sr (0,02-0,83 % мас.). Кроме этого, снижение временных затрат при одновременном определении щелочных элементов делает экономически привлекательной разработанную методику ПАЭС.

Список литературы

1. Зарубин И.А., Гаранин В.Г., Лабусов В.А. // Заводск. лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 86.
2. Зак А.А., Шабанова Е.В., Васильева И.Е. // Заводск. лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. Ч. II, № 1, С. 38.
3. Шабанова Е. В., Зак А. А., Васильева И. Е. // Журн. аналит. химии. 2018. Т. 73. № 9. С. 671.

ИК-СПЕКТРОМЕТРИЯ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ГЛИФОСАТА

Ющенко Д.Ю., Т.Б. Хлебникова Т.Б., Пай З.П.

ФГБУН ФИЦ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия
dyu@catalysis.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_88

Действующем веществом наиболее распространённых средств защиты растений является *N*-(фосфометил)-глицин, также известный как глифосат (**2**). Одним из промышленных способов его получения является каталитическое окисление *N*-(фосфометил)-иминодиуксусной кислоты (ФИДУК, **1**) пероксидом водорода [1], в котором важную роль играет контроль качества готового продукта. В настоящее время все описанные способы *количественного* анализа глифосата и/или ФИДУК, основаны на хромофотографических методах (ГХ, ВЭЖХ, ТСХ), предполагающих разделение компонентов с последующим их количественным анализом [2, 3] и требуют использования сложного оборудования и дорогостоящих реагентов. Поэтому разработка сравнительно простых способов анализа этих соединений остается актуальной. В этой связи использование метода ИК-спектроскопии [4] для решения задач количественного определения глифосата и ФИДУК при совместном присутствии является востребованным.

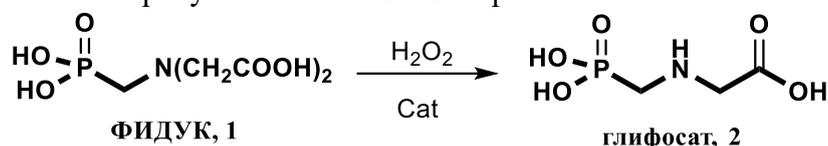


Рис. Синтез глифосата из ФИДУК.

В ходе работы были выбраны индивидуальные, неперекрывающиеся полосы поглощения глифосата (1562 см⁻¹, деф.), ФИДУК (721 см⁻¹, вал.) и роданида калия (747 см⁻¹, вал.), используемого в качестве внутреннего стандарта. Количественное определение (**1**) и/или (**2**) выполняли, основываясь на соотношении оптических плотностей, анализируемого компонента к роданиду калия. Определено соотношение [Глифосат или ФИДУК]/[роданид калия], обеспечивающее воспроизводимость анализа. Установлены пределы (мг) обнаружения: глифосат – 11.9; ФИДУК – 13.2. Оценка точности и воспроизводимости метода выполнена по принципу «введено-найдено», а апробация проведена при анализе реакционных смесей, получающихся при окислении ФИДУК пероксидом водорода [1]. Предлагаемый способ позволяет решать задачу количественного анализа глифосата и ФИДУК, обеспечивая получение воспроизводимых и удовлетворительных результатов.

Список литературы

1. З.П. Пай, Д.Ю. Ющенко, Т.Б. Хлебникова, В.Н. Пармон Патент РФ. №2618629 // Б. и. 2017. №13.
2. Зеленкова Н.Ф., Винокурова Н.Г.// Журн. аналит. химии. 2008. Т. 65. № 9. С. 958. (Zelenkova N.F., Vinokurova N.G.// J. Analyt. Chem. 2008. V. 63. № 9. P. 871.).
3. Roy D.N., Konar S.K.// J. Agric. Food Chem. 1989. V. 37. № 2. P. 441.
4. Ющенко Д.Ю., Хлебникова Т.Б., Малышева Л.В., Баранова С.С., Пай З.П.// Журн. аналит. химии. 2013. Т. 68. № 11. С.1075. (Yushchenko D. Yu., Malysheva L. V., Baranova S. S., Khlebnikova T. B., Pai Z. P.// J. Analyt. Chem. 2013. V. 68. № 11. P. 961.).

Работа выполнена в рамках государственного задания ИК СО РАН проект 0239-2021-0005 и при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-03-00202а).

ВОЗМОЖНОСТИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ

Волженин А. В.¹, Петрова Н. И.¹, Медведев Н.С.¹, Сапрыкин А. И.^{1,2}

¹ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,

Новосибирск, Россия

volzhenin@niic.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_89

Определение содержания благородных металлов (БМ) в различных объектах остается актуальной задачей. Необходимый уровень определения (10^{-6} мас.%), является достижимым для атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА), однако наличие мешающих матричных компонентов и неоднородность геологических объектов ограничивают возможности метода. Для количественного ААС-ЭТА определения БМ в породах и рудах необходимо полное разложение проб, отделение матричных компонентов и концентрирование, что занимает много времени и увеличивает риск внесения загрязнений.

Ранее было показано [1, 2], что можно исключить или значительно снизить матричные помехи в ААС-ЭТА при определении золота и палладия в горных породах и рудах благодаря применению специальной приставки АТЗОНД-1 для двухстадийной зондовой атомизации (ДЗА) и способа пробоподготовки, состоящего из кратковременного разложения царской водкой с последующим разбавлением водой и анализом полученной суспензии. В настоящей работе нами изучена возможность многократного концентрирования Au и Pd на зонде с последующим определением методом ААС-ЭТА с ДЗА. Показано, что повторение стадий улавливания аналитов на вольфрамовый зонд приводит к росту аналитического сигнала, частично компенсируя неполное улавливание (в ходе единичного улавливания на зонд улавливается до 35% золота и до 20% палладия, находящихся в аликвоте). Установлено оптимальное число циклов улавливания для получения максимального сигнала при введении геологических объектов в электротермический атомизатор, оптимизирована температурно-временная программа. Правильность методик подтверждена анализом ГСО горных пород и руд: РМО-5, СЗХ-3, СОП-2-90. Содержание аналитов определяли с использованием метода добавок. Благодаря многократному улавливанию (концентрированию) пределы обнаружения БМ в горных породах, рудах и отходах электротехнической промышленности были снижены в 5-6 раз по сравнению с пределами обнаружения, полученными ранее для способа ДЗА-ЭТА-ААС, и составили 0,0025 и 0,007 г/т для Au и Pd, соответственно. Полученные в данной работе результаты позволяют расширить диапазон определения золота и палладия в различных объектах.

Список литературы

1. Захаров Ю.А., Окунев Р.В., Хасанова С.И., Ирисов Д.С., Хайбуллин Р.Р. // Аналитика и контроль. 2013. Т. 17. № 4. С.414.
2. А.В. Волженин, Н.И. Петрова, Н.С. Медведев, Д.С. Ирисов, А.И. Сапрыкин. // Журнал аналитической химии. 2017. т. 72. № 2. с. 129–136.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИИХ СО РАН в области фундаментальных научных исследований, проект № 121031700315-2.

**РАЗРАБОТКА РЕЖИМА ХРОМАТОГРАФИИ ГИДРОФИЛЬНЫХ
ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ С ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ π -СЕЛЕКТИВНОСТЬЮ***Упыренко Е.В., Кургачев Д.А.*Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
*eugeny.upyrenko@gmail.com***DOI: 10.26902/ASFE-11_90**

Наиболее эффективные антигистаминные препараты, бензодиазепины, антидопаминергические препараты, а также некоторые другие лекарственные препараты, применяющиеся для лечения укачивания обладают седативным эффектом, могут давать парадоксальную и двунаправленную реакцию и имеют важное токсикологическое значение. Принципиально общим для данных веществ, а также для подавляющего большинства токсикологически значимых и сильнодействующих веществ является наличие в их структуре ароматического фрагмента и полярных функциональных групп. На данный момент не существует универсального метода ВЭЖХ для определения токсикологически значимых веществ и лекарственных средств в биологических образцах, которое осложняется многокомпонентным сложным составом матрицы биологического образца. Перспективным представляется использование гидрофильного режима ВЭЖХ (HILIC) с сочетанием стационарной фазы, способной к переносно-зарядовым взаимодействиям (пентафторфенильной). Данная стационарная фаза благодаря наличию ароматических селекторов способна (1) участвовать в переносно-зарядовых взаимодействиях, обеспечивая уникальную селективность благодаря комбинации переносно-зарядовых и других типов взаимодействий, не теряя при этом (2) способности образовывать водонасыщенный слой и работать в гидрофильном режиме. Однако, популярный в гидрофильной и ОФХ органический растворитель ацетонитрил способен участвовать в переносно-зарядовых взаимодействиях, препятствуя селективным переносно-зарядовым взаимодействиям между растворенными веществами и селекторами стационарной фазы.

Целью работы являлось исследование возможности хроматографического селективного определения токсикологически значимых лекарственных средств от укачивания, действующие вещества которых гидрофильные полярные соединения, содержащих в своем составе π -сопряженную систему, методом гидрофильной хроматографии с применением переносно-зарядовых взаимодействий и апротонных полярных растворителей, не способных к переносу заряда, для создания нового режима хроматографии.

Список литературы

1. Дроговоз, С.М. Токсические эффекты блокаторов H_1 -гистаминовых рецепторов и механизмы их формирования / С.М. Дроговоз, В.Д. Лукьянчук, Б.С. Шейман, А.В. Кононенко // Современные проблемы токсикологии. – 2012. – N3/4. – С. 44-48.
2. Smith, S. Paradoxical and Bidirectional Drug Effects / S.W. Smith, M. Hauben, J. K. Aronson // Drug Safety. – 2012. – V 35. – N 3. – С. 173-189. DOI: 10.2165/11597710-000000000-00000.
3. Шайдукова, Л. К. Классическая наркология. – Казань: Институт истории им. Ш. Марджани АН РТ, 2008. – С. 50. – 260 с. – ISBN 978-5-94981-091-0.
4. Explore Luna PFP(2): Discover selectivity [Электронный ресурс] // Torrance, USA: Phenomenex. – 2016. – Режим доступа: http://phx.phenomenex.com/lib/5732_I.pdf
5. Jandera, P. Stationary and mobile phases in hydrophilic interaction chromatography: A review / P. Jandera // Analytica Chimica Acta. – 2011. – V 692. – С. 1-25. DOI: 10.1016/j.aca.2011.02.047.
6. Yamamoto, F. Retention properties of the fluorinated bonded phase on liquid chromatography of aromatic hydrocarbons / F.M. Yamamoto, S. Rokushika // Journal of Chromatography A. – 2000. – V 898. – С. 141-151. DOI: 10.1016/S0021-9673(00)00866-9.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОФУРАНА В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ТРАВАХ

Соломоненко А.Н.¹, Дорожко Е.В.¹, Короткова Е.И.¹

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
ans51@tpu.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_91

В настоящее время большое количество пестицидов продолжает загрязнять окружающую среду. Карбофуран (КБФ) применяется как действующее вещество для производства протравителей семян и гранулированных препаратов для борьбы с почвенными вредителями [1]. КБФ является самым токсичным карбаматным пестицидом, в связи с этим необходима разработка методики для экспрессного количественного определения карбофурана в природных объектах.

Определение карбофурана проводилось методом анодной вольтамперометрии в режиме первой производной на модифицированном углеродсодержащем электроде (УСЭ). В качестве модификатора выступала смесь графита (ГФ), полистирола и хроматографического сорбента (ХС) с добавлением 1,2-дихлорэтана. ХС был получен на основе твердого носителя Хроматон (Хр), 5% полиэтиленгликолевой (ПЭГ) жидкой фазы 20М и 2,5 мас. % ацетилацетоната железа III (Fe(AA)₃). В табл. 1 представлены рабочие условия определения КБФ с использованием модифицированного УСЭ.

Таблица 1. Рабочие условия определения КБФ на модифицированном УСЭ

Параметр	Рабочее условие
Фоновый электролит	фосфатный буферный раствор (ФБР) при pH 6,86
Вспомогательный/электрод сравнения	Ag/AgCl
Рабочий электрод	Хр/ПЭГ/Fe(AA) ₃ /ГФ/УСЭ
Скорость развертки потенциала	100 мВ/с
Время накопления	110 с
Потенциал накопления	0,3 В

Было найдено, что линейная зависимость между токовым откликом и концентрацией КБФ устанавливается в диапазоне 0,25-10 мкмоль/л с коэффициентом корреляции 0,9986 (рис. 1). Предел обнаружения составил 0,08 мкмоль/л.

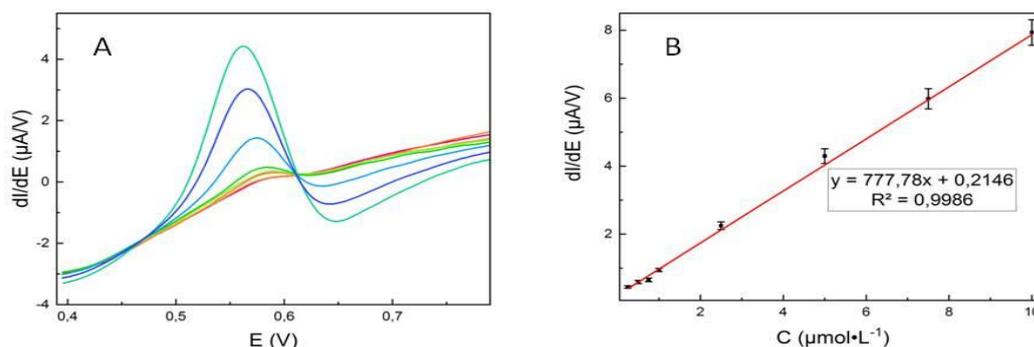


Рисунок 1. А) Вольтамперограммы окисления КБФ на модифицированных УСЭ в диапазоне 0,25-10 мкмоль/л в ФБР pH 6,86, v – 100 мВ/с. В) Калибровочный график

Список литературы

1. Sandhya M., Wenping Z., Ziqiu L., Shimei P., Yaohua H., Pankaj B., Shaohua C. Carbendazim toxicity and its microbial degradation in contaminated environments // *Chemosphere*, 2020.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГЗ «Наука» № FSWW-2020-0022 и РФФИ в рамках научного проекта № 19-53-26001.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ВЕЛИЧИНЫ ПОГРЕШНОСТИ, СВЯЗАННОЙ С НЕОДНОРОДНОСТЬЮ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЧАСТИЦ В ПРОБЕ МАСЛА ПРИ СВЧ ПЛАЗМЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЯХ

Дроков В.Г., Дроков В.В., Карасева Е.Н., Мурыщенко В.В., Скудаев Ю.Д.
ФГБОУ ВО Иркутский национальный исследовательский технический университет,
Иркутск, Россия
viktor.drokov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_92

Металлическая примесь в пробе моторного масла может присутствовать в двух формах – в виде частиц размером менее 2 мкм (растворенная примесь) и в виде отдельных частиц изнашивания размером более 2 мкм. При измерении массовой доли металла в пробе авиационного масла, находящегося в виде растворенной примеси, проблем не возникает со сходимостью результатов. Но при измерении массовой доли металла в виде частиц размером 2-80 мкм (импульсная составляющая сигнала) возникали значительные погрешности, связанные с неоднородностью распределения относительно крупных металлических частиц в пробе.

При оценке технического состояния двигателя важна информация как о количестве металла в растворенном виде, так и о количестве металла, которую дает импульсная составляющая сигнала. Это связано с тем, что в СВЧ плазменном анализе импульсная составляющая несет информацию о количестве частиц и об их составе. В принципиальном плане система динамической регистрации позволяет убрать импульсный сигнал и выделить только равновесный, но в таком случае теряется информация о количестве и составе частиц изнашивания.

Система регистрации СВЧ плазменного анализатора настроена таким образом, что относит к импульсам сигналы длительностью от 1 до 10 мс. Сигнал в 10 мс характеризует крупные частицы, которые определяют величину содержания и погрешность, связанную с неоднородностью их распределения.

Таким образом, задача работы заключалась в снижении влияния импульсной составляющей сигнала на погрешность измерения суммарной массовой доли металла в пробе при сохранении информации об элементном составе частиц изнашивания. Нами показано, что элементный состав является важным диагностическим признаком, позволяющий определить поврежденный узел и степень его износа.

Экспериментально установлено, что, изменяя максимальную длительность импульса (длительность сигнала, отнесенного к импульсной составляющей) можно значительно снизить влияние крупных частиц на результаты анализа. При уменьшении максимальной длительности импульсов в первую очередь «коррекции» будут подвергаться импульсы от крупных частиц, которые в пробе распределены неравномерно и вносят основной вклад в неоднородность. Таким образом можно подобрать оптимальную длительность импульсов, при которой максимально снизится вклад неоднородности пробы в погрешность измерений. При этом суммарная массовая доля останется неизменной, произойдет только перераспределение вкладов в общее содержание S между S_p и S_c и поверочные результаты окажутся в рамках допустимых расхождений.

Работа подготовлена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ с использованием результатов работ, выполненных в рамках Федеральной целевой программы «Исследование и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России 2014-2020 годы» по теме «Разработка и создание программно-аппаратного СВЧ плазменного комплекса для мониторинга, контроля и безопасной эксплуатации маслосистемы двигателей наземного и воздушного назначений». Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI57718X0289.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЦИФРОВОЙ ЦВЕТОМЕТРИИ ПРИ ЭКСПРЕСС-ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ β -ЛАКТАМНЫХ АНТИБИОТИКОВ

Тумская А.В., Косырева И.В.

ФГБОУ ВО «СГУ имени Н. Г. Чернышевского», Саратов, Россия

marakaeva_anastasiya@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_93

Антибиотики – класс лекарственных препаратов, применяемых для лечения бактериальных инфекций. Наиболее широко в медицинской практике применяются антибиотики β -лактаминового, тетрациклинового и хинолонового рядов. Большинство из них входят в перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов медицинского назначения.

Для определения β -лактамов в основном применяют хроматографические, спектрофотометрические и электрохимические методы анализа, не пригодные для быстрого скринингового обследования лекарственных препаратов на предмет наличия фальсификатов, при оценке содержания основного вещества и т.п. Для этих целей положительно себя зарекомендовали тест-методы анализа, позволяющие проводить такой экспресс-контроль на месте. Для получения изображений тест-средств применяют различные фоторегистрирующие устройства (фото- и видеокамеру, сканер, камеру смартфона). Поскольку данные, полученные применительно к подходу цифровой цветометрии предоставляются программным обеспечением, то влияние невооруженного глаза уменьшается, а точность результата определения повышается. К преимуществам применения метода цифровой цветометрии можно отнести простоту выполнения, возможность хранения информации в электронном формате, проведение анализа жидких и твердых образцов.

Целью настоящей работы является применение нового подхода к цветометрической обработке тест-средств при экспресс-определении некоторых β -лактамных антибиотиков.

В качестве тест-средств применяли индикаторные бумаги с иммобилизованным реактивом Фелинга. При тест-определении каплю раствора β -лактама (амоксициллина, цефуроксима или цефалексина) наносили на поверхность индикаторной бумаги, высушивали. Аналитический сигнал регистрировали камерой смартфона Redmi 6A. Полученные изображения тест-средств обрабатывали с помощью Adobe Photoshop CS5® и авторской программы. Определяли интенсивность цветовых каналов моделей RGB, CMYK, HSV и строили зависимости оптимальных (по чувствительности и коэффициенту регрессии) цветовых каналов от концентрации (логарифма концентрации) β -лактама. Так для системы иммобилизованный реактив Фелинга – амоксициллин оптимальным каналом выбран канал Blue ($y = 54.8 \cdot x - 42.2$, $r^2 = 0.995$). Также были построены профили лепестковых диаграмм в координатах цветовых параметров R, G, B, C, M, Y, K, H, S, V. Количественную оценку осуществляли по линейным зависимостям площади ($y = -11.7 \cdot x + 38.0$, $r^2 = 0.994$) и периметра ($y = -140 \cdot x + 661$, $r^2 = 0.967$) диаграммы от концентрации антибиотика.

Проверку правильности тест-методики осуществляли способом «введено-найденно» (так для цефуроксима значение относительного стандартного отклонения (S_r) не превышает 0,10), а также с помощью спектрофотометрического метода ($S_r = 0,14$). Содержание анализируемых β -лактамов, найденное в коммерческих препаратах, с помощью разработанных тест-средств, соответствует заявленному производителем.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-33-90020.



СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПРОБ ТОРФЯНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ПРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМ АНАЛИЗЕ

Амосова А.А., Чубаров В.М.

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия

amosova@igc.irk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_94

Торфяники представляют собой смесь органической и минеральной составляющей. Минеральный состав представляет интерес с точки зрения определения процессов осадконакопления и привноса терригенной составляющей. Комплексные исследования торфяных отложений позволяют понять ключевые показатели естественной изменчивости климата и природной среды, оценить скорости климатических изменений и получить данные для палеоэкологических реконструкций [1].

Порошки торфяных отложений, представляющие собой смесь минеральных частиц и органического компонента почв и отложений, в отношении поглощения рентгеновского излучения представляют собой гетерогенные системы, поскольку размеры частиц пробы сопоставимы с глубиной проникновения рентгеновского излучения. Влияние гетерогенности минеральных порошковых проб главным образом обусловлено двумя факторами: влиянием гранулометрического состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции (эффект микроабсорбционной неоднородности) и распределением элементов в минералах с различным содержанием (минералогический эффект) [2].

Для оценки влияния гранулометрического состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции были выполнены расчеты зависимости интенсивности от размера частиц в модельной смеси минералов и целлюлозы в равных долях.

Оценки погрешностей измерения интенсивностей аналитических линий и пробоподготовки, обусловленных вариациями гранулометрического состава, были выполнены по схеме однофакторного дисперсионного анализа с использованием проб торфяных отложений поймы реки Сенцы и Енгарги (Восточная Сибирь). Показано, что основной вклад в погрешность рентгенофлуоресцентного анализа вносит пробоподготовка, включающая этап измельчения. Несмотря на то, что измельчение проб не позволяет полностью устранить влияния гранулометрического состава одновременно для всех петрогенных элементов, дополнительное истирание проб торфяных отложений до достижения среднего размера частиц менее 20 мкм приводит к уменьшению погрешности РФА. Был проведен двухфакторный дисперсионный анализ путем совместной обработки данных для проб торфяных отложений с различными способами истирания. Значения коэффициентов вариации, характеризующих влияние степени истирания пробы, достигают 9-18 % при определении главных компонентов (Al_2O_3 , SiO_2 , K_2O и Na_2O) и P_2O_5 , а для остальных элементов не превышают 9 %.

Список литературы

1. Chambers F.M., Booth R.S., De Vleeschouwer F., Lamentowicz M., Le Roux G., Mauquoy D., Niclols J.E., van Geel B. Development and refinement of proxy-climate indicators from peats // Quat. Int. 2012. Vol. 268. P. 21.
2. Дуймакаев Ш.И., Шполянский А.Я., Журавлев Ю.А. Гетерогенность анализируемых образцов в рентгеновской флуоресцентной спектрометрии (Обзор) // Завод. лаб. 1988. Т. 54. № 12. С. 24.

Исследование проведено в рамках выполнения государственного задания по Проектам № 0284-2021-0003 и № 0284-2021-0005 и при финансовой поддержке РФФИ и Лондонского Королевского Общества (гранты 19-05-00328 и 21-55-10001) с использованием оборудования Центров коллективного пользования «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН и «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОНА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Асеева Н.В.¹, Короткова Е.И.¹

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
natali.shkuratova@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_95

Синтезу новых производных 1,4-нафтохинона уделяется большое внимание, в связи с широким спектром их фармакологических свойств, а именно им присуще антимикробное, противовоспалительное, противовирусное и противоопухолевое действие [1].

2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон был выбран в качестве исходного соединения, для исследования электрохимических свойств производных 1,4-нафтохинона, так как он отличается своей стабильностью, легкодоступностью, а также известен как ключевое синтетическое соединение в органической, медицинской и промышленной химии.

В ходе данной работы были исследованы электрохимические свойства 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона методом циклической вольтамперометрии на импрегнированном графитовом электроде (ИМГЭ). Исходный раствор 0,1 М 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона был приготовлен в ДМФА. 2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон имеет один пик окисления при потенциале $E=0,3 \pm 0,05$ В и соответствующий ему пик восстановления при потенциале $E=-0,1 \pm 0,05$ В.

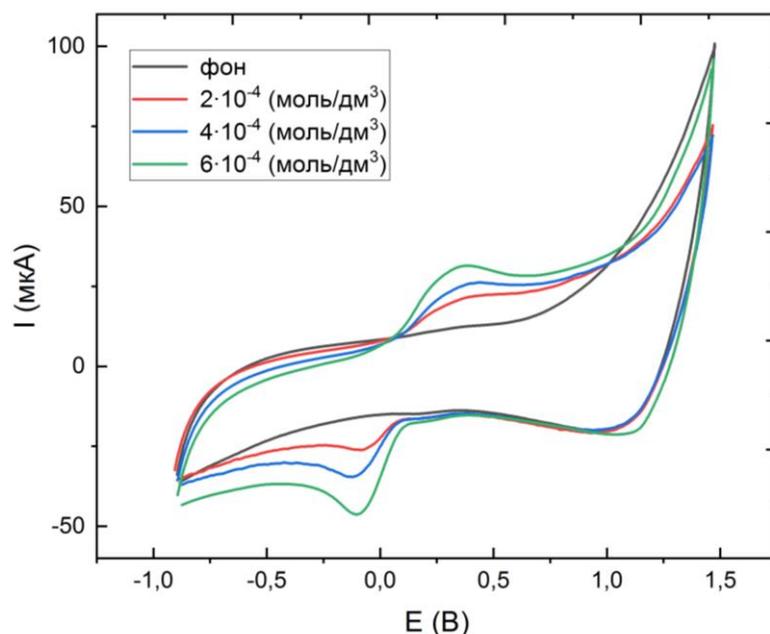


Рисунок 1. Циклические вольтамперограммы 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона в спиртовом растворе 0,1 М NaClO₄ (рН 2,0) на ИМГЭ относительно ХСЭ (1 моль/л KCl); скорость сканирования потенциала 100 мВ/с.

Список литературы

1. Bhasin D., Chettiar S.N., Etter J.P., Mok M., Li P.K. // *Biorg. Med. Chem.* 2013. 21. 4662-4669.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГЗ «Наука» № FSWW-2020-0022 и РФФИ в рамках научного проекта № 19-53-26001.

ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОЛЕННЫХ ОЗЕР БАЙКАЛЬСКОЙ РИФТОВОЙ ЗОНЫ

Баторова Г.Н.¹, Норбоева Б.С.¹

¹ФГБОУ ВПО Бурятский государственный университет имени Доржи Банзарова,
Улан-Уде, Россия
batorova@inbox.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_96

Формирование химического состава воды озер Забайкалья происходит за счет выщелачивания почв с водосборной площади водами местного временного стока, с атмосферными осадками, а также путем вымораживающего и испарительного концентрирования солей. Основным фактором, влияющим на формирование ионного состава вод озер, является увеличение концентрации ионов натрия, хлора, сульфатов и гидрокарбонатов, в то время как концентрация ионов кальция, магния, калия и карбонатов изменяется мало.

Соленые озера – уникальный природный объект, так как они благодаря особенностям физико-химической и биологической структуры быстрее, чем пресные, реагируют на изменения внешних условий, приводящих к «мгновенному» формированию нового химического состава, биологической активности и изменению уровня воды. Это позволяет рассматривать их как удобные индикаторы внешних естественных и антропогенных изменений.

В данной работе проведен анализ химического состава Алгинских озер Байкальской рифтовой зоны. Алгинские озера, окружающие их болота и заболоченные земли, термальные источники представляют единый гидроминеральный комплекс (АГМК) общей площадью около 15 км². Было определено содержание более пятидесяти химических элементов содержащихся в пробах исследуемых природных вод, с помощью методов: потенциометрического, спектрофотометрического и инверсионной вольтамперометрии.

Результаты, проведенного исследования позволяют рассматривать АГМК в качестве индикаторов, так как эти водные системы являются коллекторами многих видов загрязнения и отражают изменения геохимических циклов элементов, происходящие на водосборе и самом водоеме под влиянием человеческой деятельности.

Алгинский гидроминеральный комплекс – единственный природный объект на территории Забайкалья, который следует рекомендовать для внесения в список особо охраняемых природных территорий, с организацией соответствующего мониторинга.

Список литературы

1. Формирование химического состава вод озер в условиях изменения окружающей среды/Моисеенко Т.И., Гашкина Н.А.: Ин-т водных проблем РАН. М: Наука, 2010.-268с.
2. Микробиологические и гидрохимические характеристики Алгинских озер Баргузинской долины/Абидуева Е.Ю., Баторова Г.Н.//Вестник Бурятского государственного университета: – Улан-Удэ: Изд-во Бурятского государственного университета, 2016-2-16/4: Биология. География. С.3-7.

СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ КВЕРЦЕТИНА МОЛЕКУЛЯРНО-ИМПРИНТИРОВАННЫМ ПОЛИМЕРОМ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМА

Булатова Е.В., Петрова Ю.Ю.

БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

yup.71@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_97

Поверхностный молекулярный импринтинг – технология получения пленок с отпечатками молекул на поверхности носителей. Она имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционным молекулярным импринтингом в объеме: увеличение доступности молекулярных отпечатков для целевых молекул и сорбционной емкости, а также удешевление материала сорбента. За последние 10 лет появилось множество публикаций, посвященных использованию молекулярно-импринтированных полимеров (МИП), в т.ч. на поверхности носителей, для сорбционного извлечения биологически активных соединений методом твердофазной экстракции. Кроме того, сочетание МИП с электрохимическими сенсорами интенсивно развивается для химического анализа в области клинической диагностики, контроля окружающей среды и скрининга лекарств.

В данной работе был предложен органоинеральный монолитный полимер, который получали путем тиоловой реакции между глутатионом и 3-метакрилоксипропилтриметоксисиланом (γ -MAPS), иницируемой азобисизобутиронитрилом при нагревании [1], в присутствии кверцетина в качестве темплата. Образцы получали двумя способами: в первом поверхность микрочастиц кремнезема модифицировали гидролизированным γ -MAPS с последующим проведением тиоловой реакции в присутствии кверцетина; во втором – в растворе с помощью тиоловой реакции с последующим кислотным или щелочным гидролизом γ -MAPS, а затем иммобилизовали МИП на поверхности микрочастиц кремнезема. Образцы, полученные в присутствии кверцетина, называли молекулярно-импринтированными (МИП), а в отсутствие – неимпринтированными (НИП). Их отмывали либо смесью метанол (этанол): уксусная кислота (9:1), либо 0.1М раствором гидроксида натрия.

Повторное связывание кверцетина проводили в статических условиях из 50 мл водно-этанольного раствора. Для всех образцов сорбционная емкость варьировала от 1 до 8 мкмоль/г. Максимальные значения наблюдали для образцов, полученных первым способом (соотношение глутатион: кверцетин 60:1), однако импринтинг фактор в этом случае был не более 2.0. В то время как образцы, полученные первым и вторым способами (соотношение глутатион: кверцетин 6:1) при небольшой сорбционной емкости (1-2 мкмоль/г) показали максимальные значения импринтинг фактора (2.0-3.0). Воспроизводимость повторного связывания изучали на образцах, полученных вторым способом, путем проведения сорбционного эксперимента после каждой отмывки. Было показано, что сорбционная емкость и импринтинг фактор для МИП образцов, полученных щелочным гидролизом, после трех последовательных циклов (повторное связывание - отмывка) воспроизводим, а для образцов, полученных кислотным гидролизом, – сорбционная емкость после повторной отмывки несколько увеличивается, что приводит к увеличению импринтинг фактора более чем в 3 раза. Повторное связывание кверцетина НИП и МИП образцами подчиняется в основном кинетике псевдо-первого порядка. Способ получения органоинерального МИП в растворе с последующей иммобилизацией на поверхности кремнезема обеспечивает более эффективный молекулярный импринтинг, чем способ, в котором МИП получают на поверхности модифицированного γ -MAPS кремнезема.

Список литературы

1. Lin, Z., Tan, X., Yu, R., Lin, J., Yin, X., Zhang, L., and Yang, H., *J. Chromatogr. A*, 2014, vol. 1355, p. 228.

СД-5.

ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПРИ ПОИСКЕ, РАЗВЕДКЕ И РАЗРАБОТКЕ МЕСТОРОЖДЕНИЙ НЕФТИ И ГАЗА НА ПРИМЕРЕ РЕКИ УЛАХАН-ВАВА

Бушеева Г.А., Маркова Ю.Л.

АО «Сибирский научно-исследовательский институт геологии,
геофизики и минерального сырья», Новосибирск, Россия
galyabush@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_98

В рамках данной работы рассматривается применение капиллярного электрофореза для анализа природных объектов с целью выявления крупных нефтегазопоисковых объектов в Восточной Сибири (исследования входят в комплекс геологических, геофизических и гидрогазогеохимических работ, проводимых на западных склонах Непско-Ботуобинской антеклизы, Присяяно-Енисейской синеклизы, Сюгджерской седловины и прилегающих территорий).

Объект исследования – природная вода, отобранная из реки Улахан-Вава в летний период. Проектом предусматривалась гидрогазогеохимическая съемка по двум опорным маршрутам газогидрогеохимического опробования, которые проходили по р. Вилюй с пересечением Западно-Якутского барьерно-рифового комплекса, неизученной зоны сочленения восточного борта Курейской синеклизы и Непско-Ботуобинской антеклизы, с выходом в Нижнечонский нефтегазоперспективный район.

Улахан-Вава – река в Азиатской части России, в Восточной Сибири, в Республике Саха (Якутия); правый приток реки Вилюй (бассейн Лены). Улахан-Вава берёт начало в центральной части Вилюйского плато на Среднесибирском плоскогорье. Длина реки 374 км, площадь бассейна 12,5 тыс. км². Пробоотбор проводился по маршруту, ведущему вниз по течению Улахан-Вавы, а так же в месте впадения её в реку Вилюй.

Для исследования химического состава природных вод в Испытательной лаборатории АО «СНИИГГиМС» применяется метод капиллярного электрофореза. Объекты анализа представляют собой многокомпонентные растворы сложного состава. Метод капиллярного электрофореза позволяет анализировать ионные и нейтральные компоненты различной природы. Основными преимуществами данного метода являются: высокая эффективность разделения компонентов смесей; быстрота проведения анализа; крайне низкий расход реактивов; минимальный объём анализируемого образца; простая пробоподготовка; невысокая стоимость оборудования; возможность определения большого количества элементов за один анализ.

Анализ поверхностных вод проводился с помощью системы капиллярного электрофореза серии «Капель – 105 М», согласно МВИ М 01-45-2009. В результате исследований было обнаружено повышенное содержания бромид-иона и хлорид-иона в образцах, отобранных на определённых участках маршрута опробования. Принимая во внимание материалы геологической съёмки и результаты химических анализов, можно прогнозировать в районе пробоотбора зону восходящей разгрузки глубинных флюидов, связанную с системами глубинных разломов и вулканическими аппаратами (трубки взрыва) в поле развития туфо-трапповых толщ. Здесь наблюдаются очаги и линейные проявления гидрогеохимических аномалий в виде поверхностных источников слабосоленых вод с высоким содержанием хлорид-иона.

**ОЦЕНКА СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕВОДОРОДОВ
В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ОМСКОЙ ОБЛАСТИ**

Вершинин В.И., Антонова Т.В.

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, Омск, Россия

vyvershinin@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_99

Омская область относится к числу регионов с высоким содержанием углеводородов (УВ) в водоемах. Воду р. Иртыш ниже Омска официально относят к категории 3б («очень загрязненная»). Это связано с наличием в Омске крупных нефтехимических и химических предприятий при недостаточном уровне очистки их стоков. Суммарное содержание УВ в природных и сточных водах традиционно выражают в виде интегрального показателя «нефтепродукты» (НП), который определяют спектрометрическими методами. При этом не учитывают неполноту извлечения УВ (особенно аренов), групповой состав УВ и внутригрупповую селективность сигналов. Это приводит к большим систематическим погрешностям (>50% отн.). Суммарное содержание наиболее токсичных УВ – аренов C₆-C₉ – природоохранные организации вообще не контролируют.

В ОмГУ разработан ряд методик определения суммарного содержания УВ в водах (новые варианты ИК-спектрометрии) [1]. Впервые разработаны методики определения суммарного содержания аренов (ГЖХ и УФ-спектрометрия) [2]. В этих методиках применяются градуировки, построенные с помощью многокомпонентных водных растворов с известным суммарным содержанием УВ или с известным суммарным содержанием аренов. Эти растворы в ходе анализа проводят через все операции, что позволяет учесть потери в ходе пробоподготовки и снизить внутригрупповую селективность сигналов [3]. Систематические погрешности анализа сточных вод по новым методикам не превышают 20 % отн., что подтверждено результатами анализа ряда ГСО и модельных смесей, а также данными, полученными в ходе анализа вод разного типа с применением метода стандартных добавок. Разработанные методики использованы для анализа природных и сточных вод Омской области. Всего проанализировано около 200 проб. Результаты анализа части проб сопоставлены с данными, полученными по обычно применяемым методикам. Эти исследования привели к следующим выводам:

1. найденные по стандартным методикам значения показателя НП в водах в 1,5-2 раза ниже суммарных содержаний УВ, найденных по новым методикам, что указывает на систематическую недооценку углеводородного загрязнения водоемов;

2. найденные по новой методике суммарные содержания УВ в природных водах, как правило, превышают нормативное значение показателя «нефтепродукты», а тем более превышают значения ПДК индивидуальных токсикантов (аренов C₆-C₉);

3. суммарное содержание аренов в р. Иртыш ниже Омска находится на уровне ПДК толуола. Суммарное содержание аренов в очищенных сточных водах на 1-3 порядка превышает эти ПДК. Относительное содержание аренов в сумме УВ, содержащихся в сточных водах разных предприятий, различно и меняется в ходе водоочистки;

4. разные методики определения суммарного содержания аренов в сточных водах (ГЖХ и УФ-спектрометрия) приводят к довольно близким результатам, что подтверждает правильность этих результатов и обоснованность соответствующих природоохранных рекомендаций.

Список литературы

1. Патент РФ 2611413. Способ определения суммарного содержания УВ в водах. 2017. БИ №6.
2. Патент РФ 2669405. Способ определения суммарного содержания моноциклических ароматических углеводородов в водах. 2018. БИ № 29.
3. Verzhinin V.I., Petrov S.V. // Talanta. 2016. V.148 -Pp. 163-169.

Работа выполнена при поддержке РФФИ и Администрации Омской области (грант 16-03-550479).

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СЕНСОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОН-РАДИКАЛОВ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ

Гераскевич А.В.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
avg48@tpu.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_100

Гидроксильный радикал является одной из наиболее губительных активных форм кислорода в организме человека и выступает в качестве основного маркера окислительного стресса, который имеет особое значение в развитии ряда патологий, в том числе и раковых заболеваний [1]. В связи с этим измерение уровня ОН-радикалов в биологических объектах является актуальной задачей, поскольку полученные данные позволяют судить не только об уровне окислительного стресса, но и об эффективности действия антиоксидантных препаратов.

Электрохимический сенсор для определения ОН[•], разработанный в данной работе, представляет собой графитовый электрод, импрегнированный парафином и полиэтиленом, с последовательно нанесенными золотой пленкой и 1-гексантиолом. Самоорганизующийся монослой алкантиола, образованный на поверхности рабочего электрода за счет хемосорбции атома серы на золоте, разрушается при воздействии гидроксильных радикалов, что приводит к появлению аналитического сигнала, который регистрируется методом импедансной спектроскопии.

Исследование поверхности рабочего электрода проводилось после каждого этапа модификации методами импедансной спектроскопии и циклической вольтамперометрии. Измерения проводились в 5 мМ [Fe(CN)₆]^{3-/4-} в 0,1 М КСl.

Импедансные спектры немодифицированного рабочего электрода и его модификаций соответствуют модели Рэндлса. Сопротивление переноса заряда (R_{ct}), рассчитанное из эквивалентной схемы, составляет 10000 Ом для немодифицированного графитового электрода. После нанесения золота значение R_{ct} уменьшается до 90 Ом, что указывает на крайне быстрый процесс переноса электрона. Однако после обработки 1-гексантиолом происходит увеличение R_{ct} до 2596 Ом, что подтверждает образование монослоя алкантиола на поверхности электрода.

Электроактивные площади немодифицированного графитового электрода, а также его модификаций с золотом и 1-гексантиолом были рассчитаны по уравнению Рэндлса-Шевчика для обратимого процесса. Электроактивная площадь немодифицированного графитового электрода составила 0,119 см². Модификация электрода золотом вызвала увеличение электроактивной площади до 0,213 см², а последующее нанесение алкантиола уменьшило ее значение до 0,0936 см².

Концентрация 1-гексантиола на поверхности сенсора была определена методом хроноамперометрии. Поверхностная концентрация алкантиола составила $1,95 \cdot 10^{-7}$ моль/см², что является достаточной величиной для получения аналитического сигнала.

Таким образом, полученные данные позволяют исследовать работу сенсора на модельной системе на основе реакции Фентона.

Список литературы

1. Vera-Ramirez L. et al. // Critical reviews in oncology/hematology. 2011. Т. 80. №. 3. С. 347–368.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГЗ «Наука» № FSWW-2020-0022 и РФФИ в рамках научного проекта № 19-53-26001.

СД-8.

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ В ПРОИЗВОДСТВЕ ПРЕПАРАТА
БЕТАМИД С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДОВ ВЭЖХ И ВЭЖХ-МС**

Гражданников А.Е., Хохрина Е.А., Шеремет О.П., Попов С.А.

ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия
agrash@nioch.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_101

Бетулин и многие производные ряда лупана представляют большой интерес в связи противовирусной, противоопухолевой, антиоксидантной активностью, а также в связи с противовоспалительными свойствами. В НИОХ СО РАН разработана технологическая схема экстракции бересты для получения чистого бетулина. Из получаемого по данной схеме бетулина синтезируют бетулоновую кислоту и (N-бетулоноил)-β-аминопропионовую кислоту - Бетамид. В экспериментах на животных Бетамид показал противоопухолевую активность с рядом специфических эффектов.

Для определения состава препарата Бетамида использован метод ВЭЖХ-МС. В Бетамиде, полученном из бетулоновой кислоты, был идентифицирован ряд минорных примесей: амид олеаноловой кислоты, а также метиловый и этиловый эфиры Бетамида.

В ходе разработки процесса потребовалась методика определения бетулоновой кислоты и Бетамида на разных стадиях процесса. Для контроля хода реакций была разработана методика ОФ-ВЭЖХ на приборах серии «Милихром». Режим записи хроматограмм – градиентный, элюент - 1800 мкл смеси метанола и 0.1N раствора трифторуксусной кислоты (9:1, V/V), далее 1000 мкл - постепенное увеличение содержания метанола в смеси до чистого метанола. Опорная длина волны - 210 нм. В стадии получения бетулоновой кислоты в условиях данной методики в очищенной бетулоновой кислоте идентифицированы группа тритерпеновых кислот (в основном, олеаноловая), исходный бетулин. В продукте на стадии получения Бетамида удалось различить амид олеаноловой кислоты и этиловый эфир Бетамида.

Приведённая методика может быть применена на всех стадиях производства и очистки бетулоновой кислоты и Бетамида. Определение количества конечного продукта Бетамида возможно вплоть до концентраций около 0,00015 % без предварительного концентрирования. В результате валидации методики определения Бетамида в выпускной форме продукта было показано, что эта методика отвечает требованиям линейности (при концентрациях Бетамида 0,0005 – 0,25 %) и правильности. Методика обладает достаточной точностью, относительное стандартное отклонение (RSD) для результатов количественного определения при оценке повторяемости составляет 2,3%.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА НЕФТИ
МЕТОДАМИ АЭС-ИСП И МС-ИСП**

Гребнева-Балюк О.Н., Кубракова И.В., Тютюнник О.А.,
Лапшин С.Ю., Пряжников Д.В.

ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
Москва, Россия
grebneva@geokhi.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_102

Элементный состав нефти, в первую очередь содержание никеля и ванадия, характеризует возраст и происхождение нефти, исходные регионы и пути миграции углеводородов; эти данные используются при поиске месторождений. Содержание других элементов позволяет учесть важные прикладные аспекты, связанные с использованием нефти как энергетического ресурса: экологические риски при ее добыче и переработке, эффективность использования в качестве топлива, предопределяет технологию переработки, а также характер добавок, улучшающих свойства нефтепродуктов при транспортировке. Таким образом, желательно, чтобы информация о составе углеводородных систем была максимально полной.

На примере нефти различного состава (включая сверхвязкую) показана возможность детального элементного анализа природных углеводородных систем методами АЭС-ИСП и МС-ИСП после микроволновой (МВ) пробоподготовки.

Установлена возможность и выбраны условия микроволнового разложения образцов легкой и тяжелой нефти массой 0,5-1,0 г. Исследованы влияния остаточной кислотности и остаточного углерода на формирование аналитических сигналов в АЭС-ИСП и МС-ИСП (высокое разрешение). Показано, что АЭС-ИСП и МС-ИСП-определение элементов в нефти после МВ разложения с использованием автоклавов iPrep (SEM Corp.) можно проводить после калибровки спектрометров с помощью стандартных водных растворов, без привлечения дорогостоящих, а порой и недоступных, стандартных органических растворов.

Показана возможность АЭС-ИСП определения 19 элементов на уровне 100п - 0,0п мкг/г и 36 элементов МС-ИСП определения (с высоким разрешением) на уровне 100п - 0,0п нг/г в выбранных условиях МВ подготовки и измерения. Оценены метрологические характеристики (предел определения и стандартное отклонение). Получены данные о микроэлементном составе нефти ряда месторождений России.

Список литературы

Гребнева-Балюк О.Н., Кубракова И.В., Тютюнник О.А., Лапшин С.Ю., Пряжников Д.В. Исследование элементного состава природных углеводородных систем на примере анализа нефти методами АЭС-ИСП и МС-ИСП // ЖАХ. 2020.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 18-29-06044 мк).

**КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ МЕТАЛЛОВ В СИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ
КАТИОННОГО ПАВ ХЛОРИДА АЛКИЛБЕНЗИЛДИМЕТИЛАММОНИЯ**Елохов А.М.

Пермский государственный национальный исследовательский университет

*elhallex@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_103**

Катионные поверхностно-активные вещества (КПАВ) получили широкое распространение в качестве экстрагентов ионов металлов. Образование расслаивающихся систем возможно при высаливании КПАВ неорганическими солями или кислотами, использовании смесей с анионными ПАВ или солями с гидрофобными анионами. В большинстве случаев определяющим эффектом, обуславливающим появление расслаивания, является образование ионных ассоциатов, гидратирующихся в меньшей степени, чем исходные вещества.

В работе показана возможность применения технического катионного ПАВ катамина АБ ($[C_nH_{2n+1}N(CH_3)_2CH_2C_6H_5]Cl$, $n = 10-18$, R_4NCl) для концентрирования ионов металлов в экстракционных системах различного типа.

Среди неорганических кислот наиболее приемлемыми высаливателями катамина АБ являются азотная и хлорная. Образующиеся нитрат и перхлорат алкилбензилдиметиламмония, вследствие меньшей энергии гидратации аниона в сравнении с хлорид-ионом, имеет ограниченную растворимость в воде. Изучение распределения ряда ионов металлов в системе с азотной кислотой, показало, что таллий (III) извлекается более чем на 90%, железо (III), иттрий, индий и цинк извлекаются менее чем на 20%, рост степени извлечения лантана и тория наблюдается при концентрации азотной кислоты более 2 моль/л. Введение хлоридов натрия или калия в концентрации более 0,5 моль/л способствует количественному извлечению таллия по анионообменному механизму, предположительно в виде тетрахлороталлат-иона. При использовании в качестве дополнительного комплексообразующего реагента тиоцианата аммония возможно количественное извлечение тиоцианатных ацидокомплексов цинка, кадмия, кобальта, меди (II) и железа (III). Экстрагируемость ионов металлов при этом уменьшается в ряду: $Zn \approx Cd > Co (II) > Cu (II) > Fe (III)$

Введение сульфосалициловой кислоты или салицилата натрия в растворы катамина АБ приводит к образованию малорастворимых ионных ассоциатов, которые способны концентрировать ионы металлов за счет образования комплексных соединений с салицилат- и сульфосалицилат-ионами. В оптимальных условиях изучено распределение железа (III), цинка, кобальта и меди (II). Максимальная степень извлечения всех ионов металлов с сульфосалициловой кислотой наблюдается при pH более 10. Немонотонное увеличение степени извлечения ионов металлов в зависимости от pH равновесной водной фазы свидетельствует о возможности образования комплексных соединений различного состава и, следовательно, отличающейся экстрагируемостью. Для системы с салицилатом натрия величина pH, отвечающая максимальному извлечению металлов, увеличивается в ряду $Fe (III) < Cu (II) < Co < Zn$ и лежит в интервале 2–9. Система с салицилатом натрия может быть использована для извлечения цинка, меди (II) и железа (III) из слабокислых растворов, а также отделение кобальта от железа (III) при pH 2. Во всех случаях экстракты, содержащие ионы металлов, имеют интенсивную окраску и пригодны для разработки экстракционно-фотометрических методик определения их содержания в различных объектах.

**СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ ПОДГОТОВКИ СУЛЬФИДНЫХ
МЕДНО-НИКЕЛЕВЫХ РУД К РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМУ
АНАЛИЗУ С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ**

Жиличева А.Н.^{1,2}, Пашкова Г.В.^{1,2}, Пантеева С.В.¹, Чубаров В.М.³, Марфин А.Е.¹

¹ФГБУН Институт земной коры СО РАН, Иркутск, Россия

²ФГБОУ ВО Иркутский государственный университет, Иркутск, Россия

³ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия

pashkova.gv@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_104

Для определения основных элементов (S, Fe, Cu, Ni, Se) в сульфидных медно-никелевых рудах использовали метод рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (TXRF). Объектами исследования были образцы с содержанием сульфидов от 10 до 90 %, представленные как промышленно-бедными рудами и безрудными породами, так и массивными сульфидными рудами. Измерения выполняли на рентгеновском спектрометре с полным внешним отражением S2 PICOFOX (Bruker, Германия). Результаты TXRF были сопоставлены с результатами, полученными методами гравиметрии (S), атомно-абсорбционного анализа (Fe, Ni, Cu) и изотопного разбавления (Se).

Рассмотрены разные варианты подготовки руд к TXRF: кислотное разложение (50 мг образца + 2 мл HNO₃ + 5 мл HF + 1 мл HClO₄) и прямой анализ (приготовление суспензии - 20 мг порошка + 5 мл 1% раствора Triton X-100). В обоих случаях в качестве внутреннего стандарта добавляли раствор нитрата галлия и после перемешивания 10 мкл образца помещали на кварцевую подложку-отражатель и высушивали. Для каждого образца готовили пять независимых излучателей, каждый из которых измеряли три раза. Результаты обработали по схеме однофакторного дисперсионного анализа для разложения суммарной погрешности на составляющие, характеризующие воспроизводимость измерения аналитических линий и погрешность пробоподготовки. Суммарная погрешность (относительное стандартное отклонение (RSD)) измерения растворов после разложения не превышала 5 %, однако при открытом кислотном разложении наблюдались потери серы и селена. Погрешности измерения суспензий значительно зависели от размера частиц порошка и достигали более 30 %. Для устранения эффекта размера частиц на результаты TXRF анализа предложено использовать мокрое измельчение с использованием мельницы MM-400 (Retsch, Германия). 100 мг образца помещали в размольный стакан (10 мл), добавляли 20 г шариков из ZrO₂ диаметром 1 мм и 100 мкл внутреннего стандарта Ga (1 г/л). Конечный раствор доводили до объема очищенной водой и измельчали в течение 10 мин при частоте 20 Гц. Размер частиц в исследуемых порошках контролировали методом лазерной дифракции, используя гранулометр «ANALYSETTE 22 NanoTec» (Fritsch GmbH, Германия). Применение мокрого измельчения позволило уменьшить размер частиц до 1-5 мкм. Это улучшило не только воспроизводимость результатов анализа (значения RSD в среднем не превышали 5%), но и правильность при определении S, Fe, Cu, Ni, Se методом TXRF.

Работа выполнена с использованием оборудования Центров коллективного пользования «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН и «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН при финансовой поддержке гранта Правительства Российской Федерации №075-15-2019-1883.

ЭФФЕКТИВНОСТЬ МОДИФИКАТОРА ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ С ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ В ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Захаров Ю.А., Ирисов Д.С., Мусин Р.Х., Хайбуллин Р.Р.
Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия
zaha1964@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_105

При одностадийной атомизации некоторых проб мощности модификаторов не всегда хватает для устранения матричных помех. К таким трудным объектам относится человеческая моча, часто анализируемая на As, Se, Cd и другие микроэлементы. Матрица мочи подавляет аналитический сигнал и порождает тонко структурированный молекулярный фон PO, NaCl и NO, который не компенсируется дейтериевыми и зеэмановскими корректорами обычных спектрометров [1]. Спектрометр высокого разрешения с источником сплошного просвечивающего излучения типа ContrAA 700 (Analytik Jena) требует для компенсации составлять модельный спектр, последовательно атомизируя компоненты матрицы в виде чистых химических реагентов. Помеха ухудшает пределы обнаружения элементов.

В докладе представлены результаты разработки методики прямого анализа указанных элементов в моче с помощью двухстадийной зондовой атомизации на спектрометре ContrAA 700, оснащенный приставкой АТЗОНД. Показано, что применение палладиевого модификатора устраняет на второй стадии атомизации мешающий структурированный фон от NaCl в районе линии As 193,696 нм и от NO вокруг Se 196,026 нм, а главное, отделяет импульсы атомной абсорбции от сохраняющегося спектра PO, задерживая появление атомов в газовой фазе печи почти на секунду. Это эффект обеспечивает 2,5 мкг Pd на 5 мкл цельной мочи, дозируемых совместно в печь. Специфика состоит в том, что после высушивания этой смеси пиролиз не нужен, и сухой остаток пробы сразу атомизируют с внутренним потоком аргона. Образующийся пар выносится из дозировочного отверстия печи и фракционно конденсируется на подставленном вольфрамовом зонде. Существенная доля азота, кислорода и хлора улетучивается и не мешает взаимодействию палладия с аналитами в конденсате при последующей атомизации с поверхности зонда, опускаемого в нагретую печь. В докладе обсуждаются механизм этого процесса с привлечением данных электронной микроскопии конденсата, а также перспективы создания методики одновременного многоэлементного анализа мочи на приборе типа [2], учитывая одинаковость программы атомизатора для интересующих элементов при использовании зонда.

Список литературы

1. Becker-Ross H., Florek S., and Heitmann U. Observation, identification and correction of structured molecular background by means of continuum source AAS - determination of selenium and arsenic in human urine // J. Anal. At. Spectrom. 2000. V. 15. P. 137-141.
2. Labusov V.A., Boldova S.S., Selunin D.O., Semenov Z.V., Vashchenko P.V. and Babin S.A. High-resolution continuum-source electrothermal atomic absorption spectrometer for simultaneous multi-element determination in the spectral range of 190–780 nm // J. Anal. At. Spectrom. 2019. V. 34. P. 1005-1010.

ТВЕРДОФАЗНЫЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ ПОДГРУППЫ ЖЕЛЕЗА

Иванова Н.В.¹, Иванов Н.Н.², Лобанов А.А.¹, Захаров Ю.А.^{1,2}, Пугачев В.М.¹, Колмыков Р.П.²

¹ФГБОУ ВО «Кемеровский государственный университет», Кемерово, Россия

²Федеральный исследовательский центр угля и углехимии СО РАН, Кемерово, Россия
sayganta@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_106

Наноструктурированные (НС) бинарные системы на основе металлов подгруппы железа характеризуются уникальными магнитными и каталитическими свойствами, этим определяется разнообразие областей применения таких систем в виде тонких пленок, порошков и систем «магнитное ядро - инертная оболочка». Функциональные свойства указанных систем используются при создании средств магнитной записи, катализаторов, электрохимических сенсоров, диагностических и лекарственных средств, в том числе, для лечения онкологических заболеваний. В связи с этим актуальной является проблема разработки экспрессных методов анализа НС систем на предмет фазового и элементного состава, а также пространственного расположения фаз. Целью работы является исследование электрохимического отклика и выбор условий вольтамперометрического анализа НС бинарных систем Pt-Co(Fe), Cd-Ni(Cu), Fe-Co(Ni) и систем «ядро-оболочка» Co(Ni)/Au, Fe-Pt/Au, Ni/Ag.

Вольтамперометрические (ВА) исследования проводились с использованием потенциостатов/гальваностатов Parstat 4000 и Versastat 3 в трехэлектродной ячейке со стеклоуглеродными индикаторным и вспомогательным электродами, и хлоридсеребряным электродом сравнения. Исследуемые НС системы, полученные методом электролитического и химического восстановления [1,2], наносились на поверхность индикаторных электродов. Предварительно для каждого металла выбирались условия формирования воспроизводимого сигнала, линейно зависящего от концентрации соответствующих ионов, вводимых в электролизёр. Установлено, что в качестве фоновых электролитов могут быть использованы кислые сульфатные, хлоридные, а также аммиачные среды. В результате проведенных исследований разработаны методики анализа фазового состава указанных НС систем, заключающиеся в сочетании различных вариантов циклической и инверсионной вольтамперометрии. Каждая методика включает определенную последовательность выполнения электрохимических операций, позволяющих определить фазовый состав, а также, при необходимости, целостность оболочки из благородного металла, опираясь на потенциал пика окисления/восстановления и трансформацию параметров пика при варьировании условий. Корректность предлагаемых методик подтверждена методами рентгенофазового анализа и ИСП АЭС. Показана возможность проведения последовательного элементного ВА-анализа биметаллических систем после проведения соответствующей пробоподготовки.

Список литературы

1. Zaharov, Y., Pugachev, V., Dativ, K., Popova, A., Valnyukova, A. and Bogomyakov, A. Key Engineering Materials, 2015, vol. 670, p. 49-54.
2. Ivanova, N., Ivanova, E., Lobanov, A., Mikhailik, T., Pugachev, V., Zakharov, Yu. and Valnyukova A. IOP conference series: Materials science and engineering, 2019, p. 012019.

Авторы выражают благодарность Поповой А.Н. и Вальнюковой А.С. за предоставленные образцы наноструктурированных порошков.

СД-14.

ДНК-СЕНСОР НА ОСНОВЕ ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗОВАННЫХ НЕЙТРАЛЬНОГО КРАСНОГО И МЕТИЛЕНОВОГО СИНЕГО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ, ВЗАИМОДЕЙСТВУЮЩИХ С ДНК

Каппо Д., Евтюгин Г.А.

Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия

almija@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_107

Разработка биосенсоров – аналитических устройств, использующих в качестве распознающих элементов биологические материалы, – одно из актуальных направлений современной аналитической химии. ДНК, способная высокоспецифично связываться с различными медицински значимыми соединениями, является одним из перспективных элементов распознавания в составе таких биосенсорных устройств.

Разработан гибридный электрохимический ДНК-сенсор на основе электрополимеризованных красителей нейтрального красного и метиленового синего для определения низкомолекулярных соединений, взаимодействующих с ДНК. Для сборки сенсора на стеклоуглеродный электрод наносили углеродную чернь (УЧ) и медиатор электронного переноса пиллар[5]арен (П5А). Поверх слоя УЧ и П5А проводили последовательно электрополимеризацию красителей из их однокомпонентных растворов. Проводили варьирование состава и условий полимеризации с использованием дисперсии УЧ в ДМФА и в 0.375 % растворе хитозана в 0.05 М HCl. Также предварительно проводили окисление УЧ при помощи HNO₃ и H₂SO₄ (1:3). При использовании предварительно окисленной УЧ по сравнению с иными вариантами формирования покрытия происходило значительное увеличение регистрируемых токов окисления-восстановления полимерных форм красителей, что свидетельствовало об увеличении удельной площади поверхности электрода.

Поверх полимерного слоя проводили иммобилизацию ДНК из ее водного раствора путем кросс-сшивки глутаровым альдегидом. При включении ДНК в состав слоя токи электрополимеризованных красителей уменьшались в силу блокирования части поверхности трансдьюсера непроводящими молекулами ДНК. В случае полимерного нейтрального красного недостаточная эффективность иммобилизации биокомпонента препятствовала получению вольтамперометрического сигнала. По этой причине в состав слоя дополнительно вводили тиакаликс[4]арен с терминальными аммонийными группами в заместителях нижнего обода. Электростатическое взаимодействие фосфатных групп ДНК и аммонийных групп тиакаликс[4]арена способствовало закреплению биокомпонента на поверхности электрода. Эффективность иммобилизации зависела от конфигурации макроцикла - она была меньше для тиакаликс[4]арена в конфигурации 1,3-альтернат, тогда как использование тиакаликс[4]арена в конфигурации конус увеличивало токи поли(нейтрального красного) на 20-25% по сравнению с аналогичными сенсорами с ДНК или тиакаликс[4]ареном, включаемыми в поверхностный слой по отдельности.

Разработанный ДНК-сенсор продемонстрировал чувствительность к различным анализам, взаимодействующим с ДНК или контролирующим окислительное повреждение ДНК под действием реактивных форм кислорода. Для антрациклинового препарата доксорубина установлен предел обнаружения $1 \cdot 10^{-13}$ М, аскорбиновой кислоты – $1 \cdot 10^{-7}$ М, пероксида водорода – $1 \cdot 10^{-8}$ М. Биосенсор может найти применение в скрининге лекарственных препаратов антрациклинового ряда и контроле окислительного повреждения ДНК.

Исследования проводили при поддержке РФФИ (грант 20-33-90132).

СД-15.

**ПОДБОР ОПТИМАЛЬНОГО СПОСОБА ПРОБОПОДГОТОВКИ ГОРНЫХ ПОРОД
БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ И РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ,
УЧИТЫВАЮЩИХ МАТРИЦУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОМПОНЕНТОВ
МЕТОДОМ АЭС-ИСП**

Капустянская П. А., Вторушина Э. А., Куклина В. М.

АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпильмана»,
Ханты-Мансийск, Россия
kapustyanskayaPA@nacrn.hmao.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_108

В настоящее время остро стоит вопрос изучения макро и микроэлементного состава горных пород, в частности – пород Баженовской свиты (БС), являющейся одним из наиболее исследуемых, но при этом наименее изученным объектов. Знание элементного состава и установленная закономерность распределения этих элементов способствует построению моделей геологических процессов [1, 2].

БС представлена тонкослоистыми карбонатно-глинисто-кремнистыми отложениями, обогащенными органическим веществом. Битуминозность отложений, неоднородность вещественного состава как по вертикали, так и по горизонтали, высокое содержание в них пирита обуславливают поиск новых подходов к пробоподготовке и анализу. Принимая во внимание данные особенности, необходимо в качестве калибровочных стандартов использовать растворы, учитывающие сложную матрицу объекта, а также подобрать оптимальные условия пробоподготовки.

Данная работа посвящена поиску наиболее эффективных способов разрушения сложной органоминеральной матрицы горных пород, позволяющих достичь максимальной степени извлечения микроэлементов, а также разработке методических подходов их определения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

В ходе работы были выбраны оптимальные условия деструкции сложной матрицы и извлечения из нее элементов, находящихся в породе в следовых количествах, методами кислотного выщелачивания и сплавления. Учет сложной химической структуры осуществлен путем использования в качестве градуировочных стандартов ГСО различного состава, таких как СГХМ-4, СИ-2, СГД-2А, СГ-3 и др., предварительно переведенных в растворенную форму. Проведена оценка точности, повторяемости и воспроизводимости результатов.

Список литературы

1. Бобров В. А. Микроэлементы как индикаторы геологических процессов. Сб. науч. тр. – 1982.
2. Аношин Г. Н., Заякина С. Б. Химический анализ в геологии и геохимии //ред. Аношин ГН Новосибирск: Академическое изд-во «Гео». – 2016. – С. 235-243.

СД-16.

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО МАГНИТНОГО СОРБЦИОННОГО МАТЕРИАЛА С МЕЗОПОРИСТОЙ ОБОЛОЧКОЙ

Киселева М.С., Кубракова И.В.

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

Mariya_Kiseleva90@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_109

Разработан подход к созданию магнитных многофункциональных сорбционных материалов со структурой «ядро – многослойная оболочка» ($\text{Fe}_3\text{O}_4@TЭОС@ЦТАБ@TЭОС+МПТЭОС$), получаемых ковалентной и/или нековалентной иммобилизацией модифицирующих реагентов на поверхности наноразмерного носителя. Сорбенты такого типа сохраняют магнитные свойства носителя, устойчивы в водных средах различного состава и пригодны для одновременного или последовательного концентрирования и количественного элюирования компонентов неорганической и органической природы. Магнитные свойства сорбента обеспечивают значительное сокращение времени операций, связанных с концентрированием, за счет быстрого отделения сорбента путем магнитной сепарации.

Получение сорбентов основано на синтезе наноразмерного магнетита Fe_3O_4 и модифицировании его поверхности под действием микроволнового излучения. В этих условиях время получения мезопористых материалов сокращается на порядок. Избирательность сорбента по отношению к органическим компонентам (на примере фенола, 4-нонилфенола, 2,4-динитрофенола) и ионам тяжелых металлов (на примере Cd^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+}) достигалась за счет последовательной функционализации поверхности магнетита бромидом цетилтриметиламмония (ЦТАБ), обеспечивающим взаимодействие с органическими соединениями, и серосодержащими кремнийорганическими полимерами ($TЭОС+МПТЭОС$), обуславливающими сорбционные свойства оболочки магнетита по отношению к ионам тяжелых металлов. Таким образом, реализована возможность использования одного сорбционного материала для извлечения различных по своей природе аналитов [1].

Синтезированные материалы детально исследованы физико-химическими методами; изучены их сорбционные свойства в статических условиях (влияние pH, времени контакта фаз, природы элюента, $V : m$, солевого фона); оптимизированы условия извлечения аналитов различной природы при их содержании в растворе на уровне мкг/л. Показана перспективность применения полученного материала для определения экотоксикантов в природных водах инструментальными методами.

Список литературы

1. Киселева М.С., Пряжников Д.В., Кубракова И.В. Магнитный сорбент с мезопористой оболочкой для одновременного концентрирования экотоксикантов различной природы // Журн. аналит. химии. 2018. Т. 73. № 1. С. 14 – 21.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ МИКРОВОЛНОВОГО КИСЛОТНОГО
РАЗЛОЖЕНИЯ ДЛЯ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ**Кравченко А.А.^{1,2}, Николаева И.В.², Палесский С.В.²¹Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия²ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН,
Новосибирск, Россия
*a.kravchenko4@gsu.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_110**

Микроволновое кислотное разложение характеризуется высокой производительностью и экономичностью, однако этот способ не нашел широкого применения для геологических пород, поскольку не всегда гарантирует вскрытия сложной силикатной матрицы. Использование этого метода разложения для основных и ультраосновных пород обусловлено тем, что исследуемые породы характеризуются относительно низким содержанием силикатов (менее 50-60 %) и следовым уровнем определяемых примесных элементов, что предполагает необходимость разработки методики анализа с пределами обнаружения на уровне 0.0005-0.01 мкг/г [1, 2].

Целью настоящей работы является исследование эффективности микроволнового кислотного разложения основных, ультраосновных и кислых пород с последующим определением примесных элементов в полученных растворах методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП).

На основе результатов, полученных в серии экспериментов с изменением условий кислотного разложения исследуемых образцов (температура, давление, соотношение используемых кислот, масса навески образца) в микроволновой системе MARS-5, выбраны оптимальные условия пробоподготовки. Измерения были выполнены на ИСП масс-спектрометре с двойной фокусировкой ELEMENT, с использованием необходимого разрешения для отделения сигналов от спектральных наложений. При расчете концентраций для учета матричного влияния применяли внешнюю градуировку по многоэлементным стандартным растворам с имитацией кислотного состава проб после разложения, в качестве внутреннего стандарта использовали индий. Применимость разработанной методики для анализа основных и ультраосновных пород доказана на основе результатов определения 32 элементов (Sc, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Cs, Ba, 14 РЗЭ, Hf, Ta, Th, U) в геологических стандартных образцах BHVO-2 и BCR-2 (базальты), UB-N (серпентинит), JP-1 (перидотит). Погрешности определения составили 2.4 до 12.4 % для образцов BHVO-2, BCR-2 и UB-N, и от 5 до 32% для образца JP-1, последнее связано с близостью определяемых концентраций некоторых элементов к пределам обнаружения. Показана невозможность разложения образцов кислых пород в данных условиях.

Также получены первые результаты кислотного разложения геологических образцов в микроволновой системе UltraWAVE, которая позволяет работать при более высоких температурах и давлениях, проводится сравнение возможностей микроволновых систем MARS-5 и UltraWAVE.

Список литературы

1. Magaldi T., Navarro M., Enzweiler J. Assessment of Dissolution of Silicate Rock Reference Materials with Ammonium Bifluoride and Nitric Acid in a Microwave Oven // *Geostandards and Geoanalytical Research*. – 2019. – Т. 43, № 1. – С. 189-208.
2. Fedyunina N., Seregina I., Bolshov M., Okina O., Lyapunov S. Investigation of the efficiency of the sample pretreatment stage for the determination of the Rare Earth Elements in rock samples by inductively coupled plasma mass spectrometry technique // *Analytica Chimica Acta*. – 2012. – Т. 713. – С. 97-102.

ИЗОТОПНЫЕ ВАРИАЦИИ МЕТЕОРНЫХ ВОД ГОРОДА ТОМСКА

Крайнюков А.А., Волков Ю.В., Гераскевич А.В., Калашникова Д.А., Симонова Г.В.
Институт мониторинга климатических и экологических систем СО РАН, Томск, Россия
x260694@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_111

Соотношения стабильных изотопов кислорода и водорода метеорных вод активно используются в качестве надежных маркеров современных, а также прогнозируемых климатических и гидрологических изменений [1, 2]. Для территории России наборы таких данных существенно ограничены не только в пространстве, но и по времени. Целью работы явилась оценка изменения изотопного состава водорода (δD) и кислорода ($\delta^{18}O$) атмосферных осадков, отобранных ежедневно в период с 2017 по 2019 гг. в Томске, и взаимосвязь величин δD и $\delta^{18}O$ с температурой и количеством осадков. Синоптический анализ проводился с помощью метеоданных геофизической обсерватории ИМКЭС СО РАН и с построением обратных траекторий движения воздушных масс (модель HYSPLIT [3] и глобальная карта ветров EarthWindMap [4]). Изотопный анализ атмосферных осадков был выполнен методом изотопной масс-спектрометрии с использованием изотопного масс-спектрометра DELTA V Advantage (Thermo Fisher), совмещенного с системой GasBench II (ТомЦКП СО РАН).

Анализ изотопного состава $\delta^{18}O$ и δD атмосферных осадков показал их существенное сезонное варьирование. Построенные локальные линии метеорных вод для 2017, 2018 и 2019 годов не соответствуют глобальной линии метеорных вод, значит, осадки на исследуемой территории имеют метеорологическую структуру, отличающуюся от глобального среднего значения из-за различий в источниках влаги и географического местоположения. Рассчитаны значения дейтериевого эксцесса ($d_{\text{exc}} = \delta D - 8 \times \delta^{18}O$), определяющего избыток дейтерия в атмосферных осадках по сравнению с его количеством в равновесном процессе. Значения $\delta^{18}O$ и d_{exc} в целом варьируются в противофазе. Ярко выраженную вариацию величин d_{exc} и $\delta^{18}O$ мы наблюдаем для 2017 г., для 2018 г. хорошо выраженной противофазы нет. Возможно, это связано с вихревой активностью и поступлением воздушных масс от разных источников с различных направлений. Самые тяжелые (близкие к нулю) значения $\delta^{18}O$ были найдены в некоторых осадках в мае в 2017, 2018 и 2019 годах. Это может быть связано с высокой температурой, низким количеством осадков и высоким испарением. Достоверно положительные корреляции между температурой атмосферного воздуха и изотопным составом кислорода/водорода зафиксированы в период сезонов с умеренным режимом выпадения атмосферных осадков. Температурный эффект в течение всего года зафиксирован только в 2017 г. Близкие к нулю и отрицательные температурные корреляции проявились в периоды выпадения ливневых осадков в 2018 и 2019 гг.

Список литературы

1. Ферронский В.И., Поляков В.А. Изотопия гидросферы Земли. М., Науч. мир, 2009. 632 с.
2. Bowen G.J.; Wilkinson B. Spatial distribution of $\delta^{18}O$ in meteoric precipitation // *Geology*. 2002. V.30. P. 315–318.
3. Rolph G., Stein A., Stunder B. Real-time Environmental Applications and Display sYstem: READY // *Environmental Modelling & Software*. 2017. V. 95. P. 210–228.
4. <https://earth.nullschool.net/ru/> (09.04.2020).

Работа выполнена при поддержке базового проекта АААА-А17-117013050030-1. Данные метеорологических наблюдений любезно предоставлены геофизической обсерваторией ИМКЭС СО РАН.

КОМПЛЕКС МЕТОДОВ АТОМНО-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Кубракова И.В., Тютюнник О.А., Набиуллина С.Н.

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

kubrakova@geokhi.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_112

На примере работ авторов систематизированы аналитические подходы к определению следовых содержаний ЭПГ и золота ($1n-1000n$ ppb) в природных объектах. Рассмотрены принципы выбора современных атомно-спектрометрических методов (ЭТААС, АЭС-ИСП, МС-ИСП) при анализе геохимических материалов на содержание благородных металлов. Сопоставлены возможности и ограничения методов пробоподготовки и различных способов сорбционного отделения матричных компонентов, обеспечивающих определение ультраследовых количеств ЭПГ.

Разработаны и апробированы схемы, предназначенные для анализа пород океанического ложа (железомарганцевых конкреций и корок, абиссальных перидотитов срединно-океанических хребтов), малосульфидных руд, метеоритного вещества и других природных объектов. Для оценки метрологических характеристик методик использованы стандартные образцы состава (СОС) руд различного генезиса и пород океанического дна, а также образцы международных программ тестирования геоаналитических лабораторий.

Приведены примеры использования полученных данных для решения ряда фундаментальных и прикладных геохимических задач.

Список литературы

1. Кубракова И.В., Тютюнник О. А., Кощеева И. Я., Садагов А. Ю., Набиуллина С. Н. Миграционное поведение платиновых металлов в природно-техногенных системах // 2017. Геохимия. №1. С.68.
2. Кубракова И.В., Набиуллина С.Н., Тютюнник О.А. Определение ЭПГ и золота в геохимических объектах: опыт использования спектрометрических методов // Геохимия. 2020. №4. С.328.
3. Кубракова И.В., Гребнева-Балюк О.Н. Платиновые металлы в природных системах: содержание, определение, формы нахождения, геохимическое поведение. В кн: «Аналитический контроль благородных металлов». РИЦ "Техносфера". Серия "Мир химии". 2019. С.167.
4. Гребнева-Балюк О. Н., Кубракова И. В. Определение элементов платиновой группы в геологических объектах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой: возможности и ограничения // Ж. аналит. химии. 2020. №3.
5. Тютюнник О. А., Набиуллина С. Н., Аносова М. О., Кубракова И. В. ИСП-МС определение следовых содержаний элементов платиновой группы и золота в ультраосновных породах с использованием сорбентов AG-X8 и LN-resin // Ж. аналит. химии. 2020. №6.
6. Силантьев С.А., Кубракова И.В., Тютюнник О.А. Характер распределения сидерофильных и халькофильных элементов в серпентинитах океанической литосферы как отражение магматической и внутрикоровой эволюции мантийного субстрата // Геохимия. 2016. № 12. С.1059.
7. Силантьев С.А., Кубракова И.В., Портнягин М.В., Тютюнник О.А., Жилкина А.В., Грязнова А.С., Хернле К., Вернер Р. Ультрамафит-мафитовая ассоциация плутонических пород и роговообманковые сланцы хребтов Ширшова (Берингово море) и Стелмейт (Северо-Западная акватория Тихого океана): геодинамическая интерпретация геохимических данных // 2018. Петрология. Т.26. №5. С.511.
8. Krivolutskaya N., Tolstykh N., Kedrovskaya T., Naumov K., Kubrakova I., Tyutyunnik O., et al. World-class PGE-Cu-Ni Talnakh Deposit: new data on the structure and unique mineralization of the southern branch // Minerals. 2018. V.8. N4. P.124.
9. Krivolutskaya N.A., Gongalsky B.I., Shlychkova T.V., Kubrakova I.V., Tyutyunnik O.A. et al. Geology of the Western Flanks of the Oktyabr'skoe Deposit, Norilsk District, Russia: Evidence of Close Magmatic System // Mineralium Deposita. 2018. 14 August. <https://doi.org/10.1007/s00126-018-0827-z>.

**СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ ПРОБОПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ КЕРНА
БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА***Кузьменко О.С., Вторушина Э.А.*

АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпильмана»,
Ханты-Мансийск, Россия
kos_11.01.69@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_113

Исследование отложений баженовской свиты остается на данный момент одним из перспективных направлений в области региональной геологии Западной Сибири. Их рассматривают как основу материнской толщи для формирования пород-коллекторов углеводородного сырья [2]. Оценка рентабельности нефтяных месторождений определяется в том числе и составом горных пород, дающим информацию о палеогеографической обстановке соответствующего времени и об условиях осадконакопления изучаемых отложений [1]. Одним из методов, используемых для изучения минерально-компонентного состава горных пород, в частности керна, является рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Данный метод, достаточно простой и точный, не требует перевода кернового материала в раствор и традиционно используется для определения породообразующих элементов в виде их окислов. Однако применение его для исследования отложений баженовской свиты сопровождается рядом трудностей, обусловленных неоднородным и сложным химическим составом отложений (высокое содержание органического вещества, пирита, карбонатные и пепловые прослои, неравномерное распределение минералов по разрезу).

Данная работа посвящена выбору оптимальных способов пробоподготовки и количественного анализа, позволяющих учесть матричные влияния при анализе пород баженовской свиты. В качестве объекта исследования были выбраны образцы керна баженовской свиты нескольких скважин на территории Западной Сибири. Определение элементного состава проводили на волновом рентгенофлуоресцентном спектрометре ARL Perform'X 4200 (Thermo Fisher Scientific, Швейцария).

В результате исследований было проведено сравнение трех способов пробоподготовки измельченного кернового материала – прессование с добавлением воска в качестве связующего агента, сплавление с тетраборатом лития и насыпным способом в кюветах для жидких образцов. Таблетки, полученные прессованием и сплавлением, анализировали в вакууме, насыпные образцы – в среде гелия. Для учета матричных влияний количественный анализ проводили методом фундаментальных параметров с применением капша-коэффициентами, рассчитанных по выборке образцов баженовской свиты разного состава. Для проверки правильности использовали метод добавок и сравнение с независимым методом анализа.

Список литературы

1. Артамонов Д.О., Иванов П.А., Орлова О.В. Применение метода фундаментальных параметров при определении химического состава пластовых вод на рентгенофлуоресцентном спектрометре//Литология, петрография, минералогия, геохимия. 2013. №.13. С.79-84.
2. Арутюнов Т.В. Условия накопления и нефтеносность баженовской свиты Западной Сибири// Современные тенденции развития науки и технологий. 2015. №.3-4. С. 117-126.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПРИМЕСЕЙ В ИЗОЛЯЦИОННОМ МАСЛЕ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС СПЕКТРОМЕТРИИ

Куклина В.М.¹, Нехоросhev С.В.², Лютикова М.Н.³

¹АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпилемана», Ханты-Мансийск, Россия

²БУ Ханты-Мансийская государственная медицинская академия, Ханты-Мансийск, Россия

³Ямало-Ненецкое ПМЭС – филиал ПАО «ФСК ЕЭС», Ноябрьск, Россия

kuklinavm@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_114

Аналитический контроль трансформаторного масла является важным и обязательным требованием, позволяющим поддерживать его качество в пределах установленных норм в процессе эксплуатации, а также диагностировать скрытые неисправности электрооборудования и предотвратить выход его из строя.

Одной из традиционных антиокислительных присадок к трансформаторному маслу является ионол, или 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол. В процессе эксплуатации концентрация ионола в трансформаторном масле снижается, для чего осуществляется его периодический аналитический контроль методом ГХ-ПВД [1]. При этом на хроматограммах «состаренного» масла, кроме пика ионола появляются дополнительные пики, которые до настоящего времени оставались не идентифицированными и могут являться дополнительным диагностическим признаком степени износа жидкого диэлектрика. В связи с этим цель работы заключалась в изучении примесного состава «состаренного» минерального масла методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ-МС).

Анализ метанольного экстракта масла марки ТТ-13, эксплуатировавшегося более 20 лет, проводился методом ГХ-МС на газовом хроматографе с масс-селективным детектором Trace 1310 (Thermo Fisher Scientific) с применением капиллярной колонки «Elite-5MS» длиной 30 м. На рис. 1 представлена хроматограмма метанольного экстракта «состаренного» трансформаторного масла.

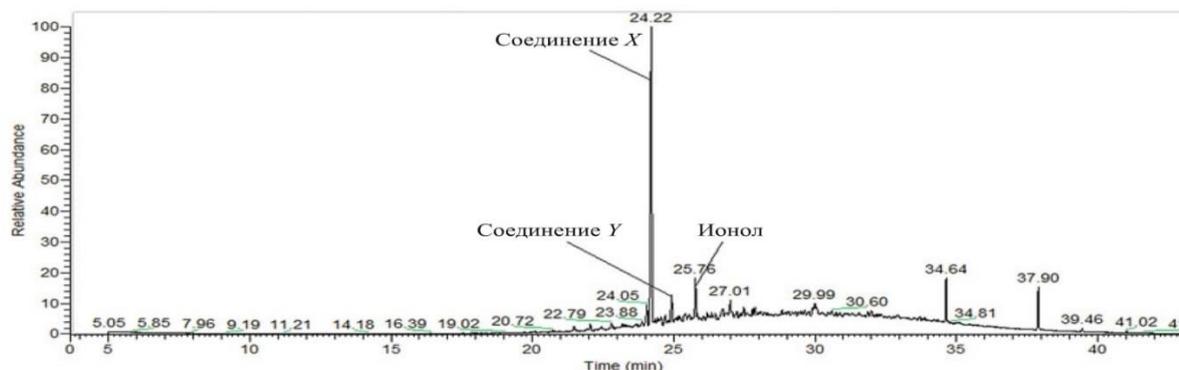


Рис.1. – Хроматограмма метанольного экстракта «состаренного» трансформаторного масла в режиме полного ионного тока (TIC).

С помощью масс-спектров из электронной библиотеки NIST 2017 и стандартных образцов индивидуальных соединений, на хроматограмме «состаренного» трансформаторного масла, кроме пика ионола удалось надежно идентифицировать 2 примесных соединения (X – 2,6-ди-трет-бутил-фенол и Y – 2,6-ди-трет-бутил-р- бензохинон), которые являются продуктами химического превращения ионола.

Список литературы:

1. ASTM Standard D 4768-96. Standard Test Method for Analysis of 2,6-Ditertiary-Butyl Para-Cresol and 2,6-Ditertiary-Butyl Phenol in Insulating Liquids by Gas Chromatography. ASTM International, 1996. 3 p.

**РОЛЬ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ПРИ МИКРОЗОНДОВОМ АНАЛИЗЕ
СИНТЕТИЧЕСКИХ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ**Куликова И.М.¹, Набелкин О.А.¹, Лаврентьев Ю.Г.², Иванов В.А.¹¹ФГБУ Институт минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов (ИМГРЭ),
Москва, Россия²ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН,
Новосибирск, Россия
*micropro@igm.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_115**

В последнее время электронно-зондовый микроанализ стали использовать для исследования ультрадисперсных систем, покрытых разнообразными функциональными группами. Подобные объекты требуют привлечения методов рентгеновской спектроскопии как при изучении электронной структуры излучающих атомов легких элементов В, С, N, О, F в монокристаллах, так и при количественном определении их содержания методом рентгеноспектрального микроанализа.

Измерения выполняли на модернизированном микроанализаторе “Camebax-microbeam” с волновой дисперсией: ускоряющее напряжение 10 кВ, ток пучка электронов 50–120 нА, кристалл-анализатор ODPB. Объектами исследования служили монокристаллы природных карбонатов, карбамида, нитрита натрия и нитратов натрия и аммония. Разработаны приемы устранения зарядки образцов в ходе исследования и повышения устойчивости образцов к воздействию электронной бомбардировки. В качестве аналитического параметра использовали интегральную интенсивность линий. Установлена эмпирическая формула для формы кривой интенсивности фона в области линии азота. Учитывали эффект самопоглощения азотом не только самой линии азота, но и фона. Расчет концентраций выполняли методом PAP с использованием коэффициентов поглощения по Хенке. Уточнены коэффициенты поглощения $NK\alpha$ -линии и фона, обусловленные тонкой структурой K -края поглощения азота.

Методы рентгеновской спектроскопии позволили установить некоторые особенности электронной структуры изученных соединений и форму вхождения атомов лёгких элементов С, N, О в комплексные анионы и катионы – аналоги функциональных групп. Так, по спектрам азота в нитритах и нитратах щелочных металлов выявлена структура резонансных уровней, возникающих в низкоэнергетической части зоны проводимости. Изучено косвенное обменное взаимодействие магнитных ионов через NO_3 -группы, когда на атоме азота с рентгеновской вакансией возникает локальная спиновая электронная плотность, даже если атом в основном состоянии имеет нулевой магнитный момент. Исследованы ультрадисперсные алмазы статического синтеза размером 10-40 мкм и микровключения, которые оказались частицами NiMn-катализатора.

ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗАЦИЯ НОВЫХ ФОРМ ФЕНОТИАЗИНОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ДНК-СЕНСОРАХ

Куликова Т.Н., Маланина А.Н., Падня П.Л., Евтюгин Г.А.

Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия

wefy2009@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_116

Фенотиазины как медиаторы электронного переноса находят широкое применение в биосенсорике, в том числе в электрохимических ДНК-сенсорах для определения лекарственных препаратов по их взаимодействию с ДНК. Электрополимеризация фенотиазинов расширяет возможности их включения в состав биосенсоров благодаря легкости получения, возможности контроля толщины и свойств образующегося покрытия. Электрохимические свойства полимерных форм замещенных фенотиазинов зависят от распределения зарядов в слое, даже их незначительное изменение проявляется в соответствующих сдвигах потенциалов и токов пика на вольтамперограммах [1]. В данной работе, нами проведена электрополимеризация N-фенил-3-(фенилимино)-3H-фенотиазин-7-амина (рис. 1) и исследовано его поведение в составе ДНК-сенсора.

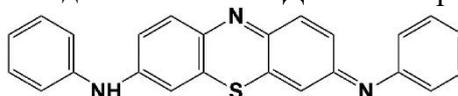


Рис.1 Химическая структура восстановленной мономерной формы N-фенил-3-(фенилимино)-3H-фенотиазин-7-амина

Полимеризацию проводили из смеси серной кислоты и ацетона с последующей инкубацией электрода в водном растворе ДНК, предварительно насыщенной Метиленовым синим. Поскольку Метиленовый синий и доксорубин участвуют в конкурентных взаимодействиях с одними и теми же участками ДНК, предварительное введение Метиленового синего увеличивает чувствительность сигналов на вольтамперограммах к процессам интеркалирования ДНК [2]. Разработанный ДНК-сенсор проявил чувствительность к доксорубину на уровне его концентраций в диапазоне 0.05 - 10 нМ.

Для импедиметрической регистрации сигнала ДНК сенсора предложено ввести в состав продукта полимеризации карбоксилатное производное тиакаликс[4]арена. Наибольшее влияние на электрохимические свойства получаемого покрытия при сохранении эффективности электрополимеризации оказывало включение в состав слоя тиакаликс[4]арена в конфигурации *альтернат*, его аналоги в конфигурации *конус* и *частичный конус* не влияли на электрохимическую активность, но снижали выход продукта полимеризации. Изменение в характеристиках полимеризации и влиянии макроциклов обусловлено стерическими факторами, определяющими взаимодействие катионных центров продукта полимеризации и карбоксилатных групп макроцикла. Дальнейшее инкубирование сенсора в водном растворе 1 мг/мл ДНК из молок лосося позволили получить устойчивое покрытие, характеристики сопротивления заряда которого менялись в присутствии доксорубина как модельного интеркалятора ДНК. Биосенсор позволял проводить определение доксорубина в интервале концентраций от 0.1 до 5 нМ.

Список литературы

1. Yu. Kuzin, P. Padnya, I. Stoikov, G. Evtugyn, D. Stoikov, V. Gorbachuk, A. Khadieva. *Electrochim. Acta* 345 (2020) 136195
2. T. Kulikova, A. Porfireva, R. Shamagsumova, G. Evtugyn. *Electroanal.* 30 (2018) 2284

Исследования проводились в рамках РНФ 19-73-10134.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНОЙ ЧЕРНИ И АКРИДИНОВОГО ЖЕЛТОГО И ИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ С ДНК

Куликова Т.Н., Хуснутдинова А.Р., Маланина А.Н., Евтюгин Г.А.
Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия
malanast@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_117

Структурное сходство акридиновых красителей с некоторыми лекарственными препаратами, такими как дауномицин или актиномицин, делает их интересными модельными системами для решения различных (био)физико-химических задач. Производные акридина находятся в авангарде противоопухолевых препаратов, они связываются с малой бороздкой двойной спирали ДНК посредством замещения протония, после чего интеркалируют между парами ее оснований, блокируя деление опухолевых клеток. Акридиновый желтый (АУ) или 3,6-диамино-2,7-диметилакридин (рис. 1), обладая противоопухолевым действием, ранее в составе ДНК-

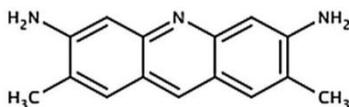


Рис. 1. Акридиновый желтый (АУ)

сенсоров не изучался, что связано с трудностями его включения в состав биочувствительного слоя и недостаточной исследованностью электрохимических характеристик. В данной работе нами исследованы условия окисления-восстановления АУ, включаемого в слой углеродной черни на поверхности стеклоуглеродного электрода, а также изучены возможности использования его сигнала для регистрации взаимодействий с участием нативной ДНК. Для регистрации вольтамперных кривых АУ на стеклоуглеродный электрод капельно наносили смесь суспензии углеродной черни в диметилформамиде или хитозане и водного раствора красителя (1:1 об.). На вольтамперных кривых наблюдался необратимый пик окисления АУ 0.8-1.1 В, высота которого зависела от рН и природы органического растворителя - диспергатора. По зависимости тока пика от скорости сканирования потенциала лимитирующей стадией переноса электрона является поверхностная реакция. Инкубирование сенсора в водном растворе ДНК из молок лосося приводило к почти двукратному увеличению токов пика красителя, что связано с его взаимодействием с биополимером. Изменение тока пика зависело от рН раствора с максимумом при рН 5.0 и минимумом при рН 3.0. Влияние ДНК на электрохимическое поведение АУ зависело от природы растворителя и было максимальным при обработке слоя АУ-углеродная чернь диметилформамидом. Установлены рабочие условия внесения ДНК и ее концентрация, отвечающие максимальному сигналу красителя. Включение ДНК было подтверждено измерением электрохимического импеданса на модифицированном электроде, показавшем закономерное увеличение сопротивления переноса заряда и емкости слоя.

Для установления механизма взаимодействия АУ с ДНК аналогичные эксперименты были проведены с полистиролсульфонатом и денатурированной ДНК, показавшими сходные изменения токов АУ. Это позволило предположить взаимодействие красителя с биополимером по поверхности спирали ДНК, сохраняющее электрохимическую активность красителя. ДНК-сенсор показал чувствительность к присутствию антрациклиновых препаратов цитостатического действия, что открывает возможности его применения в контроле химиотерапии онкологических заболеваний.

Исследования проводились в рамках РФФ 17-73-20024

ОСОБЕННОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ Fe И Mn В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕР

Ларина Н.С., Михеева Е.Е., Москалу А.К., Хорошавин В.Ю.
ФГАОУ ВО Тюменский государственный университет, Тюмень, Россия
nslarina@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_118

Одной из важнейших проблем нашего времени является рациональное использование и охрана водных ресурсов, и решение этой проблемы невозможно без многомерного изучения водных объектов [1,2]. Оценка допустимого антропогенного воздействия на водоемы включает в себя не только определение концентраций и форм токсичных элементов в толще воды, но и содержание загрязняющих веществ в донных отложениях поверхностных водоемов [2,3].

Целью данного исследования являлось выявление закономерностей распределения некоторых геохимических показателей (рН, ППП, С(Fe), С(Mn) и др.) по глубине разреза донных отложений в зависимости от их гранулометрического состава на примере озера Ранге-Тур (ХМАО).

Был проведен послойный гранулометрический анализ донных отложений озера, определены общие геохимические показатели (рН, электропроводность, потери при прокаливании (ППП)) [4,5]. Распределению значений рН по глубине донных отложений позволяет выделить несколько участков: резкое увеличение водородного показателя до глубины 26 см с двумя ярко выраженными экстремумами на глубине 24-25 и 28-29 см; затем, до глубины 15 см величина рН стабильно понижается от рН = 5,8 до рН = 5,3, что может свидетельствовать о закислении водоема в период их формирования. ППП достигает максимальных значений в верхних слоях, затем содержание органического вещества на глубине около 11 см плавно снижается. Содержание железа и марганца в пробах распределяется крайне неравномерно. В каждой фракции можно определить несколько экстремумов, характеризующихся максимальным значением содержания элементов. Содержание железа и марганца, определенное во фракциях разного размера, было соотнесено с валовым содержанием данных элементов (методом РФА).

Проведенные исследования позволили установить закономерности и взаимосвязи геохимических показателей, выделить 3 геохимических барьера, характеризующиеся экстремальными значениями ряда показателей, а также предположить возможные формы нахождения железа и марганца в озерных отложениях.

Список литературы

1. Kükre, S.; Şeker, S.; Abacı, Z.T.; Kutlu, B. Ecological risk assessment of heavy metals in surface sediments of northern littoral zone of Lake Çıldır, Ardahan, Turkey. *Environ. Monit. Assess.* 2014, 186, 3847–3857.
2. Maslennikova, S., Larina, N., Larin, S., The effect of sediment grain size on heavy metal content. *Lakes Reserv. Ponds 6 // WATER RESOURCES AND WETLANDS.* 2012 - P.43–54.
3. Сартаков М.П., Осницкий Е.М., Ларина Н.С., Комиссаров И.Д., Литвиненко Н.В. Минеральный состав сапропелей озер левого берега Оби Среднего Приобья Западной Сибири//Естественные и технические науки. 2019. № 11 (137). С. 306-310.
4. Комплексное гидрохимическое и биологическое исследование качества вод и состояния водных и околосредных экосистем. Методическое руководство/ Тюмень, 2011. Том 1. Полевые исследования. 128 с.
5. Ларина Н.С. Практикум по химико-экологическому мониторингу окружающей среды/ Н.С. Ларина, В.Г. Катанаева, Н.В. Ларина. Шадринск: Издательство ОГУП "Шадринский Дом Печати", 2007. 390 с.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-44-860010 на оборудовании ЦКП ТюмГУ (Министерство науки и высшего образования РФ, контракт 05.594.21.0019).

УСКОРЕННАЯ ПОДГОТОВКА ЖИРОСОДЕРЖАЩИХ ПРОБ В АНАЛИЗЕ ДИОКСИНОВ И ПХБ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Левашова Е.А., Зыкова Г.В., Финаков Г.Г.

ФГУП Научно-технический центр радиационно-химической безопасности
и гигиены ФМБА России, Москва, Россия*eabelinsk@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_119**

Полихлорированные дибензо-п-диоксины (ПХДД), дибензофураны (ПХДФ), бифенилы (ПХБ) – одни из самых токсичных соединений Приложения С Стокгольмской конвенции о стойких органических загрязнителях (СОЗ) [1]. При поступлении в организм человека основная часть ПХДД/ПХДФ и ПХБ всасывается через желудочно-кишечный тракт (90%), включается в биохимические процессы и аккумулируется преимущественно в жировой ткани и печени. Поскольку в подавляющем большинстве случаев степень кумуляции ПХДД/ПХДФ и ПХБ в биоте характеризует протяженность и направленность трофических цепей, то можно считать, что поступление этих веществ в организм человека в первую очередь связано с пищевыми продуктами [2].

Целью данной работы являлась разработка ускоренной пробоподготовки пищевых проб в анализе ПХДД/ПХДФ и ПХБ методом хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС).

Анализ супертоксикантов ПХДД/ПХДФ и ПХБ проводили в пробах пищевых продуктов (n=38): мясо и молочные продукты. Для извлечения ПХДД, ПХДФ и ПХБ была разработана комплексная методика экстракции и очистки, позволяющая проводить подготовку проб как в «ручном режиме», так и в автоматической системе PLE Total-Rapid-Prep™ (FMS, Waltham, MA, USA). Измерение концентрации аналитов выполняли на магнитно-секторном масс-спектрометре высокого разрешения AutoSpec Premier фирмы Waters, США с газовым хроматографом 7890 фирмы Agilent Technologies, США. Для оценки полноты извлечения ПХДД/ПХДФ и ПХБ и контроля качества анализа использовали изотопно-меченые стандарты-имитаторы (¹³C).

В работе приведен сравнительный анализ подготовки проб с использованием системы FMS (Waltham, MA, USA) со стандартной пробоподготовкой, обычно используемой в российских лабораториях - экстракцией в аппарате Сокслета, с использованием ультразвука и очисткой на хроматографических колонках. В результате сопоставления двух методов подготовки жиросодержащих проб для выполнения ГХ-МС анализа было выявлено ряд преимуществ автоматической системы пробоподготовки: сокращение трудозатрат и времени подготовки проб; снижение расхода используемых растворителей и хроматографических сорбентов; значительное упрощение работы с пробами, что привело к снижению возможных ошибок «человеческого фактора». Проведена оценка эффективности использования одноразовых хроматографических колонок большой ёмкости PCB-HCDS-ACD (Waltham, MA, USA), позволяющих выполнять очистку проб с высоким содержанием жира (5 г) без снижения извлечения целевых аналитов. Метод показал высокую степень извлечения ПХДД, ПХДФ и ПХБ (70-87%).

Ускоренная подготовка проб с применением автоматизированной системы экстракции и очистки является перспективным методом в решении сложных задач ГХ-МС анализа высокотоксичных диоксинов и ПХБ в жиросодержащих матрицах.

Список литературы

1. Stockholm Convention on persistent organic pollutants. // Stockholm. – 22 May 2001.
2. Майстренко, В.Н. Эколого-аналитический мониторинг органических загрязнителей / В.Н. Майстренко, Н.А. Клюев. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2004. – 323 с.

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ
ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС/МС**

Ленинский М.А., Савельева Е.И., Васильева И.А., Каракашев Г.В, Шачнева М.Д.
ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России, г.п. Кузьмоловский, Россия
m.leninskii@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_120

Разработана процедура идентификации продуктов превращения фосфорорганических отравляющих веществ (ФОВ), образующихся в процессе детоксикации элементов инфраструктуры объектов по уничтожению химического оружия. В качестве аналитов выбраны персистентные вещества с высокой сорбционной активностью, а именно: российское вещество ви-икс (VR) и продукты его трансформации, а также продукты трансформации зарина и зомана. Уникальность предложенной процедуры заключается в возможности идентификации в рамках одного анализа двенадцати токсикантов, среди которых не только продукты гидролиза рассматриваемых ФОВ, но и продукты их детоксикации по Российской технологии с применением рецептур, содержащих в качестве активного ингредиента изобутилат калия. При гидролизе ФОВ образуются полярные алкилметилфосфоновые кислоты. При применении дегазирующих рецептур с изобутилатом калия (алкоголиз) происходило образование неполярных диэфиров метилфосфоновой кислоты вышеперечисленных ФОВ.

В исследуемый образец (смыв с поверхности или навеска измельченного твердого образца) вносили внутренний стандарт – параоксон, затем проводили экстракцию метанолом с последующим концентрированием экстракта в токе азота и добавлением к концентрированному экстракту аликвоты 0,1% водного раствора муравьиной кислоты. Полученную пробу анализировали методом ВЭЖХ-МС/МС в режиме мониторинга заданных реакций (MRM).

В случае обнаружения маркеров конверсии VR предусмотрено его количественное определение по разработанной нами и аттестованной методике измерений VR и токсичного продукта его гидролиза S-[(2-диэтиламино)этил] метилфосфонотиоата в смывах и твердых образцах (№ ФР.1.31.2020.36539).

Предложенные подходы применяются в рамках санитарно-химического обследования бывших объектов по уничтожению химического оружия на этапе их подготовки к перепрофилированию.

Список источников

1. Васильев И.А., Швыряев Б.В., Либерман Б.М., Шелученко В.В., Петрунин В.А., Горский В.Г. // Рос.хим.журнал. 1995. Т.39. Вып.4. С. 10 – 15.
2. Демидюк В.В., Шалганова И.В., Широков А.Ю. Эколого-гигиеническая характеристика российской двухстадийной технологии химической детоксикации зарина, зомана, Ви-газов (предварительное сообщение). М.–СПб, 1998. 30 с.
3. Савельева Е., Ленинский М., Васильева И., Каракашев Г., Самченко Н. Определение следовых количеств O-изобутил-S-[(2-диэтиламино)этил] метилфосфонотиоата и токсичного продукта его гидролиза методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием // Аналитика и контроль. 2021. Т.25. №3. С.43

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ УРАВНЕНИЯ МАРКА-КУНА-ХАУВИНКА ДРЕВЕСНЫХ ГЕМИЦЕЛЛЮЛОЗ МЕТОДОМ ГЕЛЬ-ПРОНИКАЮЩЕЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Маляр Ю.Н.^{1,2}, Чудина А.И.¹, Боровкова В.С.^{1,2}, Судакова И.Г.¹

¹Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск, Россия

²Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

yumalyar@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_121

Гемицеллюлозы (ГЦ) – полисахариды клеточной стенки растений, являются самыми распространенными возобновляемыми растительными полимерами после целлюлозы и являются побочным продуктом процессов делигнификации древесины. В настоящее время ГЦ не находят широкого применения вследствие сложности выделения, а также неупорядоченной полимерной структуры. Однако существуют перспективные разработки для применения ГЦ в пленках для упаковки [1], в качестве материала для трехмерной печати [2], в различных биомедицинских целях благодаря таким преимуществам как нетоксичность, биосовместимость, способность к биологическому разложению [3]. Гемицеллюлозы, полученные в процессе каталитического фракционирования древесины с использованием катализаторов, имеют низкое содержание лигнина и пригодны для дальнейшей переработки.

Критическими параметрами для любого полимерного материала являются их молекулярно-массовые характеристики, а при использовании полимера в качестве стабилизаторов, пленок, адсорбентов важным являются вязкостные характеристики. Уравнение, связывающее молекулярно-массовые характеристики полимера с его вязкостью – Марка-Куна-Хаувинка: $[\eta] = K_{\eta} M^{\alpha}$. Коэффициенты K_{η} и α являются ключевыми характеристиками, определяющими конформации и размеры молекул. Однако классический метод вискозиметрии плохо описывает системы сложных полимеров. Поэтому для определения констант уравнения Марка-Куна-Хаувинка предложено использовать метод гель-проникающей хроматографии с вискозиметрическим детектором. Такая комбинация методов дает высокую точность получаемых значений, а также хорошую воспроизводимость.

Для ГЦ, полученных методом окислительной делигнификации древесины лиственницы, подобраны состав элюента и параметры хроматографирования, позволяющие подавить полиэлектролитный эффект. Разработана методика определения констант уравнения Марка-Куна-Хаувинка для ГЦ, и установлены зависимости от параметров делигнификации, таких как концентрация катализатора, температура и продолжительность процесса. Установлено, коэффициент α меняется в пределах 0,73-0,88 при увеличении продолжительности процесса, а K_{η} зависит от концентрации катализаторов, что позволяет варьировать параметры процесса для получения гемицеллюлоз с заданными молекулярно-массовыми характеристиками.

Список литературы

1. Mendes F.R.S., Bastos M.S.R., Mendes L.G., Silva A.R.A., Moreira R.A. Preparation and evaluation of hemicellulose films and their blends // Food Hydrocoll. 2017. V. 70, P. 181.
2. Xu W., Pranovich A., Uppstu P., Wang X., Kronlund D., Hemming J., Öblom H., Moritz N., Preis M., Sandler N., Willför S., Xu C. Novel biorenewable composite of wood polysaccharide and polylactic acid for three-dimensional printing // Carbohydr. Polym. 2018. V. 187, P. 51.
3. Sun X.-F., Wang H.-H., Jing Z.-X., Mohanathas R. Hemicellulose-based pH-sensitive and biodegradable hydrogel for controlled drug delivery // Carbohydr. Polym. 2013. V. 92. P. 1357

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-33-70256.

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ НАСТОЛЬНОГО ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО СПЕКТРОМЕТРА ДЛЯ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО АНАЛИЗА КАМЕННЫХ АРХЕОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Мухамедова М.М.^{1,2}, Пашкова Г.В.^{1,2}, Сасим С.А.², Демонтерова Е.И.¹, Чубаров В.М.^{1,3},

¹ФГБУН Институт земной коры СО РАН, Иркутск, Россия

²ФГБОУ ВО Иркутский государственный университет, Иркутск, Россия

³ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия

m.mukhamedova2017@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_122

Каменный материал в виде артефактов, манупортов или отщепов является часто единственным источником информации для изучения истории человека и его поведения в эпоху неолита. Это связано с разрушением и потерей утилитарных изделий, сделанных из дерева, кожи и кости при долговременном нахождении в грунте. Изучение химического состава каменного материала, обнаруженного при исследовании археологических стоянок, используется для идентификации источника геологического сырья, оценки маршрутов транспортировки и культурных взаимосвязей между людьми, проживающими в различных регионах.

Каменные артефакты являются уникальными находками, поэтому мы рассматривали возможность проведения неразрушающего анализа. Стационарные рентгенофлуоресцентные спектрометры, как правило, оснащены кюветами диаметром не более 40 мм. Это накладывает ограничения для проведения исследований крупногабаритных образцов, которые не помещаются в стандартную кювету.

В данном исследовании для определения состава таких объектов мы использовали настольный энергодисперсионный спектрометр СТХTM (Bruker, Германия), камера которого имеет размер 12 см x 13,5 см x 8,5 см. Для расчета концентраций элементов использовали программное обеспечение, основанное на способе фундаментальных параметров. В качестве определяемых компонентов рассматривали порообразующие оксиды (MgO, Al₂O₃, SiO₂, P₂O₅, K₂O, CaO, MnO, TiO₂, Fe₂O₃).

Объектами исследования служили изделия из аргиллита, базальта, риолита, кварца. Для проведения измерений выбирали поверхность, близкую к плоской и свободную от вторичных изменений, связанных с нахождением образца в осадочных горизонтах. Чтобы учесть неоднородность изделия, образец облучали в нескольких точках с разных сторон. Для контроля правильности результатов неразрушающего анализа среди исследуемых образцов отобрали несколько кусочков, которые были истерты до порошкообразного состояния, подготовлены в виде стекол диаметром 40 мм и измерены с помощью стационарного рентгенофлуоресцентного спектрометра с волновой дисперсией S8 Tiger (Bruker, Германия). Расхождения между результатами неразрушающего анализа и силикатного анализа с подготовкой проб сплавлением составили 10-30 % отн. для Al₂O₃, SiO₂, K₂O, CaO, Fe₂O₃. Для низких содержаний MgO, P₂O₅, MnO, TiO₂ расхождения между результатами более значимые (> 30 %).

В докладе приведен пример приближенно количественного неразрушающего анализа каменных топоров с «ушками», который позволил идентифицировать состав каменного геологического сырья, используемого для их изготовления.

Работа выполнена с использованием оборудования Центров коллективного пользования «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН и «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 19-78-10084).

**ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА, БРОМА И ФТОРА В
ПОЛИФТОРАРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ИОНОСЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ**

Никуличева О.Н.¹, Чжан Шу², Тихова В.Д.¹, Фадеева В.П.^{1,2}

¹ФГБУН Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

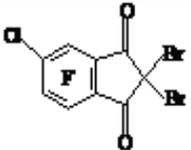
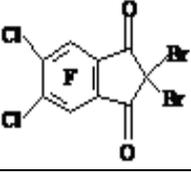
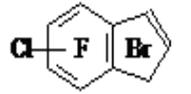
nast.lastovka@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_123

Определение гетероэлементов, входящих в состав новых синтетических органических соединений, часто характеризующих их свойства, является необходимым при установлении точного состава вещества и его чистоты. Для сокращения времени выполнения анализа и количества вещества рационально использовать, если возможно, одновременное определение гетероэлементов из одной навески вещества.

Разработана методика одновременного определения Cl, Br, F в полифторароматических соединениях, основанная на предварительном разложении вещества одним из наиболее эффективных способов – сжиганием в колбе, наполненной кислородом. Для полного разложения полифторароматических соединений применялись добавки, повышающие температуру пламени и улучшающие горение. Условия сжигания и поглощения продуктов сгорания обеспечивают количественное образование в поглотительном растворе галогенов в ионном состоянии, в виде хлорид, бромид, фторид – ионов. Подобраны оптимальные условия определения фтора прямой потенциометрией с фторид-селективным электродом, с последующим определением в этом же растворе хлора и брома осадительным аргентометрическим титрованием с хлорид-селективным электродом. Выполнен анализ веществ с содержанием фтора в интервале массовой доли 7-47 %, хлора – 7-32 %, брома – 40-71 %. Относительная погрешность определения галогенов не превышает 1,5 %.

Результаты определения массовой доли (%) фтора, брома, хлора из одной навески
исследуемого вещества (n = 3, P = 0.95)

Вещество	% Cl		% Br		% F	
	Вычислено	Найдено	Вычислено	Найдено	Вычислено	Найдено
	9,04	8,95±0,85	46,76	46,66±0,85	14,52	14,50±0.65
	13,22	13,43±0,60	59,59	59,28±0,50	7,08	7,02±0,31
	17,38	17,24±0,26	39,12	39,28±0,22	9,29	9,23±0,54
	6,82	6.73±0,33	61,48	61,42±0.93	10.95	10,83±0,72

**ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА
В БИОЛОГИЧЕСКОЙ АКТИВНОЙ ДОБАВКЕ**

Нурпейис Е., Слепченко Г.Б.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
*enlik.nurpeiis.94@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_124**

Пентациклические тритерпеноиды представляют собой набор из более чем 4000 встречающихся в природе соединений [1]. Одним из главных представителей этого класса является бетулин. В литературных данных описаны более 15 полезных свойств бетулина, комплексно воздействующих на все системы организма [2]. Идентификацию природных соединений проводят с помощью физико-химических методов анализа. К таким методам относятся высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), газовая хроматография (ГФ), и многие другие [3]. Хотя эти методы удовлетворяют условиям точности, специфичности и воспроизводимости, однако, они все еще отнимают много времени и требуют сложного оборудования. В настоящее время широкое применение получили электрохимические методы определения, в частности, инверсионная вольтамперометрия.

Цель работы заключалась в исследовании условий вольтамперометрического определения бетулина на золото-углеродном электроде и разработка алгоритма методики анализа биологической активной добавки (БАД) на содержание бетулина методом вольтамперометрии. Регистрацию аналитического сигнала бетулина проводили на комплексе СТА. Сущность методики измерения состоит в переводе бетулина из БАДа в раствор путем растворения навески пробы в этаноле: хлороформе (3:1) с последующим вольтамперометрическим (ВА) определением массовой концентрации бетулина. Получение аналитического сигнала бетулина основано на способности бетулина окисляться на модифицированном стеклоуглеродном электроде в растворе фонового электролита, 0,1 М перхлорате натрия, растворенный в ацетонитриле и спирте (1:1), при потенциале накопления равном -1,000В. По методу добавок оценена массовая концентрация бетулина в препарате «бетулин высокой степени очистки 99,9%» и получена удовлетворительная сходимость результатов с рецептурным значением. Выполненные исследования расширяют возможности использования вольтамперометрического метода для количественного определения бетулина в лекарственных препаратах.

Предложен алгоритм вольтамперометрической методики анализа БАД на содержание бетулина и проведена оценка правильности полученных результатов методом «введено-найдено». Получены удовлетворительные результаты, погрешность измерения не превышала 18%.

Список литературы

1. Connolly J.D., Hill R.A., Dey P. M., Harborne J. B. In *Methods in Plant Biochemistry*, Academic Press: San Diego, CA, 1991. Vol. 7. Chapter 9. P. 331–359.
2. Толстикова Г.А., Флехтер О.Б., Шульц Э.Э., Балтина Л.А., Толстикова А.Г. Бетулин и его производные. *Химия и биологическая активность // Химия в интересах устойчивого развития*. 2005. Т.13. С.1–30.
3. Zhao G., W. Yan., D. Cao. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2007. Vol. 43. P. 959–962.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 20-33-90293 Аспиранты.

СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ГЛУТАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОДУКТОВ ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ СЛОИСТЫХ ДВОЙНЫХ ГИДРОКСИДОВ

Севастьянова Е.В., Петрова Ю.Ю., Булатова Е.В.

БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

uur.71@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_125

Слоистые двойные гидроксиды (СДГ) относят к классу двумерных анионных глин, имеющих слоистую структуру типа брусита. Научный интерес к ним связан с сорбционными свойствами и легкостью их модифицирования [1], что позволяет использовать их в качестве полифункциональных материалов. Например, перспективно сочетание сорбционных и магнитных свойств материалов. В данной работе были синтезированы магнитные материалы из Mg, Fe(III)- и Mg, Al-СДГ и изучены их сорбционные свойства. Синтез Mg,Fe(III)-СДГ проводили методом соосаждения, а затем их прокаливали при температурах 400, 500 и 600°C в течение 4 ч. Синтез интеркалированных Mg,Fe(III),Al- и Mg,Al-СДГ проводили методом соосаждения с последующим прокаливанием и регидратацией комплексного аниона оксалата железа(III), затем прокаливали полученные СДГ при 400°C в течение 4 ч.

СДГ и продукты их термического разложения характеризовали методами ИК-спектроскопии, лазерной дифракции, рентгенофазового и термического анализа. На ИК-спектрах прокаленных СДГ отсутствовали полосы валентных колебаний ОН-групп, валентных и деформационных колебаний О-С=О-групп. Уменьшение среднего диаметра частиц после прокаливания можно объяснить разрушением слоистой структуры и изменением плотности электрического заряда на поверхности частиц. Методом рентгенофазового анализа было показано полное разрушение слоистой структуры прокаленных при 500 и 600°C Mg, Fe(III)-СДГ и образование смешанных оксидов со структурой магнетита, шпинели и периклаза. Продукты термического разложения интеркалированных Mg, Al- и Mg, Fe(III),Al-СДГ представляли собой слоистые двойные оксиды, содержащие магнитные частицы Fe₃O₄ (магнетит). Методом дифференциального термического анализа наблюдали эндотермические эффекты при 200°C (удаление межслоевой воды и дегидратация металл-гидроксидных слоёв) и 400°C (разложение бруситоподобного слоя и оксалатного комплекса, а также потеря межслоевых карбонат-ионов).

Сорбционный эксперимент с использованием полученных продуктов термического разложения СДГ проводили в статических условиях из 10 мг/л глутаминовой кислоты при комнатной температуре. Максимальная равновесная сорбционная емкость 6.6 мг/г (степень извлечения 76%) была получена для прокаленного при температуре 400°C Mg, Fe(III)-СДГ с соотношением Mg²⁺/Fe³⁺ 4:1, что можно объяснить частичным сохранением и восстановлением в растворе сорбата слоистой структуры. Кинетика сорбции глутаминовой кислоты на продуктах термической обработки интеркалированных Mg, Al- и Mg, Fe(III),Al-СДГ подчиняется модели псевдо-второго порядка, в то время как на прокаленных при 400°C Mg,Fe(III)-СДГ имеет смешанный характер, т.е. подчиняется моделям псевдо-первого и псевдо-второго порядков. Магнитные свойства прокаленных при 400°C интеркалированных Mg, Al- и Mg, Fe(III),Al-СДГ и при 500-600°C Mg,Fe(III)-СДГ после сорбции сохраняются, что позволяет легко отделять их из растворов в магнитном поле.

Список литературы

1. Jiao, F., Shuai, L., Yu, J., Jiang, X., Chen, X., and Du, S., *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2014, vol. 24, p. 3971.

СД-33.

**РАЗРАБОТКА ЭЛЕКТРОДА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ВОССТАНОВЛЕННЫМ
ОКСИДОМ ГРАФЕНА, ПОКРЫТЫМ ПОЛИФОЛИЕВОЙ ПЛЕНКОЙ И ЕГО
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДЛЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ И
АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ДЕТЕКТИРОВАНИЯ АЦИКЛОВИРА И
ВАЛАЦИКЛОВИРА**

Поздняк А.А., Гедмина А.В., Челнокова И.А., Шайдарова Л.Г., Будников Г.К.
Химический институт им. А.М. Бутлерова, КФУ, г. Казань,
anya_pozdnyak@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_126

В настоящее время все больший интерес вызывает разработка вольтамперометрических способов определения широкого круга органических соединений, в том числе биологически активных на ХМЭ на основе неорганических проводящих полимерных пленок, функционирующих на основе принципов электрокатализа.

Изучено электроокисление ацикловира (АцВ) и валацикловира (ВАцВ) на электроде с пленкой из полифолиевой кислоты (поли-ФК), нанесенной на стеклоуглеродную (СУ) подложку и на СУ с восстановленным оксидом графена (ГО_{red}-поли-ФК). Композит из ГО_{red}-поли-ФК получали в две стадии: сначала капельным методом на поверхность СУ наносили суспензию оксида графена с хитозаном, которую высушивали под ИК-лампой с дальнейшим восстановлением оксида графена до ГО_{red}, после в потенциодинамическом режиме проводили электрополимеризацию пленки из фолиевой кислоты. Установлено, что большие значения токов окисления АцВ и ВАцВ и величины электрокаталитических эффектов регистрируются на СУ с композитом ГО_{red}-поли-ФК. Определены условия получения композита ГО_{red}-поли-ФК, при которых регистрируются наилучшие электрохимические и электрокаталитические характеристики окисления ацикловира и валацикловира. Так, максимальный электрокаталитический эффект при окислении АцВ и ВАцВ наблюдался при иммобилизации ГО_{red}-поли-ФК являются потенциодимическое восстановление ГО в области потенциалов от 0.60 В до -1.50 В в течении 20 циклов и полимеризации фолиевой кислоты в области потенциалов от -1.0 В до 2.0 В в течении 30 циклов из 5 мМ раствора фолиевой кислоты в фосфатном буферном растворе с рН 6.86.

Разработаны способы вольтамперометрического определения ацикловира и валацикловира на электроде поли-ФК-ГО_{red}. Показана возможность использования разработанного высокочувствительного вольтамперометрического способа определения рассматриваемых органических соединений (нижняя граница определяемых содержаний составила 5×10^{-7} М) в лекарственных средствах.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ 1,4-БИС(2-ГИДРОКСИЭТИЛ) ПИПЕРАЗИНА ИЗ ДИЭТАНОЛАМИНА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИПонарин Н.В.¹, Чуркин Р.А.²¹Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
*nikitaponarin@gmail.com***DOI: 10.26902/ASFE-11_127**

1,4-Бис(2-гидроксиэтил) пиперазин (БГЭП) бифункциональный насыщенный гетероциклический диол применяется в буферных системах, в биокаталитических исследованиях и протеомике, при визуализации микроорганизмов [1]. Используются в качестве металлоорганических структур (MOF) [2], в роли лигандов в комплексах с переходными металлами [3]. Пиперазиновый цикл является фармакофорной группой [4], что делает БГЭП перспективным в качестве субстрата для синтеза новых биологических активных соединений. В последнее время БГЭП вызывает интерес в качестве мономера для синтеза полимеров с уникальными свойствами (диол для получения полиэфиров, полиуретанов, эпоксидных смол). Из БГЭП получены рН-чувствительные полиуретановые мембраны для контролируемой доставки лекарственных средств [5].

Получение БГЭП прямым амидированием в присутствии жирных кислот (жирные кислоты талового масла, олеиновая, лауриновая кислоты) диэтаноламином (ДЭА) сопровождается большим числом параллельных реакций. Механизм данного процесса до конца не изучен.

Целью настоящей работы является разработка методики хроматографического анализа, пригодной для детального исследования процесса получения БГЭП прямым амидированием ДЭА и степени хроматографической чистоты целевого продукта. Методика анализа должна позволять определять содержание остаточного ДЭА в образцах после выделения из реакционной массы, содержание примесей, образующихся в ходе синтеза и чистоту синтезируемого БГЭП.

Нами разработаны условия газохроматографического определения (с пламенно-ионизационным детектором), позволяющие определять содержание остаточного ДЭА и продукты побочных реакций амидирования жирных кислот на капиллярной неполярной колонке на основе 5% (фенил-)метилполисилоксан. Методом газовой хромато-масс-спектрометрии проведена идентификация ключевых примесей: (4-метилпиперазин-1-ил)этанол, 1-пиперазинэтанол, 1,2,3-триметилпиперидин-4-он, остаточные жирные кислоты. Разработана методика количественного анализа, которая позволяет определять содержание остаточного ДЭА в диапазоне 0,5-5,0% и чистоту конечного БГЭП в диапазоне (95,0-99,0%).

Список литературы

1. Y. Mansourpanah, M. Samimi. Preparation and characterization of a low-pressure efficient polyamide multi-layer membrane for water treatment and dye removal // Journal of Industrial and Engineering Chemistry. V. 53, 2017, P. 93-104.
2. M.J. Manos et al. New Zn²⁺ Metal Organic Frameworks with Unique Network Topologies from the Combination of Trimesic Acid and Amino-Alcohols // Cryst. Growth Des. 2012, 12, 11, 5471-5480.
3. M. M. Shoukry et al. Synthesis, characterization, equilibria and biological activity of dimethyltin (IV) complex with 1,4-piperazine // Journal of Coordination Chemistry, 68:6, 1101-1114.
4. T.N. Kudryavtseva et al. Synthesis and antimicrobial activity of acridine carboxylic acid derivatives containing a piperazine moiety // Russ Chem Bull 66, 123-128 (2017).
5. S. Kim et al. Reversibly pH-responsive polyurethane membranes for on-demand intravaginal drug delivery // Acta Biomaterialia V. 47, 2017, P. 100-112.

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ БИОМАРКЕРОВ V-ГАЗОВ В БИОЖИДКОСТЯХ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

Родин И.А., Браун А.В., Рыбальченко И.В., Байгильдиев Т.М.

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия
*avbraun@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_128**

V-газы являются высокотоксичными фосфорорганическими соединениями (ФОВ), которые, при попадании в живой организм, вызывают тяжелые отравления за счет ингибирования ацетилхолинэстеразы. В связи с этим их производство, накопление и применение запрещено Конвенцией по запрещению химического оружия, которая вступила в силу в 1997 году [1]. Однако, за последние два десятилетия отмечено применение токсичных химикатов в ходе военных конфликтов (Ирак, Сирия), также существует угроза использования ФОВ в террористических целях. Данные примеры показывают, что создание высокочувствительных аналитических подходов для установления фактов воздействия ФОВ на человека является актуальной задачей в рамках расследований возможного применения ФОВ.

В качестве объектов исследования выбраны биомаркеры соединений, относящихся к V-газам – бутил S-2-диэтиламиноэтил метилфосфонотиолата (CVX) и изобутил S-2-диэтиламиноэтил метилфосфонотиолата (VR). Поскольку данные соединения являются изомерами и имеют одинаковые пути трансформации в живом организме, существует сложность при обнаружении и идентификации их биомаркеров. В рамках данной работы исследовано масс-спектрометрическое поведение в варианте высокого разрешения двух биомаркеров, образующихся в плазме крови – тирозиновых аддуктов CVX и VR и двух маркеров – изобутил метилфосфоновой кислоты (IBMPA) и бутил метилфосфоновой кислоты (BMPA) – присутствующих в моче в случае попадания CVX и VR в живой организм. Удалось установить особенности масс-спектров фрагментации соответствующих изомеров и выбрать критерии для их надежной идентификации. Выбраны условия разделения тирозиновых аддуктов CVX и VR, а также IBMPA и BMPA, в варианте обращено-фазовой ВЭЖХ-МС/МС, позволяющие проводить экспрессное обнаружение в человеческих плазме и моче.

Апробацию разработанных подходов проводили на экспонированных *in vitro* образцах плазмы крови человека и моче, искусственно зараженной IBMPA и BMPA. Предел обнаружения CVX и VR в человеческой плазме при детектировании в виде соответствующих тирозиновых аддуктов ограничен значением 5 нг/мл. В случае обнаружения IBMPA и BMPA предел обнаружения составил 0.5 нг/мл.

Список литература

1. Convention on the Prohibition of the Development, Production, Stockpiling and Use of Chemical Weapons and on their Destruction, Technical Secretariat of the Organisation for Prohibition of Chemical Weapons, The Hague, 1997, accessible through internet <http://www.opcw.org>.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №19-13-00057.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОЦИАНАТОВ И СВОБОДНЫХ, СЛАБОКИСЛОТНЫХ
ДИССОЦИИРУЮЩИХ, ОБЩИХ ЦИАНИДОВ В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОТОЧНОГО
АНАЛИЗАТОРА «SKALAR SAN++»**

Савватеева Т.А., Матасова Е.П., Полежаева И.В., Свиренко И.В.
Исследовательский центр АО «Полюс Красноярск», г. Красноярск
PolezhaevaIV@polyus.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_129

Анализатор автоматический проточный «Skalar San++» с фотометрическими детекторами позволяет автоматизировать стандартный фотометрический метод лабораторного анализа.

Принцип работы проточного анализатора «Skalar San++» заключается в создании непрерывного сегментированного, при помощи воздушных пузырьков, потока анализируемых проб, который смешивается в реакционных сосудах с подаваемыми реагентами, подвергается (в зависимости от применяемого метода) нагреву, воздействию ультрафиолета, диализу и поступает в проточную кювету для фотоколориметрического измерения. Обработку и хранение данных, поступающих с каналов детектирования, осуществляют с помощью программного обеспечения «Flow Access». Анализатор «Skalar San++» оснащен двумя каналами детектирования для одновременного измерения массовой концентрации одного из видов цианидов и тиоцианатов.

Для гидрохимического анализа проб природных, сточных, сточных очищенных вод и технологических растворов разработали методику измерения массовой концентрации тиоцианатов и свободных, слабокислотных диссоциирующих (СКД) и общих цианидов фотометрическим методом с 4-пиридинкарбоновой и 1,3-диметилбарбитуровой кислотами с применением проточного анализатора «Skalar San++».

Измерения массовой концентрации каждого из определяемых видов цианидов в анализируемом растворе пробы проводят последовательно. Диапазоны определяемых концентраций: СКД, общих и свободных цианидов от 0,005 до 20 мг/дм³; тиоцианатов от 0,050 до 50 мг/дм³.

По предлагаемой методике не определяют цианиды, связанные в комплексы с кобальтом и органические цианиды.

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости, σ_r , мг/дм ³	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{RЛ}$, мг/дм ³
Цианиды		
От 0,005 до 0,025 вкл.	0,055·X	0,18·X
св. 0,025 до 0,50 вкл.	0,048·X	0,13·X
св. 0,50 до 20 вкл.	0,021·X	0,075·X
Тиоцианаты		
От 0,050 до 0,50 вкл.	0,067·X	0,19·X
св. 0,50 до 5,0 вкл.	0,025·X	0,12·X
св. 5,0 до 50 вкл.	0,007·X	0,063·X

ААС С БАЛЛАСТОМ В БЫСТРОНАГРЕВАЕМОЙ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Садагов А.Ю., Садагов Ю.М.
 ООО «КОРТЭК», Москва, Россия
 anton.sadagov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_130

Предложена и реализована новая методология атомно-абсорбционных измерений, позволяющая расширить аналитические возможности, упростить пробоподготовку и устранить матричные влияния. Методология балласта в быстро нагреваемой графитовой печи (ББНПП) успешно опробована и внедрена [1, 2] в ЭТААС КВАНТ.Z с быстро нагреваемой графитовой печью. Балласт – это стержень, изготовленный из тантала или пироуглерода, который свободно лежит внутри печи и имеет минимальный механический и тепловой контакт с её внутренней поверхностью. При быстром нагреве печи на стадии атомизации сначала температура балласта отстает от температуры внутренних стенок печи, и испаряемая проба конденсируется на «холодном» балласте. Балласт начинает интенсивно нагреваться излучением внутренней стенки печи, когда печь уже нагрелась до равновесной температуры. Происходит переиспарение пробы с балласта в разогретый аналитический объем. Высокая температура газовой фазы способствует увеличению степени диссоциации молекул и снижению матричных влияний (рис. 1).

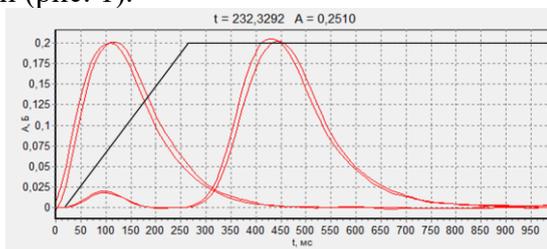


Рис. 1 Атомизация свинца со стенки и с балласта. Температура атомизации 2500°C

При переиспарении пробы с балласта происходит уменьшение величины фонового неатомного поглощения в том временном интервале, где происходит атомное поглощение. Происходит разделение во времени сигналов атомной и фоновой абсорбционности (рис. 2). Аналитический сигнал располагается в диапазоне минимального фонового поглощения.

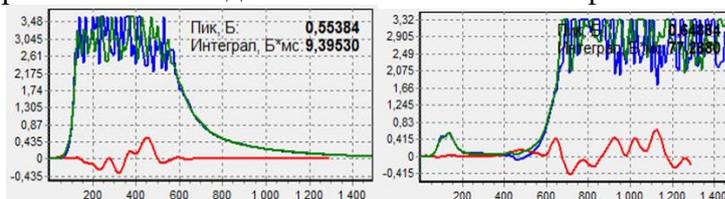


Рис. 2 Испарение 50 г/л NaCl (5мкл) со стенки и с балласта

Предлагаемая методология открывает возможность *прямого анализа* сложных жидких проб: минеральных вод, морской воды, подземных рассолов, жидких пищевых продуктов, биологических жидкостей и др.

Список литературы

1. ФР.1.31.2015.20274 «Методика измерений массовых концентраций мышьяка, селена, кадмия, свинца, таллия, висмута, в биологических жидкостях (кровь, моча, слюна и др.) методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии с балластом в быстро нагреваемой графитовой печи»
2. ФР.1.37.2016.23614 «Методика измерений массовых концентраций висмута, кадмия, лития, мышьяка, олова, рубидия, свинца, селена, серебра, сурьмы, таллия, теллура, цезия, цинка в водных средах методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии с балластом в быстро нагреваемой графитовой печи».

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛОТА В МИНЕРАЛЬНОМ
СЫРЬЕ МЕТОДОМ АЭС-ИСП (ФР.1.31.2020.36078)**

Старыгина А.Ю., Ефремова С.Ю.

АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия

starygina_ay@zsic.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_131

В АО «ЗСИЦентр» была разработана методика определения золота в минеральном сырье методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП). Область распространения данной методики включает горные породы, полиметаллические и золотосодержащие руды, продукты их обогащения и переработки, а также отходы минерального происхождения. Диапазон измерений массовой доли золота составляет от 0,01 до 50 г/т. Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36078.

При внедрении метода был использован большой массив аналитических результатов по испытанию золотосодержащих проб с различной матрицей и различным содержанием определяемого вещества. Часть их приведена в таблице.

Наименование СО	Аттестованное содержание Au, г/т	Результат определения Au, г/т	Фактическое отклонение, %	Допустимое отклонение, %
RM Oх D73	0,42±0,005	0,44	4,76	48,7
MST SG 142g CRM	0,78±0,02	0,71	8,97	48,7
ОСО 773-16	3,74±0,03	4,13	10,4	35,3
ГСО 8511-2004	4,14±0,17	4,79	8,19	35,3
ГСО 10279-2013 (ГКБ 1,3)	5,40±0,30	6,50	20,4	35,3
ГСО 10279-2013 (ГКБ 1,1)	18,0±0,00	16,28	9,6	20,2

При выполнении анализа навеску образца массой 10 г обжигали в муфельной печи при температуре 600 °С. Для растворения обожженной пробы навеску переносили в стакан вместимостью 250 мл, добавляли 75 мл смеси HCl и HNO₃ (3:1) и 2 мл HF, упаривали до влажных солей, соли растворяли в 30 мл HCl (1 М р-р), раствор переносили в мерную колбу вместимостью 250 мл добавляли 10 мл 2,5%-ного раствора диоктилсульфида (ДОС) в толуоле, проводили экстракцию в течение 15 минут, отделившуюся органическую фазу поднимали в горлышко колбы, используя воду.

Измерения проводили на спектрометре iCAP 6300 Duo производства Thermo Fisher (США) используя следующие параметры источника возбуждения: мощность, подводимая к плазме – 1200 Вт, потоки аргона: охлаждающий – 12 л/мин; вспомогательный – 1,0 л/мин; распылительный – 0,4 л/мин; скорость подачи раствора – 1 мл/мин. Во избежание отложений углерода на горелке во вспомогательный поток добавляли кислород – 0,07 л/мин. Охлаждение распылительной камеры до -10°С производили с использованием устройства Isomist производства Glass Expansion (Австралия).

ПЕЧАТНАЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА СО СМЕННЫМ РЕАКТОРОМ ДЛЯ ПРОТОЧНОГО АНАЛИЗА МЕТАБОЛИТОВ

Стойков Д.И., Евтюгин Г.А.

Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия

*Der.Knight@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_132**

В рамках развития персонифицированной медицины ведутся исследования по разработке и внедрению в клиническую практику простых носимых анализаторов, предназначенных для своевременного получения информации о состоянии больного, включая концентрации метаболитов, остаточных количеств лекарственных препаратов и биомаркеров заболеваний.

Нами разработана компактная ячейка для электрохимических измерений, которая могла бы быть использована в подобных анализаторах, состоящая из полимерного проточного корпуса и сменного реактора для иммобилизации биологических компонентов. Компоненты ячейки выполнены из полимолочной кислоты с помощью 3D-печати. Благодаря высокой скорости изготовления, воспроизводимости параметров получаемых изделий, гибкости предлагаемого дизайна ячейки, адаптируемого под конкретный аналит, и невысокой себестоимости изготовления использование 3D-печати является перспективным способом создания тест-систем. Полилактид был выбран для изготовления ячейки в силу его совместимости с основными протоколами иммобилизации биомолекул, легкости биоразложения после окончания эксплуатации изделия и возможности использования на современных 3D-принтерах. В данной конструкции ячейки диск из полилактида использовали в качестве универсального сменного реактора для иммобилизации ферментов путем карбодиимидной сшивки. Электрохимические измерения в проточной ячейке проводили с помощью планарного электрода, изготавливаемого с помощью трафаретной печати на поликарбонатной основе, поток жидкости через ячейку осуществляли с помощью шприцевого насоса ALS. Электрод модифицировали путем электрополимеризации тионина и метиленового синего из общего раствора мономеров в режиме многократного циклирования потенциала. Для увеличения регистрируемых токов электрод предварительно модифицировали углеродной чернью и медиатором электронного переноса пиллар[5]ареном (П5А). УЧ и П5А наносили капельно из суспензии в пропиленкарбонате, обеспечившем более высокие воспроизводимость электрохимических характеристик модифицированного электрода и регистрируемые токи красителей по сравнению с другими пленкообразователями. Охарактеризованы кинетические параметры переноса электрона.

Проточная ячейка была использована для иммобилизации ферментов - оксидоредуктаз с последующим определением их субстратов: уриказы (мочевая кислота), тирозиназы (допамин, тирозин) и др. Раствор аналита пропускали в непрерывном режиме через рабочую камеру со сменным реактором и регистрировали медиаторный ток восстановления продукта, образующегося в ферментативной реакции, как меры содержания субстрата в образце. Условия измерения сигнала были первоначально установлены по стандартным растворам продуктов ферментативной реакции. Разработанная проточная ячейка продемонстрировала чувствительность к метаболитам - субстратам организма на микро- и субмикромольном уровне концентраций (для мочевой кислоты предел обнаружения составил $1 \cdot 10^{-8}$ М) как в буферных растворах, так и в модельных образцах искусственной урины, что позволяет использовать данную систему для определения медицински значимых метаболитов в биологических образцах.

Исследования проводили при поддержке РФФИ (грант 20-33-90107).

**ВИЗУАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ПРЕДЕЛА ОБНАРУЖЕНИЯ ПРИ
ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ β -ЛАКТАМОВ**

Тумская А.В., Косырева И.В.

ФГБОУ ВО «СГУ имени Н. Г. Чернышевского», Саратов, Россия

marakaeva_anastasiya@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_133

В настоящее время для решения различных задач качественного и количественного анализа активно применяют тест-методы, представляющие собой простые и, как правило, дешевые устройства и соответствующие тест-методики. Во многих случаях такие методы используют для скрининговой оценки наличия и/или содержания анализируемых компонентов. Скрининг позволяет разделить образцы на группы, содержащие и не содержащие аналит в концентрации, превышающей некоторое ранее определенное значение. Ключевыми метрологическими характеристиками методик обнаружения с бинарным откликом являются интервал ненадежности, относительная ширина интервала ненадежности и предел обнаружения (c_{min}).

Цель настоящей работы – оценка некоторых метрологических характеристик тест-методик определения β -лактамов антибиотиков: амоксициллина, цефалексина и цефуроксима, входящих в перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов медицинского назначения.

В качестве тест-средств применяли индикаторные бумаги с иммобилизованным реактивом Фелинга [1]. Для получения тест-средств фильтровальную бумагу пропитывали свежеприготовленным раствором реактива, высушивали. При тест-определении каплю анализируемого раствора β -лактама наносили на поверхность индикаторной бумаги и сравнивали со стандартной цветовой шкалой.

Согласно [2] для каждого из анализируемых β -лактамов рассчитывали интервал ненадежности тест-реакции, т.е. диапазон концентраций, в котором имелись положительные и отрицательные результаты наблюдения появления окраски индикаторной бумаги. Для оценки достоверности методики с бинарным откликом изучали зависимости вероятности обнаружения β -лактама ($P(c)$) от его концентрации («Кривые эффективности»). Определены границы интервала ненадежности для цефуроксима – от 0.8 до 3.0 мг/мл, для амоксициллина – от 0.2 до 2.0 мг/мл, для цефалексина – от 0.6 до 2.8 мг/мл.

Исследовали полученные результаты на согласие с функциями нормального, логнормального, экспоненциального распределений и распределения экстремального значения первого рода (Вейбулла). Например, для амоксициллина результаты наблюдений согласуются с функцией распределения экстремального значения первого рода (коэффициент корреляции составил 0.917).

Далее определяли предел обнаружения тест-методики как правую границу интервала ненадежности ($P(c) = 0.99$). Предел обнаружения при тест-определении амоксициллина составил 2 мг/мл, цефуроксима – 3 мг/мл, цефалексина – 1 мг/мл.

Список литературы

1. Marakaeva A.V., Kosyreva I.V. Express analysis of amoxicillin via colorimetric testing // Chemical Papers. 2020. 74 (8), 2381-2388.
2. Холин Ю. В. и др. Метрологические характеристики методик обнаружения с бинарным откликом. Х.: Тимченко, 2008. 128 с.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-33-90020.

**ИСП-МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ СОДЕРЖАНИЙ ЭПГ И ЗОЛОТА В
УЛЬТРАОСНОВНЫХ ПОРОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТАДИЙНОГО
КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ**

Тютюнник О.А., Набиуллина С.Н. Кубракова И.В.

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

Москва, Россия

NMLab@geokhi.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_134

Достоверное ИСП-МС определение ЭПГ и золота в ультраосновных породах осложнено низкими содержаниями этих элементов (0.01–n нг/г) и целым рядом межэлементных влияний.

Основным путем устранения влияний в инструментальном анализе является отделение матричных компонентов, которое достигается путем выбора оптимальных способов подготовки проб – разложения и последующего концентрирования. Наиболее доступным вариантом является разложение образцов кислотами с последующим доплавлением остатка и отделением матричных элементов на катионитах, однако следовые количества мешающих элементов в полученном растворе могут влиять на определение ЭПГ вследствие недостаточной селективности отделения. Так, при растворении образцов в присутствии HF, которую добавляют для высвобождения ЭПГ, заключенных в силикатах, Zr, Hf и Ta формируют очень прочные анионные фторидные комплексы, которые не разрушаются при последующей обработке кислотами и не отделяются путем катионного обмена [1]. При последующем МС-анализе образующиеся в плазме оксиды Y, Zr и Mo мешают определению палладия, оксиды гафния – определению платины и иридия, оксиды тантала – определению золота даже при использовании высокого разрешения.

Вместе с тем, исключение фтороводородной кислоты на этапе разложения (подход, часто используемый в геоанализе) приводит к тому, что большая часть ЭПГ и золота в ультраосновных породах остается недоопределенной вследствие потерь на стадии подготовки.

Показана перспективность использования схемы определения Au, Ir, Rh Ru, Pt и Pd [2], включающей кислотное разложение пород с использованием HF, доплавление остатка и последующее двухстадийное отделение мешающих компонентов: матричных на катионообменной смоле AG-X8 (100-200 меш) и следов Zr и Hf - на LN-Resin, что обеспечивает МС-определение ЭПГ и золота в отсутствие интерферентов.

Пределы обнаружения для Ir, Pt, Pd, Rh, Ru, Au составили соответственно: 0.003; 0.4; 0.2; 0.1; 0.06; 0.2 нг/г, относительное стандартное отклонение при определении элементов в образцах варьирует для Au от 0.08 до 0.2, Pd от 0.02 до 0.09, Pt от 0.01 до 0.06, Ir от 0.01 до 0.04, Rh от 0.01 до 0.18, Ru от 0.03 до 0.07.

Правильность результатов, полученных по предложенной методике, подтверждена их согласованностью с данными, опубликованными для образцов гарцбургита HARZ01 и ультраосновной породы ОРУ-1(GeoPT).

Список литературы

1. Ely J.C., Neal C.R., O'Neill J.A., Jain J.C. Quantifying the platinum group ultrasonic nebulization inductively coupled plasma-mass spectrometry_USN-ICP-MS // Chem. Geol. 1999. V. 157. P. 219.
2. Тютюнник О.А., Набиуллина С.Н., Аносова М.О., Кубракова И.В. Определение следовых содержаний элементов платиновой группы и золота в ультраосновных породах с использованием сорбентов AG-8X и LN-Resin методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // 2020. ЖАХ. Т.75. № 6.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ГЕЛЬ-ПРОНИКАЮЩЕЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ИССЛЕДОВАНИИ ПОЛИМЕРОВ В ПАО «КАЗАНЬОРГСИНТЕЗ»

Фазылзянов А.Р., Назипов М.Р., Марянина Е.В., Ананьева Г.С.

ПАО «Казаньоргсинтез», Казань, Россия

clo@kos.ru

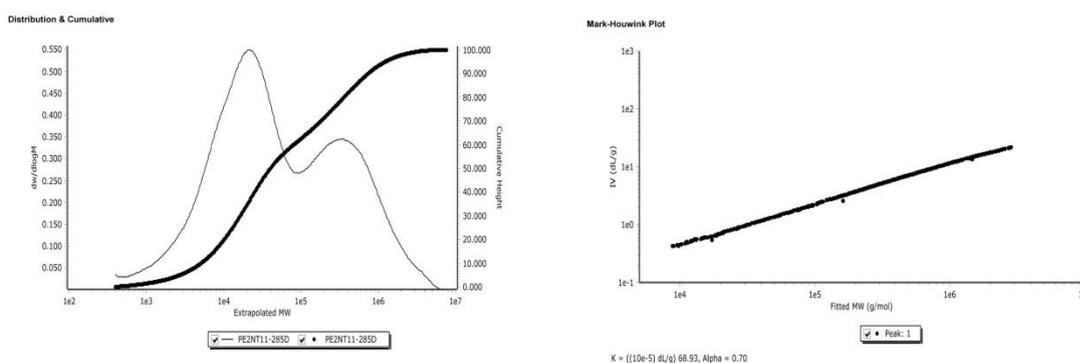
DOI: 10.26902/ASFE-11_135

В данной работе речь пойдет о применении в ПАО «Казаньоргсинтез» метода гелевой проницающей хроматографии (ГПХ). Измеряемые методом ГПХ средние молекулярные массы, молекулярно-массовое распределение (ММР) и параметры разветвленности позволяют достаточно оперативно оценивать влияние изменений в технологических (производственных) параметрах на молекулярно-массовые характеристики полимера и, соответственно, на физико-механические свойства полимера, и, его качество. Кроме того, сочетание метода высокотемпературной ГПХ с другими физико-химическими методами анализа (термоанализ, ИК-спектроскопия) и изучение реологических и физико-механических характеристик с применением испытательного оборудования позволяет точно и уверенно контролировать технологический процесс производства полимеров в ПАО «Казаньоргсинтез».

В приборе фирмы Agilent 1260 Infinity II HT GPC в систему, помимо дифференциального рефрактометра и проточного вискозиметра, добавлен двухугловой детектор по светорассеянию. Это позволило оценивать радиус инерции молекулы R_g методом светорассеяния, что придает хроматографической системе следующие положительные моменты:

- а) прямое измерение радиуса инерции молекулы R_g , а следовательно, и абсолютного молекулярного веса, вносит дополнительные поправки в определение средних молекулярных масс и ММР полимеров, делая данное определение более точным;
- б) позволяет анализировать полимеры, для которых трудно подобрать узкие стандарты для калибровки, например – эластомеры (полибутадиен).

На рис.1-2 показаны, соответственно, интегральное и дифференциальное ММР и закон вязкости (теоретический и экспериментальный) для полиэтилена марки ПЭ2НТ11-285Д, произведенного в ПАО «Казаньоргсинтез». Закон вязкости практически линеен и совпадает с теоретическим законом, поскольку образец не обладает ДЦР.



Кроме того, из рис.1 видно, что использование метода ГПХ дает возможность устанавливать мультимодальность исследуемых образцов, что особенно актуально в связи с увеличением производства и разработки новых типов полиэтилена (марок) с мультимодальным распределением.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ДОБАВОК В ПОЛИЭТИЛЕНЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Фазылзянов А.Р., Назипов М.Р., Марянина Е.В., Ананьева Г.С.

ПАО «Казаньоргсинтез», Казань, Россия

clo@kos.ru

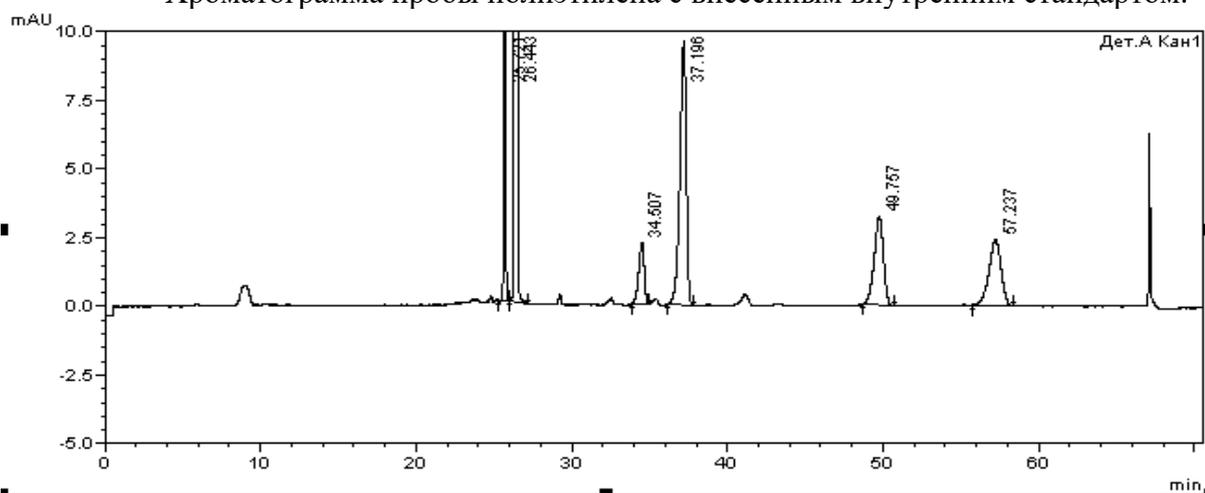
DOI: 10.26902/ASFE-11_136

В ПАО «Казаньоргсинтез» для количественного измерения содержания стабилизаторов в полимерах применяются методы ИК-Фурье и УФ/Вид-спектроскопии с предварительной пробоподготовкой: в виде экстракции растворителем, либо подготовка образцов полимера прессованием. Данные методы исследования позволяют определять суммарное содержание стабилизаторов.

В данной работе представлен способ отдельного количественного измерения стабилизаторов при совместном присутствии в полиэтилене, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, с применением внутреннего стандарта. Применение внутреннего стандарта позволяет более точно определять содержание искомым компонентов, снизив погрешность методики. Пробоподготовка состоит из совместной экстракции стабилизаторов и внутреннего стандарта из полиэтилена растворителем в аппарате Сокслета. В качестве внутреннего стандарта для стабилизаторов вводится вещество, имеющее схожую химическую структуру с применяемыми в промышленности стабилизаторами и отсутствующее в пробе полимера. Далее полученный экстракт фильтруется и анализируется методом обращённо-фазовой хроматографии. Детектирование проводится в УФ-области спектра при длине волны 277 нм, поскольку при данной длине волны поглощение стабилизаторов является максимальным.

По результатам работы разработана методика количественного определения стабилизаторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Диапазон измерений составляет (0,05 ÷ 0,5) %масс.

Хроматограмма пробы полиэтилена с внесённым внутренним стандартом.



Название	Время удерживания, мин.	Концентрация, %масс.	Площадь пика
Термостабилизатор №1	25,721	0,38	102310
Внутренний стандарт	26,443	-	-
Термостабилизатор №2	34,507	0,41	55271
Термостабилизатор №3	37,196	0,41	272986
Термостабилизатор №4	49,757	0,37	133702
Термостабилизатор №5	57,237	0,39	129972

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФАЗОВОГО СОСТАВА ЖЕЛЕЗНЫХ РУДЧубаров В.М.¹, Ощепкова А.В.^{1,2}, Кондратьева Е.М.², Белозерова О.Ю.¹, Канева Е.В.¹¹ ФБГУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Россия² ФГБОУ ВО Иркутский государственный университет, Иркутск, Россия

chubarov@igc.irk.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_137

Железные руды представляют собой сложные минеральные системы, содержащие помимо минералов железа также силикаты, карбонаты и оксиды других элементов. Оценка промышленной значимости железорудных месторождений требует не только точного определения химического состава руд, но и соотношения минеральных фаз, входящих в их состав. Идентификация фазового состава руд методом порошковой рентгеновской дифракции часто возможна только качественно. Метод рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа (РСМА) дает точную информацию о химическом и фазовом составе, но количественная оценка соотношения минеральных фаз этим методом затруднительна, так как требует достаточно длительной процедуры сканирования больших размеров поверхностей образцов.

Предложен альтернативный способ определения фазового состава при помощи физико-химического моделирования, позволяющего по химическому составу качественно и количественно оценить соотношение минеральных фаз. Метод основан на минимизации свободной энергии Гиббса и реализован в программном комплексе «Селектор» [1]. В решении модели рассматривается гетерогенная мультисистема из зависимых компонентов (минеральных фаз), смоделированных на основе данных о химическом составе. В модели также рассчитываются обобщенные стехиометрические формулы минералов с переменным составом (полевые шпаты, слоистые алюмосиликаты), что позволяет повысить точность расчета [2, 3]. Результаты количественного определения фазового состава стандартных образцов железных руд были сопоставлены с результатами рентгенофазового анализа на дифрактометре D8 Advance (Bruker AXS, Германия), РСМА на рентгеноспектральном микроанализаторе Superprobe JXA-8200 (JEOL Ltd, Япония) и данными сертификатов. Все используемые методы идентифицируют основные рудные компоненты, однако метод физико-химического моделирования позволяет дополнительно получить сведения о минеральном составе вмещающей породы и не только предсказать основные минеральные фазы, но и установить их количество. Расчетные содержания силикатных минералов в ряде случаев расходятся с аналитически определенными, поскольку моделирование нацелено на оценку железорудных минералов и модели твердых растворов алюмосиликатов идеализированы. В дальнейшем точность расчета может быть повышена использованием дополнительных данных о минеральном составе.

Список литературы

1. Чудненко К.В. Термодинамическое моделирование в геохимии: теория, алгоритмы, программное обеспечение, приложения. Новосибирск: Академическое издательство «Гео», 2010. 287 с.
2. Ощепкова А.В., Кузьмин М.И., Бычинский В.А., Солотчина Э.П., Чудненко К.В. Модели твердых растворов для расчета минерального состава донных осадков озера Байкал: новый подход к палеоклиматическим реконструкциям // Доклады АН. 2015. Т. 461. № 4. С. 447.
3. Смелый Р.В., Канева Е.В., Ощепкова А.В., Бычинский В.А., Айсуева Т.С., Щетников А.А., Пашкова Г.В., Якимов И.С., Финкельштейн А.Л. Определение минерального состава озерных донных отложений методами рентгеновской дифракции и физико-химического моделирования // Журнал СФУ. Химия. 2019. Т. 12. № 3. С. 382.

Исследование проведено в рамках выполнения государственного задания по Проекту № 0284-2021-0005 при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-33-20104) с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНИСТОГО ИПРИТА, РЕГЕНЕРИРОВАННОГО
ИЗ СОСТАВА АДДУКТОВ С БЕЛКАМИ ПЛАЗМЫ КРОВИ,
МЕТОДОМ ГХ-МС/МС**

Шачнева М.Д., Корягина Н.Л., Савельева Е.И.

ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России, г.п. Кузьмоловский, Россия

shachneva_mariya@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_138

Установление факта возможного применения химического оружия осуществляется на основании результатов анализа проб окружающей среды и биопроб человека или животных, находившихся в зоне инцидента. Сернистый иприт – отравляющее вещество кожно-нарывного действия, обладающее сильными электрофильными свойствами. Основными мишенями действия иприта являются биомолекулы крови (альбумин, гемоглобин, ДНК и др.).

Целью настоящей работы являлась разработка методики количественного определения сернистого иприта, регенерированного из состава белковых аддуктов, а также исследование стабильности образцов плазмы крови, экспонированных ипритом, при различных условиях хранения.

Объектами исследования были образцы плазмы крови с концентрациями от 0.5 до 100 нг/мл по внесенному иприту. Процедура пробоподготовки включала обработку концентрированной соляной кислотой белка, выделенного из 0.5 мл плазмы крови, внесение в гидролизат внутреннего стандарта (нафталина-D₈), экстракцию регенерированного иприта и внутреннего стандарта гексаном с последующим анализом методом газовой хроматографии с тандемным масс-селективным детектированием в режиме ионизации электронами (ГХ-МС/МС-ИЭ). Линейный диапазон определяемых концентраций составил 1-100 нг/мл, предел детектирования и предел количественного определения по внесенному в плазму крови иприту были установлены на уровне 0.5 нг/мл и 1 нг/мл, соответственно.

Исследована стабильность аддуктов иприта с белками плазмы крови при хранении проб в холодильной камере при 4 °С и в термостате при 30 °С в течение 35 дней после приготовления. Показана возможность определения, регенерированного из белковых аддуктов иприта в образцах плазмы крови с внесением иприта в концентрации 2 нг/мл в течение 3-х недель независимо от условий хранения, при этом содержание определяемого соединения снизилось на 60 %. Образцы плазмы крови с концентрациями 5, 20 и 50 нг/мл по внесенному иприту были пригодными для анализа в течение как минимум 35 дней после приготовления, при этом содержание аналита в пробах снизилось на 30 % (хранение при 4 °С) и 70 % (хранение при 30 °С).

В проведенных исследованиях продемонстрирована возможность определения иприта, регенерированного из состава белковых аддуктов, в образцах плазмы крови после длительного хранения в разных температурных условиях. Это актуально для анализа биопроб, отобранных у пострадавших в результате чрезвычайных ситуаций, т.к. поддержание холодовой цепи по всему циклу от отбора биопробы до доставки ее в стационарную лабораторию является трудновыполнимой, а иногда и нерешаемой задачей.

Разработанная методика была применена лабораторией аналитической токсикологии ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России для разработки сценария 6-го международного квалификационного теста ОЗХО по анализу биомедицинских проб, а также для контроля стабильности биообразцов, разосланных лабораториям-участникам.



ЗАОЧНЫЕ ДОКЛАДЫ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОРТОВОЙ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ ВИН ПО
КОНЦЕНТРАЦИЯМ МЕТАЛЛОВ И ЛЕТУЧИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДАМИ
ДЕРЕВЬЕВ РЕШЕНИЙ И НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ**

Абакумов А.Г., Темердашев З.А., Халафян А.А., Абакумова Д. Д.
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», Краснодар, Россия
abakumovleks@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_139

В последнее время методы контроля подлинности и качества вин весьма разнообразны и включают в себя распознавание вин как целого на основе анализа их «образов», отражающих качественный и количественный составы содержащихся в напитке летучих соединений и металлов. Использование современных методов аналитической химии позволяет расширить перечень показателей, характеризующих качество продукции.

В тоже время, появившиеся методы статистического анализа не только облегчили технологию статистической обработки данных, в десятки раз снизив их трудоемкость, но позволили более информативно и эффективно обрабатывать экспертные оценки. Сенсорно-описательный анализ качества вин в сочетании с одномерным или многомерным статистическим анализом широко используется для описания различных вин.

В настоящей работе рассматривается возможность определения наименования белых и красных вин по концентрации элементов методом нейронных сетей и деревьев решений. В качестве объектов исследования анализировались 87 образцов натуральных сухих красных и белых виноградных вин российского производства, полученные по традиционным технологиям.

Элементный состав виноматериалов устанавливался с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой iCAP 7400 Thermo Scientific. Определение летучих веществ в образцах виноматериалов проводилось методом капиллярной газовой хроматографии на газовом хроматографе Кристалл-2000М.

Статистический анализ содержания различных металлов и летучих соединений в представленных образцах белых и красных вин позволяет определить точное наименование образца на основе метода деревьев решений и нейронных сетей построены прогностическая модели, позволяющие с высокой достоверностью определить сорт белого или красного вина по содержанию летучих компонентов и элементного состава.

На основе построенных моделей нейронных сетей был создан программный модуль в среде программирования Microsoft Visual C# 2015, позволяющий определить сортовую принадлежность вин по их химическим показателям.

Исследования проводились при финансовой поддержке Российского Фонда Фундаментальных исследований (проект № 18-03-00059).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА В МОРСКОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ИСП-АЭС С ТЕХНИКОЙ ГЕНЕРАЦИИ ГИДРИДОВ

Абакумова Д.Д., Темердашев З.А., Абакумов А.Г., Абакумов П.Г.
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», Краснодар, Россия
abakumova.dd@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_140

Антропогенное загрязнение водных экосистем является одним из наиболее острых проблем охраны окружающей среды. Особое внимание уделяется экологическому мониторингу, связанному с загрязнением водных сред тяжелыми металлами. В частности, загрязнение оловом, которое, несмотря на относительно слабое токсическое действие, влечет к образованию крайне токсичных его органических соединений в результате биохимических процессов.

Низкие содержания олова в анализируемых объектах создают сложности при его определении даже таким высокочувствительным методом измерения, как метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Это обуславливается инструментальными сложностями определения элемента, а в случае анализа морской воды также сильными матричными эффектами.

Техника генерации гидридов в сочетании с ИСП-АЭС позволяет достичь более достоверных результатов при определении олова. Выделение элемента из матрицы пробы в виде летучих гидридов позволяет существенно снизить матричные влияния без дополнительной подготовки пробы.

Для проведения испытаний морской воды оптимизированы условия работы атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой iCAP 7400 (Thermo Scientific, USA), включающие: скорости распылительного и охлаждающего потоков, мощность высокочастотного генератора, скорость вращения перистальтического насоса. Проведен подбор оптимального окислителя и его концентрации из органических и неорганических кислот (муравьиная, уксусная, винная, азотная, серная и соляная), а также оптимальная концентрация восстановителя (боргидрид натрия). Установлено, что соляная кислота обеспечивает более полное и быстрое протекание реакции генерации гидридов олова.

Исследованы влияния основных макрокомпонентов морской воды (Na, K, Ca, Mg, Cl, NO₃, SO₄, PO₄), а также минорных компонентов (Ni и Fe, которые способны вступать в конкурирующую реакцию образования гидридов вследствие большей активности, чем у ионов олова) на интенсивность аналитического сигнала олова. Для устранения выявленных матричных влияний предложено непосредственное разбавление образцов морской воды.

С учетом всех оптимизированных параметров была проведена оценка чувствительности и селективности метода ИСП-АЭС с техникой генерации гидридов для определения олова при различных условиях. Оценка правильности предложенной схемы была подтверждена методом «введено-найдено».

Исследования проводились с использованием научного оборудования ЦКП «Эколого-аналитический центр».

ИНВЕРСИОННАЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ НА ТВЕРДОМ ИНДИКАТОРНОМ ЭЛЕКТРОДЕ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ВАЛЕНТНЫХ ФОРМ ТОКСИКАНТОВ

Алексеева Н.А., Ануфриева О.Ю.

ООО «Аналитические исследовательские приборы», Санкт-Петербург, Россия
*analyt@list.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_141**

Химические элементы в окружающей среде и в живых организмах находятся в определенных формах, характеризующихся степенью окисления, структурой молекулы или комплекса и другими факторами. В зависимости от форм, в которых существуют элементы в объектах, их соединения обладают различными токсичными свойствами. Поэтому определение общего (валового) содержания элементов бывает малоинформативным при оценке их канцерогенного воздействия на живые организмы. Наибольшее внимание исследователей привлекает определением валентных форм Se, As, Hg, Cr [1]. Известно, что As^{3+} более токсичен, растворим и подвижен, чем As^{5+} , поэтому изучение процессов, влияющих на восстановление As^{5+} до As^{3+} в объектах, является необходимым в задачах оценки их токсичности, и связано с необходимостью определения валентных форм As [2]. Окислительные свойства Cr^{6+} обуславливают его гетерогенные и канцерогенные свойства в то время, как Cr^{3+} не проявляет выраженных токсичных свойств из-за невозможности проникновения через клеточные мембраны живых организмов [1]. При контроле состояния экологических объектов практически во всех странах, включая Россию, нормируется как валовое содержание, так и подвижные валентные формы Cr^{6+} [3]. Представленные примеры свидетельствуют о важности задач надежного определения валентных форм токсичных элементов.

В лабораториях, оборудованных спектральными анализаторами и хроматографами, могут быть использованы аналитические методы в комбинации, например, жидкостная хроматография и ИСП-МС. Так же одним из эффективных методов для решения подобных задач, является инверсионная вольтамперометрия (далее – ИВ) на твердом индикаторном электроде. Метод ИВ позволяет с высокой точностью определять микроконцентрации электрохимически активных валентных форм токсичных элементов, представляющих наибольший интерес для изучения. Так, электрохимически активной валентной формой мышьяка в ИВ является As^{3+} , а в анализируемых растворах методом ИВ определяется токсичные валентные формы Cr^{6+} и Se^{4+} .

На рынке отечественного приборостроения существует ряд приборов, реализующих метод инверсионной вольтамперометрии на твердом индикаторном электроде и позволяющих с высокой надежностью определять микроконцентрации токсичных валентных форм химических элементов. Программные и методические разработки позволяют обеспечить следующую чувствительность при анализе методом ИВ: As^{3+} – 0,2 ppb; Cr^{6+} – 5,0 ppb; Se^{4+} – 0,02 ppb.

Список литературы

1. Иваненко Н.Б., Соловьев Н.Д., Иваненко А.А., Москвин Л.Н. Определение химических форм микроэлементов в биологических объектах// Аналитика и контроль. 2012. Т 16. №2. с.108-133.
2. Путилина В. С., Галицкая И.В., Юганова Т.И. Поведение мышьяка в почвах, горных породах и подземных водах. Трансформация, адсорбция / десорбция, миграция. Аналит. обзор. Новосибирск: ГПНТБ СО РАН, 2011. – 249 с.
3. Семенкова И.Н., Королева Т.В. Международные системы нормирования содержания химических элементов в почвах: принципы и методы (обзор)//Почвоведение. 2019. №10. с.1-10.

ЙОДОМЕТРИЯ С АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНДИКАЦИЕЙ

Аронбаев Д.М., Аронбаев С.Д., Жураева С.Б., Раимкулова Ч.А.

Самаркандский государственный университет, Самарканд, Узбекистан

*diron51@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_142**

Йодометрия, как метод окислительно-восстановительного титрования широко используется в аналитической химии, а также в анализе многих лекарственных препаратов [1-3]. В основу метода положена полуреакция восстановления йода (трийодид-иона) до йодид-иона: $I_2 + 2e \leftrightarrow 2I^-$ или $I_3^- + 2e \leftrightarrow 3I^-$.

Индикация конечной точки титрования производится по обесцвечиванию / появлению слабозеленого окрашивания анализируемого раствора. К недостаткам метода следует отнести невысокую чувствительность, субъективность установления конечной точки титрования, невозможность проведения анализа окрашенных растворов. Решить эти проблемы могут электрохимические методы анализа, в частности, амперометрия.

Цель данной работы заключается в конструировании амперометрического проточно-инжекционного датчика, позволяющего определять микроконцентрации йода в различных схемах анализа.

Электрохимическое поведение трийодид-иона на различных электродах, включая угольный, показало, что катодное восстановление йода до йодид-ионов осуществляется с невысоким перенапряжением и получить необходимый потенциал возможно гальванической парой С – Ag/AgCl, что позволяет создать простой по конструкции амперометрический датчик, применимый для определений микроконцентраций йода в анализируемом растворе [4].

Конструктивные особенности функционирования проточно-инжекционного датчика и математическая модель получаемого аналитического сигнала, описаны в наших более ранних работах [5,6]. Было показано, что при поддержании ламинарного режима истечения фонового электролита (подвижная фаза) - 0,1 М натрий ацетатный буфер, рН 3,8 - 4,0 и 0,3 М по KCl; объема пробы, инжестируемой в канал трубчатого угольного электрода, равного 0,1 мл, линейность градуировочного графика наблюдается в диапазоне концентраций йода 10^{-5} - 10^{-6} М. Аналитический сигнал, пропорциональный остаточному количеству йода, отображается на мониторе ПК в виде пика. Небольшие объемы анализируемой пробы позволяют осуществлять анализ полумикрометодом с использованием планшетов для иммуноферментного анализа (объем лунок 200 мкл).

Проточно-инжекционный датчик был испытан в био- и иммунопероксидазном анализе, определении перекиси водорода и аскорбиновой кислоты, а также в оценке суммарной антиоксидантной активности веществ природного и искусственного происхождения.

Список литературы

1. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. Часть 1. Общие методы анализа. 2-е изд., испр. — Пер. с франц. — Москва: Химия, 1969. — 667 с.
2. Основы аналитической химии. Часть 2. Методы химического анализа. Том 2. /Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высшая школа, 1996. – с. 95-98.
3. Фармакопейный анализ. Химические методы анализа лекарственных средств. Учебное пособие / Д.В. Моисеев, В.А. Куликов. – Витебск: ВГМУ, 2011. –137с.
4. Аронбаев Д.М. Кинетика и механизм электрохимического восстановления йода из водных растворов на угольных электродах //Молодой ученый. – 2015. - №16(96)- С. 16-23.
5. Аронбаев Д.М. Разработка принципов амперометрической детекции в твердофазном иммуноферментном анализе //Автореф. дисс. ... канд.хим. наук. – Москва, МГУ,1987.
6. Аронбаев Д.М., Васина С.М. Проточно-инжекционные амперометрические системы с трубчатыми электродами //МНО Prospero #8(20)/2015. – С. 24-33.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С НА УГОЛЬНОМ ЭЛЕКТРОДЕ, МОДИФИЦИРОВАННОМ $n\text{C-MnO}_2$

Аронбаев С.Д., Нармаева Г.З., Жураева С.Б., Раимкулова Ч.А., Аронбаев Д.М.
Самаркандский государственный университет, Самарканд, Узбекистан
diron51@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_143

Неоспоримая роль аскорбиновой кислоты (АК) в поддержании гомеостаза живого организма обуславливает высокий интерес к витамину С широкого круга специалистов. Несмотря на большую распространенность как в растительном, так и в животном мире, витамин С не покрывает потребность человека за счет исключительно пищевых продуктов, что связано с разрушением АК при технологической обработке. В пищевой промышленности проводят обогащение продуктов питания витамином С, что в свою очередь, требует аналитического контроля за содержанием аскорбиновой кислоты в сырье и готовой продукции. В настоящее время известны аналитические методы определения АК в различных объектах, которые включают титриметрические, спектрофотометрические, электрохимические способы. Ряд из них не отличается высокой чувствительностью и селективностью, другие же требуют дорогостоящего оборудования. Поэтому поиск простых методов количественного определения АК в сырье и готовой пищевой продукции, остается актуальной задачей и в настоящее время.

Цель настоящего сообщения является разработка вольтамперометрического метода определения АК с использованием углеграфитового электрода, модифицированного наночастицами диоксида марганца.

Особенности конструкции индикаторного электрода описаны в [1]. Процедура модификации угольного порошка наночастицами диоксида марганца, получаемых гидротермальным синтезом по реакции восстановления перманганат ионов ионами Mn(II) в нейтральной среде, описана нами в работе [2].

Электрохимическое поведение модифицированного наночастицами MnO_2 угольного электрода было изучено в присутствии аскорбиновой кислоты. Пик окисления аскорбиновой кислоты в фосфатном буфере с $\text{pH } 7,4$ наблюдается при потенциале $+0,255 \text{ В}$ отн. Ag/AgCl электрода при скорости сканирования 50 мВ/с . Линейная зависимость аналитического сигнала от концентрации АК в растворе наблюдается в диапазоне $0,25 - 3,0 \text{ мМ}$, что сопоставимо с исследованиями других авторов [3-5].

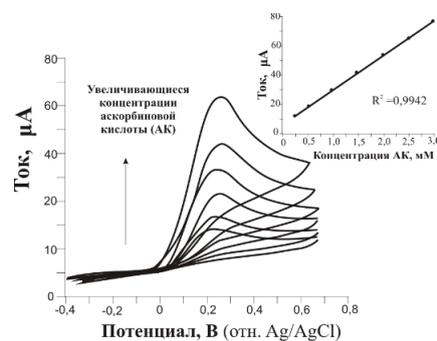


Рис.1. Циклические вольтамперограммы на MnO_2 / C - композитном электроде в фосфатном буфере с $\text{pH } 7,4$ с повышением концентрации аскорбиновой кислоты. Скорость сканирования 50 мВ / с .

Список литературы

1. Аронбаев Д.М., Аронбаев С.Д., Нармаева Г.З., Исакова Д.Т. Индикаторный угольно-пастовый электрод для вольтамперометрического анализа //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2020.-№2.-С.5.
2. Aronbaev D.M., Aronbaev S.D., Narmaeva G.Z., Isakova D.T. Synthesis and study of the nanocomposite MnO_2 / C // The Austrian Journal of Technical and Natural Sciences, 2020- №1-2. - P.40-46.
3. Langley C.E., Ćljukic B., Banks C.E., Compton G.R. Manganese dioxide and graphite composite electrodes: application of electroanalysis of hydrogen peroxide, ascorbic acid and nitrite // Analytical sciences. – 2007. - 23. - February – P.165-170. doi: 10.2116/ analsci.23.165
4. Wantz F., Banks C.E., Compton R.G. Direct Oxidation of Ascorbic Acid at an Edge Plane Pyrolytic Graphite Electrode: A Comparison of the Electroanalytical Response with Other Carbon Electrodes // Electroanalysis. – 2005. – vol.17. – P. 1529-1533. doi.org/10.1002/elan.200503259
5. Shahrokhian S., Ghalkhani M. Simultaneous voltammetric detection of ascorbic acid and uric acid at a carbon-paste modified electrode incorporating thionine–nafion ion-pair as an electron mediator // Electrochimica Acta. – 2006.-vol. 51. – P.2599–2606.

ПРИНЦИП ГАЗОДИНАМИЧЕСКОЙ ИЗОЛЯЦИИ УСТРОЙСТВА ВВОДА ОТ ПОЛИКАПИЛЛЯРНОЙ КОЛОНКИ ПРИ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОМ ВВОДЕ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С КОНЦЕНТРАТОРА В КОЛОНКУ

Балдин М.Н.¹, Грузнов В.М.^{1,2,3}

¹ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Новосибирск, Россия

³Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия
BaldinMN@ipgg.sbras.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_144

Актуальны геохимические методы поиска залежей углеводородов по выявлению на поверхности Земли ореолов, мигрирующих углеводородов из залежей, в частности ароматических: бензола, толуола, ксилолов. Концентрации мигрирующих аренов на поверхности Земли, как правило низкие, и для их регистрации применяют пассивное концентрирование [1]. Концентраторы на разведываемой площади закладывают в шурфы в специальных контейнерах на небольшие глубины 0.5 – 1 м и выдерживают 1-2 дня. Используются многоразовые концентраторы – это трубки из нержавеющей стали с сорбентом на основе силосана SE-30, нанесенного на внутреннюю поверхность.

Анализ проб с концентраторов осуществляется на портативном поликапиллярном газовом хроматографе с фотоионизационным детектором в полевых условиях. Порог определения по толуолу составляет 0.2 ррб. Поликапиллярная колонка (960 капилляров, диаметром 40 мкм каждый) длиной 220 мм с фазой SE-30 толщиной 0.6 мкм. Для ввода пробы с пассивных концентраторов разработано термодесорбционное устройство ввода (УВ) пробы, в котором при нагреве концентратора УВ запирается с одной стороны электромагнитным клапаном, а с другой – газовым потоком из газохроматографической колонки, проходящим мимо объема УВ с десорбированными углеводородами с концентратора.

Ввод пробы с концентраторов осуществляли путем термодесорбции при температуре 200 °С. Оптимизацию по времени нагрева концентратора и времени ввода пробы осуществляли по критерию достижения максимального коэффициента концентрирования K_h , определяемого отношением высоты A_k хроматографического пика анализируемого вещества в пробе с концентратора, пришедшего в равновесие со средой в шурфе, к высоте A_r хроматографического пика этого вещества в пробе с концентратора при помещении его в среду насыщения. Снимались зависимости K_h от времени нагрева концентраторов и от времени ввода при оптимальном нагреве.

Анализ полученных экспериментальных данных показал, что УВ обеспечивает автоматизированный и быстрый эффективный ввод пробы. Максимально эффективное разделение веществ достигается при времени нагрева 30 с и времени ввода 1.2 с. Однако наибольшая полнота ввода по бензолу, толуолу и м-ксилолу достигается при времени ввода

2.4 с. При этом по сравнению с длительностью ввода 1.2 с K_h увеличиваются: по бензолу на 25 %, по толуолу на 45 %, по м-ксилолу на 75%. Максимальный K_h

по м-ксилолу достигается при нагреве 40 с, вводе 4 с. При определении отдельных ароматических углеводородов есть возможность уточнения их концентраций.

Эксперименты показали принципиальную работоспособность схемы ввода пробы с газодинамической изоляцией камеры ввода от колонки, обеспечивающей автоматизацию ввода.

Список литературы

1. Устройство пробоотбора паров углеводородов: пат. на полезную модель 81344 РФ / Балдин М.Н., Грузнов В.М., Карташов Е.В., Конторович А.Э., Сидельников В.Н. // заявл. 06.10.2008. опубл. 10.03.2009; 19 с.

**КОНТРОЛЬ ПАРОВ ЛЕТУЧИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В РАБОЧЕЙ ЗОНЕ
СЕНСОРНЫМИ МАТРИЦАМИ НА ОСНОВЕ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ****Большаков Е.С.¹, Гармаш А.В.¹, Иванов А.В.^{1,2}, Козлов А.А.³, Самохин А.С.¹**¹Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия²Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия³Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова РТУ/МИРЭА,
Москва, Россия*sandro-i@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_145**

Фотонные кристаллы (ФК) – функциональные материалы с упорядоченной структурой и периодически изменяющимся показателем преломления. ФК прозрачны в видимой области спектра за исключением узкой полосы, вызванной наличием запрещенной зоны. Аналитическим сигналом служит батохромный или гипсохромный сдвиг спектра отражения, а визуально – изменение цвета (например, от зеленого к красно-оранжевому). Использовали мини-спектрофотометр "eye-one Pro", позволяющий получить интегральные характеристики отражения от поверхности анизотропного ФК. Для детектирования паров органических растворителей спектрофотометр фиксировали на разработанной нами приставке в положении апертурой вверх. Отражение измеряли с обратной стороны сенсора через оптически прозрачную подложку (поликарбонат) в динамическом режиме. Данные получали с помощью стандартного программного обеспечения i!Share; одновременно записывали в файл формата *.csv температуру и влажность на протяжении эксперимента и обрабатывали в программе MS Excel. Воздействие насыщенных паров летучих углеводородов приводит к батохромному сдвигу спектра на 80-100 нм. Наиболее актуально обнаружение низких концентраций углеводородов на уровне ПДК. Ненасыщенные пары толуола (0,3 – 60 мг/м³) создавали в стеклянном куполе, дозируя толуол на вату, помещенную на нагретую спираль. ФК и спектрофотометр также находились в этом куполе; спектры диффузного отражения регистрировали в автоматическом режиме с интервалом 20 с. Разработан способ on-line контроля паров летучих углеводородов (толуола, ксилола) в воздухе рабочей зоны на производстве лакокрасочных материалов. Прибор с зафиксированным на апертуре ФК устанавливали в производственном цехе. Эксперименты проводили: в рабочие дни (концентрация паров углеводородов в рабочей зоне максимальна); в выходные (когда концентрация паров была равновесной); в "чистом" помещении, где заведомо отсутствовали пары углеводородов. При регистрации спектра с низкой дискретностью (10 нм) возникает проблема точного определения положения максимума. Участок спектра вблизи максимума описывали квадратичной зависимостью $R = a\lambda^2 + b\lambda + c$, где λ – длина волны, R – коэффициент отражения. Параметры a , b и c находили интерполяцией с помощью регрессионного анализа; максимум спектра рассчитывали, как $\lambda_{\max} = -b/2a$. Получено хорошо воспроизводимое смещение максимума спектра отражения ФК, согласующееся со стадиями производства лакокрасочных материалов. Однако величина этих изменений значительно меньше, чем шаг регистрации спектра (10 нм). Статистическая значимость изменений подтверждена контрольными экспериментами в условиях, исключающих колебания концентрации паров летучих углеводородов в атмосфере. Сигнал, регистрируемый в этих условиях, принимали за фоновый. По $3s$ -критерию сдвиг максимума на спектре, превышающий 0,08 - 0,10 нм, является статистически значимым.

Таким образом, предложен подход к непрерывному on-line контролю ненасыщенных паров летучих углеводородов с помощью сенсорных матриц на основе ФК.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 18-03-00397.

ХРОМАТИЧЕСКИЕ ДИАГРАММЫ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ УГЛЕВОДОРОДОВ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИМИ СЕНСОРАМИБольшаков Е.С.¹, Иванов А.В.^{1,2}, Гармаш А.В.¹, Самохин А.С.¹¹Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия²Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия
*sandro-i@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_146**

Актуальная задача экспрессного химического анализа – разработка селективных и чувствительных компактных тест-средств для обнаружения токсичных и канцерогенных веществ – органических растворителей, в больших количествах используемых в промышленности. Эффективным тест-средством могут быть наноструктуры, например, фотонные кристаллы (ФК), имеющие период упаковки, близкий к длинам волн видимого диапазона. Под воздействием аналитов они изменяют свой структурный цвет, обусловленный узкой полосой отражения. Такой аналитический сигнал является достоверным способом обнаружения при относительно невысокой стоимости сенсоров. Для измерения сигнала ФК-сенсоров предложено использовать спектроскопию диффузного отражения как интегральный метод.

Сенсоры представляют собой упорядоченный ансамбль монодисперсных полистирольных сферических частиц (190–250 нм) на подложке (поликарбонат или стекло), закрытый чувствительной матрицей из полидиметилсилоксана. В качестве аналитов исследовали органические растворители алифатического и ароматического ряда. Разработано устройство для нанесения проб аналитов и непосредственного измерения спектров отражения, что позволило разработать программно-аппаратный комплексный подход для определения структурного цвета в динамике; подобраны стандартные условия измерения и обработки аналитического сигнала. Оценена воспроизводимость аналитического сигнала и возможность многократного использования сенсорных матриц для обнаружения углеводородов. Основную аналитическую информацию несет изменение положения максимума спектра при воздействии углеводородов. Динамические спектры диффузного отражения при воздействии алифатических и ароматических углеводородов различаются. Инструментом для качественного анализа растворителей могут служить паттерны, по характерным участкам которых можно идентифицировать углеводород, однако оценить по ним количественное воздействие аналитов невозможно. Структурный цвет ФК-матриц как анизотропных сред также меняется в зависимости от угла наблюдения. Использование спектроскопии диффузного отражения позволяет рассчитать координаты цветности стандартной колориметрической системы СИЕ структурный цвет сенсоров по динамическим спектрам при идентификации летучих органических соединений. На диаграмме цветности СИЕ можно наблюдать динамику изменения структурного цвета сенсора (380–700 нм).

Цветовая шкала может быть изготовлена также на основе ФК, что исключает влияния изменения угла наблюдения. Построены зависимости положения максимума фотонной запрещенной зоны от времени и хроматические диаграммы с нанесенным треком изменения цвета с зеленого на красный при воздействии углеводорода. Выявлена равномерная зависимость между батохромным сдвигом и изменением цвета.

Таким образом, сочетание регистрации аналитического сигнала методом спектроскопии диффузного отражения и визуализацией на хроматических диаграммах позволило создать новый подход к мониторингу летучих органических соединений. Подход позволяет проводить анализ в полевых условиях с использованием цифровых устройств: фотоаппаратов, офисных сканеров и смартфонов.

**ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЖЕЛЕЗО- И КОБАЛЬТСОДЕРЖАЩИХ ХИМИЧЕСКИХ
МОДИФИКАТОРОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ As, Hg и Cd В МОРСКОЙ ВОДЕ
МЕТОДОМ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ
СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСТОЧНИКОМ СПЛОШНОГО СПЕКТРА
И ГРАФИТОВОЙ ПЕЧЬЮ**

Бурылин М.Ю., Галай Е.Ф., Лизун А.Ю., Баштовая А.С.
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», Краснодар, Россия
galaie@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_147

Морская вода имеет важное значение в жизнедеятельности человека. Повышение предельно допустимых концентраций таких элементов как мышьяк, кадмий и ртуть в морских водах может оказывать негативное воздействие на организмы человека и обитателей морской среды. Поэтому особое внимание уделяется контролю содержания токсичных элементов в морской воде и проводится постоянный мониторинг данного объекта.

Одним из распространённых методов анализа является электротермическая атомно-абсорбционная спектрометрия (ЭТААС), характеризующийся высокой чувствительностью и селективностью. Однако прямые определения в морской воде затруднительно из-за очень низкой концентрации токсичных элементов и высокого содержания матрицы. Решение этой проблемы возможно с использованием химических модификаторов (ХМ) и высокоэффективной системы коррекции неселективного поглощения метода высокоразрешающей атомно-абсорбционной спектрометрии с источником сплошного спектра (ВР-ААС-ИСС) и графитовой печью (ГП).

Целью данной работы являлось разработать условия определения легколетучих элементов (As, Cd, Hg) в морской воде методом ВР-ААС-ИСС в присутствии железо- и кобальтсодержащих ХМ на основе активированного угля [1,2]. Достижение поставленной цели позволит исключить применение наиболее распространенных ХМ на основе благородных металлов (Pd и Ir).

В ходе выполнения работы достигнуты минимально допустимые разбавления пробы для корректировки неселективного поглощения: двукратное для определения кадмия и ртути, пятикратное – для мышьяка. Определены оптимальные температуры стадии пиролиза/атомизации (°С) при анализе проб воды в присутствии используемых ХМ: 600/1200 для Cd, 1200/2000 для As, 200/600 для Hg.

Модификаторы апробированы по методу введено-найдено с использованием проб морской воды, отобранной в акватории охотского моря. Пределы обнаружения и определения составили (мкг/л) 1,2 и 4,0 для As, 2,1 и 7,0 для Hg, 0,02 и 0,07 для Cd соответственно.

Список литературы

1. Бурылин М.Ю., Малыхин С.Е., Галай Е.Ф. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. №4. С. 5–11.
 2. Бурылин М.Ю., Малыхин С.Е., Галай Е.Ф. // Журн. аналит. химии. 2015. Т. 70. №4. С. 380–388.
- Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гран № 19-03-00181_a) с использованием научного оборудования ЦКП “Эколого-аналитический центр” Кубанского государственного университета.

ПРОБЛЕМЫ МОНИТОРИНГА АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

Валиева Э.Ф.¹, Сафарова В.И.², Хатмуллина Р.М.²¹ ФГБОУ ВО «Башкирский государственный университет», Уфа, Россия² ГБУ РБ Управление государственного аналитического, Уфа, Россия
elmira_valieva_94@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_148

Воздушная среда является одним из наиболее сложных для контроля объектов окружающей среды. В ней постоянно происходят изменения качественного и количественного состава загрязняющих компонентов. Поэтому для контроля и оценки качества атмосферного воздуха необходимы методы анализа, которые позволяют оперативно и в то же время достоверно определять загрязняющие ее вещества. К одним из наиболее распространенных в атмосферном воздухе токсикантов относятся оксид углерода (CO), диоксид серы (SO₂), сероводород (H₂S) и другие газы [1]. Эти вещества причисляют к так называемым общепринятым для контроля в атмосферном воздухе соединениям, вопросы анализа которых не вызывают особых затруднений. Для их определения используются электрохимические, фотометрические, люминесцентные, газохроматографические методы. Анализ может выполняться как в стационарных, так и автоматических (и/или передвижных) лабораториях. Поскольку атмосферный воздух является чрезвычайно динамичной средой, в последние годы стали интенсивно развиваться и внедряться системы автоматизированного контроля атмосферного воздуха с использованием газоанализаторов. Однако в любом случае, независимо от метода исследования полученные результаты должны быть достоверными, поскольку они зачастую являются основанием для принятия природоохранных решений. В данной работе рассмотрены некоторые проблемы, связанные с использованием различных способов контроля атмосферного воздуха. Например, определение сероводорода в стационарной лаборатории осуществляется фотометрическим методом, суть которого заключается в поглощении H₂S из воздуха тонкой пленкой суспензии гидроксида кадмия в растворе триэтанолamina. Определение этого же вещества в большинстве газоанализаторов основано на воздействии УФ-излучения на пробу. В таблице 1 приведены результаты концентраций H₂S в воздухе, полученные фотометрическим методом и с помощью газоанализаторов на ПЭЛКАВ.

Таблица 1

Сероводород (ПЭЛКАВ)		Сероводород (фотометрия)	
мг/м ³	превышения, раз	мг/м ³	превышения, раз
0,0500	6,25	0,044	5,5
0,0891	11,14	<0,006	-
0,2781	34,76	<0,006	-

Следует обратить внимание, что результаты анализа, выполненные фотометрическим методом, довольно отличаются от результатов (ПЭЛКАВ). Это связано с тем, что отбор проб по времени часто не совпадает с появлением в воздухе вредных веществ в концентрациях, способных вызвать отрицательные для здоровья эффекты. Таким образом, хроматографические методы и газоанализаторы позволяют оперативно и достоверно определять вредные вещества в атмосферном воздухе.

Список литературы

1. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. М.: Академия, 2007. 464 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КРС *IN SITU* В СРЕДЕ ЖИДКОГО ХЛОРА ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ХЛОРИДОВ ПОЛИВАЛЕНТНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И СЕРЫ

Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б.

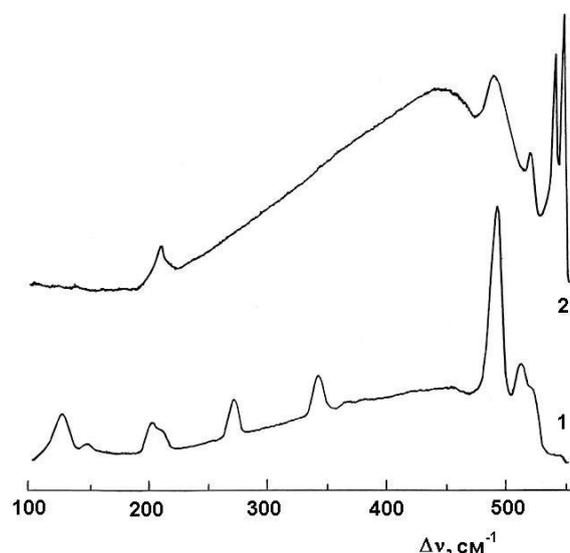
ФГУБН Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия
salyulev@ihte.uran.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_149

С помощью современного аналитического метода – спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) становится возможным исследование *in situ* образцов, обладающих особыми свойствами – чувствительных к побочному воздействию кислорода и влаги воздуха; устойчивых только в среде агрессивных жидкостей, газов, паров; а также при повышенных температурах и давлениях. Мы использовали этот метод для уточнения специфики взаимодействия реакционноспособных хлоридов поливалентных элементов с тетрахлоридом серы. Поскольку стабилизации высшего малоустойчивого состояния окисления серы (IV) способствуют, кроме координации и невысокой температуры, наличие сильного окислителя, взаимодействие соответствующих хлоридов исследовали в присутствии жидкого или газообразного хлора при повышенных давлениях Cl_2 (до 60 атм).

Метод спектроскопии КРС показал возможность быстро и надежно фиксировать образование кристаллических ионных соединений типа $x[\text{SCl}_3]^+ \cdot y[\text{MCl}_n]^{m-}$, имеющих низкую растворимость в жидком Cl_2 , по появлению в спектрах соответствующих образцов характеристических полос входящих в их состав комплексных катионов $[\text{SCl}_3]^+$ и анионов $[\text{MCl}_n]^{m-}$ (см, например, рис. 1). Спектры хлоридов регистрировали непосредственно через стенки запаянных реакционных кварцевых ампул с жидким хлором под микроскопом спектрометра “Renishaw U1000” (лазер мощностью 25 мВт с длиной волны 514,5 нм).

По оригинальной методике [1] синтезировано несколько новых и известных комплексных соединений: $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{BeCl}_3]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{AlCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{GaCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Ga}_2\text{Cl}_7]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{InCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Ti}_2\text{Cl}_9]$, $[\text{SCl}_3]_2 \cdot [\text{SnCl}_6]$, $[\text{SCl}_3]_2 \cdot [\text{HfCl}_6]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Hf}_2\text{Cl}_9]$. Образование в тех же условиях аналогичных хлорокомплексов серы (IV) с хлоридами цинка, ванадия (IV) и фосфора ванадия(V) не обнаружено.



Результаты проведенных исследований показывают эффективность применения микроспектроскопии КРС в определении вещественного состава реакционноспособных образцов, масса которых может быть небольшой (достаточно 1–100 мг), с целью быстрого получения надежной информации о характере взаимодействия компонентов в нестандартных условиях.

Рис. 1. Спектры КРС при 20 °С твердого соединения $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{GaCl}_4]$ (1) и раствора SCl_2 в жидком хлоре (2).

Список литературы

1. Салюлев А.Б., Вовкотруб Э.Г. // Проблемы спектроскопии и спектрометрии / Вуз.-Акад. сборник научн. трудов. Екатеринбург: УрФУ, 2012. № 30. С. 107–113.

**ОЦЕНКА ОКИСЛЕННОСТИ РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА МЕТОДОМ
МНОГОВОЛНОВОЙ УФ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ**Власова И.В.

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, Омск, Россия

*vlaso-iri@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_150**

Растительные масла широко используются в пищевой промышленности, фитотерапии, фитокосметике, фармацевтике и многих других областях. Поскольку они имеют выраженную биологическую активность, важен контроль их качества. Основная причина ухудшения качества масла – окисление под действием различных факторов остатков полиненасыщенных кислот, поэтому оценке степени окисленности масла уделяется большое внимание. В основе наиболее распространенных методик лежат спектрометрические методы. Они достаточно просты в исполнении, не требуют сложного дорогостоящего оборудования. В литературных источниках часто встречается спектрофотометрическая методика оценки степени окисленности масел, основанная на вычислении отношения оптических плотностей растворов масел при двух длинах волн, 215 нм и 232 нм. Этот показатель называют индексом окисленности липидов [1-3]. Считается, что при 215 нм поглощают только не окисленные формы липидов (жиров), а при 232 нм - только продукты их окисления. Но данный способ не учитывает наблюдаемые отклонения от закона Бера и неселективность светопоглощения на выбранной длине волны, что должно приводить к неточным результатам анализа.

Разработан способ многоволновой оценки окисленности растительных масел. Модельные объекты – разбавленные водно-изопропанольные и гексан-изопропанольные растворы льняного масла. Спектры поглощения исследуемых растворов (или экстрактов) регистрировали в УФ-области (210-250 нм). Содержание исходного (не окисленного) масла и суммарное содержание окисленных структур находили, применяя алгоритм множественной линейной регрессии. Ступенчатым характером окисления пренебрегали. Разработанный метод позволяет правильно определить общую концентрацию масла на уровне 0,01-0,06 мг/мл и оценить массовую долю окисленных структур (степень окисленности) [4]. Предложенный метод использован для изучения динамики пероксидного окисления льняного масла в разных растворителях и разных условиях. В ходе эксперимента варьировали температуру, время экспозиции, начальные концентрации H_2O_2 и масла. Показано, что на скорость окисления масла в водно-изопропанольных растворах влияют аскорбиновая кислота, галловая кислота, рутин и другие антиоксиданты. Окисление масла сильно замедляется рутином, в меньшей степени – галловой кислотой. В присутствии аскорбиновой кислоты масло не окисляется; изменения спектра наблюдаются лишь после завершения пероксидного окисления аскорбиновой кислоты.

Список литературы

1. Волчегорский И.А., Налимов А.Г., Яровинский Б.Г., Лифшиц Р.И. // Журн. Вопросы медицинской химии. 1989. том: 35, № 1. С. 127-131.
2. Рыбакова О.В., Сафонова Е.Ф., Сливкин А.И. // Журн. Вестник ВГУ. 2007. № 2. С. 171-173.
3. ОФС 1.5.2.0002.15 Масла жирные растительные. Государственная фармакопея Российской Федерации XIII. Том 2. М.: ФЭМБ, 2015 – 1004 с.
4. Зотова А.А., Власова И.В., Гро Е.П. // Журн. Вестник Омского университета. 2019. Том 24, № 3. С. 69-73.

**ИЗУЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО И ФАЗОВОГО СОСТАВА ПРОДУКТОВ
ПЕРЕРАБОТКИ НЕФТИ И БИТУМА**Волков А.И.

ГНЦ ФГУП Центральный научно-исследовательский институт чёрной металлургии
им. И.П. Бардина, Москва, Россия
rhenium@list.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_151

ЦНИИчермет им. И.П. Бардина в течение многих лет занимается исследованиями технологических процессов извлечения ванадия, никеля из продуктов переработки нефти и битума (зола ТЭС, нефтяной кокс, зола битума, мазут и т.д.). Актуальность работ обусловлена увеличением в переработке доли тяжёлых асфальтосмолистых нефти и битума, вредным воздействием ванадия на технологическое оборудование и катализаторы нефтепереработки, экологическими проблемами, связанными с попаданием тяжёлых металлов в окружающую среду.

Для различных типов нефтегазоносных бассейнов характерно изменение соотношения химических элементов в зольной части. Обработка специальными реагентами для очистки узлов технологического оборудования ТЭС вносит дополнительные элементы в состав золы. Полнота сгорания оказывает влияние на остаточное содержание органической части.

Химический анализ осуществляли с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра AXIOS^{max} Advanced фирмы PANalytical (Нидерланды). В исследованных нами образцах золы нефтяного кокса, битума и мазута содержание компонентов составляло, % масс.: Na₂O 0,10-4,74; MgO 0,09-2,14; Al₂O₃ 0,61-7,10; SiO₂ 0,11-23,00; P₂O₅ 0,14-0,53; S 0,39-11,21; Cl 0,13-0,23; K₂O 0,02-2,04; CaO 0,08-4,94; TiO₂ 0,11-0,75; V₂O₅ 15,18-70,70; MnO 0,04-0,42; Fe₂O₃ 7,15-64,91; Co₃O₄ 0,06-4,60; NiO 1,30-18,59; ZnO 0,21-1,99; SrO 0,03-0,06; MoO₃ 0,06-0,75; BaO 0,94-1,64; PbO 0,04-0,11; Cr₂O₃ 0,17-0,51.

Фазовый состав оказывает решающее влияние на состав продуктов пирометаллургической переработки [1]. Так, при восстановлении ванадиевого конвертерного шлака получают ванадийсодержащую лигатуру, но при восстановлении золы алюминием ванадий остаётся в шлаке, а не в металле. С помощью рентгенофазового анализа установлено, что основными фазами шлака, полученного из золы, являются: β-глинозём NaAl₁₁O₁₇, периклаз MgO, метаванадат натрия NaVO₃, нефелин Na_{4-x}K_xAl₄Si₄O₁₆, замещённый карелианит V_{2-x-y-z}Fe_xAl_yCr_zO₃. Также присутствуют фазы со структурой шпинели типа MgAl₂O₄ и MgV₂O₄. Вероятно наличие лепидокрокита FeOОН и неидентифицированного ванадата щелочных металлов. В некоторых образцах обнаружено значительное количество графита, фаза со структурой граната Ca_xMg_yNa_z(VO₄)₆, форстерит Mg₂SiO₄, гематит Fe₂O₃, пиролюзит MnO₂, диаспор AlOОН, ванадат натрия-магния NaMg₄(VO₄)₃.

Исследование золы и шлака методом РФЭС показало наличие в поверхностном слое сульфата железа FeSO₄, соединения V⁵⁺, V⁴⁺ в шлаке, соединения V⁵⁺, V⁴⁺, V³⁺, Vⁿ⁺, где 0 < n < 3 в исходной золе, CaO в золе и Ca(NO₃)₂ в шлаке, адсорбированные углеводороды C_nH_m, органические соединения со связями O-C и O=C, Al₂O₃.

Список литературы

1. Волков А.И., Кологриева У.А., Ковалев А.И., Вайнштейн Д.Л. Влияние степени окисления и форм элементов в ванадиевом шлаке на технологичность его переработки/ Металлург. 2019. № 8. С. 42-46.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 18-29-24074 мк.

СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ В УЛЬТРАЗВУКОВОМ ПОЛЕ

Данилова Т.В., Моходоева О.Б., Дженлода Р.Х., Шкинев В.М., Спиваков Б.Я.
ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
Москва, Россия
dzhenloda@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_152

Ультразвук широко используют в пробоподготовке, в том числе для интенсификации фильтрационных, экстракционных и сорбционных процессов. Ранее нами предложен способ сорбционного концентрирования ионов металлов с использованием ультразвуковых суспензионных (УЗС) колонок [1-2], позволяющий удерживать в потоке жидкости суспензию мелкозернистого сорбента без применения фильтров. Ультразвуковое воздействие, создаваемое в колонках, влияет также на кинетику сорбции веществ за счет возникающих микротурбулентных акустических течений, которые создают условия для ускоренного протекания сорбции благодаря интенсификации массопереноса в системе сорбат-сорбент.

В настоящей работе продемонстрирована возможность использования УЗС колонок (рис.) для повышения эффективности извлечения платиновых металлов на стадиях сорбции из многокомпонентных хлоридных растворов и последующей десорбции с получением индивидуальных растворов целевых компонентов. В качестве сорбента использовали силикагель Kromasil Sil, состоящий из идеально сферических частиц определенного размера (5 мкм), модифицированный фосфониевой ионной жидкостью Cyphos IL 101. Определены оптимальные условия для селективного выделения платины (IV) и палладия (II) в УЗС колонке: 0.1-1 М HCl, 10-60 г/л Cl⁻, содержание ионной жидкости 0.3 ммоль/г, скорость пропускания раствора 0.5 мл/мин, масса сорбента 0,02 г, интенсивность ультразвукового излучения 10⁵ Вт/м².

Известно, что элюирование платиновых металлов обычно затруднено. Нами показано, что в условиях УЗС колонки существенно увеличивается эффективность десорбции платиновых металлов. Так, при использовании в качестве элюента перхлората натрия (0.5 М) и скорости пропускания раствора 0.2 мл/мин обеспечивается количественное извлечение металлов из фазы сорбента.

Разработанная методика сорбционного концентрирования платины и палладия апробирована на примере модельного хлоридного раствора, содержащего ионы благородных, тяжелых и других элементов, с последующим определением металлов методами МС-ИСП и АЭС-ИСП.



Рис. 1 Ультразвуковая суспензионная колонка (диаметр 10 мм, длина 50 мм, масса сорбента 0,02 г)

Список литературы

1. Spivakov B. Ya., Shkinev V. M., Danilova T. V., Knyazkov N. N., Kurochkin V. E., Karandashev V. K. Suspension column for recovery and separation of substances using ultrasound-assisted retention of bead sorbents // *Talanta*. 2012. № 102. P. 88-92.
2. Дженлода Р.Х., Шкинев В.М., Данилова Т.В., Темердашев З.А., Карандашев В.К., Спиваков Б.Я. Суспензионные колонки с удерживаемыми в ультразвуковом поле зернистыми сорбентами для выделения и определения редкоземельных элементов в винах // *Журн. аналит. химии*. 2015. Т.70. № 12. С. 1264-1270.

**СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СОВРЕМЕННОГО АНАЛИТИЧЕСКОГО
ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

Денисов С.П., Бубнов К.В., Мельникова Н.В.
ООО «Экоальянс», Новоуральск, Россия
melnik321@ya.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_153

С 1994 года ООО «Экоальянс» использует рентгенофлуоресцентные спектрометры для контроля технологического процесса и готовой продукции производства каталитических блоков нейтрализаторов выхлопных газов.

С целью приобретения нового спектрометра были изучены возможности современного аналитического оборудования для рентгеноспектрального анализа. В результате переговоров со специалистами ООО «Термо Техно Инжиниринг», ООО «Мелитэк», фирмы «Солисте Корпорэйшн», ООО «Спектрис Си-Ай-Эс», компании «Элемент», было получено разрешение провести измерения наших образцов на эксплуатируемых в России приборах, организованы поездки специалистов ООО «Экоальянс» на предприятия в городах Нижний Тагил, Челябинск, Полевской, Верхняя Пышма, Красноярск, Екатеринбург. Исследования идентичных образцов были проведены в одинаковых условиях на следующих спектрометрах:

- ARL PERFORM'X, изготовитель «Thermo Fisher Scientific» (Ecublens) SARL», Швейцария;
- S8 TIGER, изготовитель «BRUKER AXS GmbH», Германия;
- ZSX Primus II, изготовитель «Rigaku Corporation», Япония;
- Zetium, изготовитель «PANalytical B.V.», Нидерланды;
- XRF-1800, изготовитель «Shimadzu Corporation», Япония.

В докладе представлены данные, подтверждающие приемлемость перечисленных спектрометров для решения задач нашего предприятия и новые возможности современного оборудования, по сравнению с 1994 годом.

ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ПОДЗЕМНЫХ ВОД ИСТОЧНИКОВ НЕЦЕНТРАЛИЗОВАННОГО ВОДОСНАБЖЕНИЯ

Ермакова Н.А., Тагирова А.Н., Попова Д.А.

ФГАОУ ВО Тюменский государственный университет, Тюмень, Россия

nermacova@utmn.ru, n.a.ermakova@utmn.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_154

Все большую актуальность приобретает проблема обеспечения населения качественной питьевой водой, напрямую связанная с сохранением здоровья людей. В связи с техногенным загрязнением поверхностных вод осуществляется постепенный переход на централизованное водоснабжение из подземных источников. В сельской местности в качестве источника водоснабжения подземные воды используются без предварительной подготовки к употреблению.

Представлены результаты исследования гидрохимического состава и содержания макро- и микрокомпонентов в пробах подземных вод, отобранных из 38 источников нецентрализованного хозяйственно-питьевого водоснабжения юга Тюменской области. Определение анионного состава методом ионообменной хроматографии проводили на ионном хроматографе «Dionex ICS 2100», ПНД Ф 14.2:4.176-2000. Определение катионного состава подземных вод проводилось согласно ПНД Ф 14.1:2:4.167-2000 на приборе «КАПЕЛЬ-105М». Концентрацию гидрокарбонат-ионов определяли методом потенциометрического титрования образцов подземных вод по ГОСТ 31957-2012. Определение содержания цинка, меди, кадмия и свинца в подземной воде методом инверсионной вольтамперометрии проводилось согласно ГОСТ 31866-2012 на анализаторе «ТА-Lab». Определение количества общего, органического и неорганического углерода, общего связанного азота проводилось с помощью анализатора элементного состава Elementar vario TOC cube согласно ГОСТ Р 52991-2008. По стандартным методикам проводили определение pH, удельной электропроводности, общей минерализации, общей жесткости, перманганатной окисляемости, суммарного содержания железа в исследуемых пробах подземной воды.

Показано, что большинство образцов по минерализации относятся к пресным, умеренно пресным (28 %) и слабосоленоватым (11%).

По преобладающим ионам подземные воды относятся к гидрокарбонатным кальциево-магниевым (44 %), гидрокарбонатным кальциевым (33 %), в равной степени представлены гидрокарбонатные натриево-кальциево-магниевые, гидрокарбонатно-хлоридные натриево-кальциевые, гидрокарбонатно-хлоридные натриево-кальциево-магниевые, гидрокарбонатно-сульфатные кальциево-магниевые подземные воды.

По результатам факторного анализа установлено, что к весьма высоким относятся корреляции между содержанием азота и неорганического углерода, содержанием органического углерода и перманганатной окисляемостью, концентрацией нитрат-ионов и содержанием общего азота в подземных водах.

Установлено кратное превышение предельно допустимых концентраций по содержанию железа, нитрат-ионов, перманганатной окисляемости, нитрит-ионов, ионов натрия и хлорид-ионов, превышение общей жесткости подземных вод. Содержание тяжелых металлов (цинка, меди, кадмия, свинца) в пробах подземных вод не превышает ПДК. Применение метода биотестирования с использованием культуры водоросли хлорелла показало, что все исследованные пробы воды оказывают острое токсическое действие и требуют предварительной подготовки и очистки.

Результаты исследований получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Рациональное природопользование и физико-химические исследования» и Лаборатории экологических исследований Тюменского государственного университета.

РАЗРАБОТКА СПОСОБА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ КЛАССА ПОЛИИНОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЭКСТРАКТАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В СОЧЕТАНИИ С ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЕЙ

Жестовская Е.С.¹, Василевский С.В.¹, Гончаров В.М.¹, Ставрианиди А.Н.²

¹ ФГУП «Научный центр «Сигнал», Москва, Россия

²Химический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

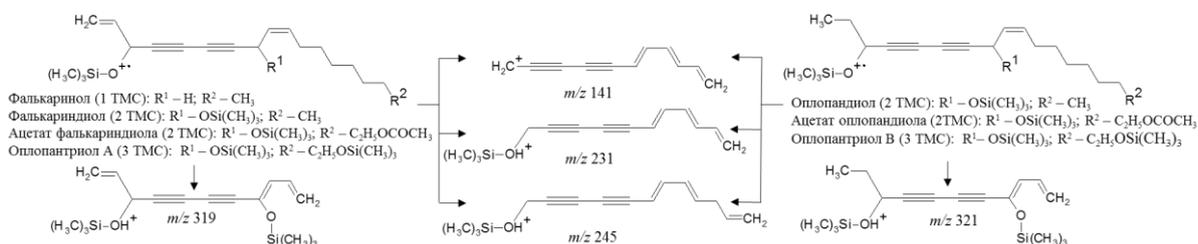
Zhestovskayae@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_155

Природные полиацетилены (полиины) представляют собой класс соединений, характеризующихся наличием двух или более углерод-углеродных тройных связей. На сегодняшний день известно около 2000 представителей класса полиинов природного происхождения, обнаруженных в качестве вторичных метаболитов в 24 семействах высших растений. Наиболее распространенными полиинами, идентифицируемыми в растениях, являются полиины типа фалькаринола, спектр биологической активности которых достаточно хорошо изучен.

Настоящая работа посвящена разработке способа определения соединений класса полиинов в растительных экстрактах с использованием газового хроматографа Trace 1310 и масс-спектрометрического детектора TSQ8000 (Thermo Scientific, США). Разделение аналитов осуществляли на капиллярной колонке DB-5HT (30 м×0.25 мм×0.1 мкм) (Agilent Technologies, США). Для улучшения эффективности хроматографирования исследуемые соединения дериватизировали с получением соответствующих триметилсилильных производных (ТМС).

В ходе проведенных исследований изучены особенности фрагментации полиинов в условиях электронной ионизации. Установлены характеристичные ионы и соответствующие им селективные ионные переходы, которые могут быть использованы для групповой и индивидуальной идентификации. На рисунке представлены предполагаемые структуры образующихся фрагментных ионов.



Так, для всех исследуемых соединений характерно образование ионов $[C_{11}H_9]^+$ с m/z 141, $[C_{14}H_{19}OSi]^+$ с m/z 231, $[C_{15}H_{21}OSi]^+$ с m/z 245 и соответствующих ионных переходов 141→115, 231→141, 245→155. В тоже время молекулы фалькариндиола, ацетата фалькариндиола и оплопантриола А претерпевают частичную фрагментацию с образованием общего характеристичного иона $[C_{17}H_{27}O_2Si_2]^+$ с m/z 319. В условиях тандемной масс-спектрометрии данному иону присущи селективные ионные переходы 319→229, 319→245, 319→215. Для оплопандиола, ацетата оплопандиола и оплопантриола В наблюдается образование характеристичного иона $[C_{17}H_{29}O_2Si_2]^+$ с m/z 321 и ионных переходов 321→231, 321→247, 321→217.

Разработанный подход позволил не только определить исследуемые соединения в экстрактах корней заманихи, сельдерея и моркови, а также идентифицировать другие соединения, относящиеся к данному классу и имеющие подобную структуру.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ СУРЬМЫ ЛЕГКОПЛАВКИМ ЭКСТРАГЕНТОМ ИЗ КИСЛЫХ ХЛОРИДНЫХ РАСТВОРОВ

Зюськаина В.А., Темерев С.В.

ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия

zuskina_elen@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_156

Подготовка образцов к анализу на 40-60 % определяет результат инструментального метода. Как правило, инструментальный анализ As, Sb, Sn, Bi, Se, Te и других летучих элементов в экосистемах требует предварительного концентрирования. Элементы IV – VI групп отличает способность образовывать газообразные гидриды, которые можно отделить от сложной матрицы анализируемого образца в виде гидридов в практическом анализе ртутеподобных элементов [1].

Настоящее сообщение посвящено аналитическому применению легкоплавкого расплава – сульфасалицилата гексилдиантипирилметана для концентрирования ионных форм сурьмы из кислых хлоридных растворов. Данный расплав является новым перспективным легкоплавким экстрагентом, плавится при температуре ниже температуры кипения воды (77 ± 1) °С и образует плотную гидрофобную ($2,28 \pm 0,02$) г/см³ ионную жидкость. Расплав обеспечивает простоту количественного концентрирования ионов Sb(III) из кислого водного раствора, удобство выполнения подготовки концентрата и эффективность извлечения ионов сурьмы с окончанием процедуры анализа инструментальным методом (рентгенофлуоресцентным, беспламенным абсорбционным, вольтамперометрическим и др.).

Серию модельных систем готовили в термостойких градуированных пробирках. Вносили химические реагенты: гексилдиантипирилметан и сульфосалициловую кислоту; нагревали до образования жидкости. В пробирки с остывшим расплавом вносили различные концентрации Sb(III) из рабочего раствора, и воды до общего объема 10 мл. Для экстракции пробирки с внесенными растворами помещали на водяную баню и грели до температуры 80-85 °С (органическая фаза вновь становилась жидкой), после чего пробирки тщательно встряхивали в течение 2-3 минут и оставляли остывать. Когда органическая фаза полностью застывала, отделяли ее от водной фазы. Для растворения твердой фазы добавляли этиловый спирт (1,00 мл). Водную фазу анализировали 2-мя независимыми методами: ААС с электротермической атомизацией и оригинальным электрохимическим способом (ВА). По результатам двух независимых методов отмечено, что они удовлетворяют t-критерию (погрешности статистически не значимы).

Электрохимический способ определения сурьмы не основан на высоких температурах, заимствует технологию гидридного метода – в качестве восстановителя элемента применяется щелочной раствор борогидрида натрия. В качестве модельных систем - выбраны кислые водные растворы, фоновых систем – растворы хлороводородной кислоты (ХЧ) с добавками сурьмы (III). Вольтамперометрический способ определения ионов сурьмы выполнялся с помощью графитового электрода (анализатора Экотест ВА Москва), входящего в комплект анализатора. Рабочий электрод не содержит токсичной ртутной пленки и безопасен в работе, может храниться в сухом виде, более удобен в эксплуатации, обеспечивает удовлетворительный коэффициент чувствительности 8,1 [мкА/мкгSb]. Установлены оптимальные условия регистрации аналитического сигнала.

Список литературы

1. Антропова Д. Г., Темерев С. В. Определение мышьяка и селена в водных растворах после концентрирования легкоплавким расплавом / Д. Г. Антропова, С. В. Темерев // Ползуновский вестник. – 2016. - № 4, т. 2. – С. 149-154.

**СПОСОБ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ ПОПРАВОК В РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫХ
УРАВНЕНИЯХ СВЯЗИ**Калинин Б.Д.

ООО «Прецизионные технологии», Санкт-Петербург, Россия

*kalinin_boris@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_157**

Традиционный способ теоретических поправок получил развитие в части отдельного учета влияющих факторов: отдельный учет матричного поглощения, избирательного возбуждения и полихроматичности первичного возбуждения. Предложены варианты уравнений связи, сочетающие теоретические и эмпирические коэффициенты. Для теоретических уравнений связи предложен способ вариации численных значений коэффициентов влияния, позволяющий в несколько раз снизить остаточную погрешность градуировки. Уточнение значений коэффициентов проводится путём последовательного изменения численных значений коэффициентов на ± 0.01 для каждого влияющего элемента до получения минимального значения остаточной погрешности градуировочной характеристики. Предложен и обоснован способ применения в качестве аналитического сигнала отношения интенсивностей аналитических линий. При переходе от интенсивностей линий к их отношениям численные значения теоретических коэффициентов влияния элементов, максимально влияющих на результаты определения хрома в сталях (титана, вольфрама и молибдена), снижались в 5, 10 и 10 раз соответственно, и остаточная погрешность градуировочного уравнения снижается практически до уровня статистической погрешности счета импульсов.

Другим типом теоретических коэффициентов в уравнениях связи являются абсорбционные факторы P_i : отношение абсорбционных свойств наполнителя к абсорбционным свойствам определяемого элемента. Способ анализа с учетом матричных эффектов с помощью абсорбционных факторов эквивалентен способу теоретических поправок с использованием диагональных членов матрицы коэффициентов влияния K_{ii} , отражающих кривизну аналитических графиков определяемых элементов. Преимуществом этого способа является использование в качестве стандартов одноэлементных образцов ($C_i=100\%$), интенсивности аналитических линий которых являются константами для функционирующего в заданном режиме спектрометра. Уравнения решаются методом последовательных приближений с расчетом на каждой итерации коэффициентов P_i .

Применение абсорбционных факторов в уравнениях связи позволяет проводить градуировку анализируемого материала, для которого отсутствуют адекватные стандартные образцы состава. В этом случае для градуировки используются стандартные образцы другого референтного материала с последующим пересчетом наклонов градуировочных графиков через абсорбционные факторы.

При необходимости определения содержания одного элемента в известном материале без проведения градуировки можно использовать отношение интенсивности этого элемента в материале к интенсивности одноэлементного образца с коррекцией на абсорбционный фактор. Снижение погрешности определения с коррекцией по сравнению с определением без коррекции для хрома в углеродистых сталях в 20 раз, для хрома в легированных сталях более чем в 10 раз, для цинка в латунях более чем в 40 раз, для ниобия в цирконии более чем в 400 раз, для примесей свинца и серы в органике (краски, автомобильное топливо, нефть и нефтепродукты) в несколько тысяч раз.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРАХ ПО РАССЕЯННОМУ ИЗЛУЧЕНИЮ, ДИФРАКЦИОННЫМ ЛИНИЯМ И ФОРМАМ СПЕКТРАЛЬНЫХ ЛИНИЙ

Калинин Б.Д.

ООО «Прецизионные технологии», Санкт-Петербург, Россия

kalinin_boris@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_158

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) для определения количественного содержания элементов использует флуоресцентное излучение атомов, составляющих исследуемое вещество. Одна из основных проблем РФА – учет межэлементных влияний – успешно решается усилиями многих аналитиков. Тем не менее, остаются проблемы при реализации РФА, которые ограничивают применение метода.

Возможности РФА ограничены при определении элементов с малым атомным номером в связи с малой интенсивностью аналитических линий и незначительной глубиной выхода флуоресценции; невозможно также проводить определение элементов, у которых не существуют рентгеновские характеристические спектры (водород, гелий). Рассеяние первичного излучения (когерентное и некогерентное) является одной из причин возникновения фона, что ограничивает аналитические характеристики спектрометра. При наличии в анализируемом образце кристаллических соединений могут возникать дифракционные пики как отражение характеристических линий анода рентгеновской трубки от упорядоченных структур; эти пики затрудняют расшифровку спектров и идентификацию состава и могут накладываться на аналитические линии определяемых элементов. Наличие в анализируемом материале элемента с разной валентностью приводит к сдвигу спектральных линий, что затрудняет проводить точные определения аналита. Ограничения при определении элементов с малым атомным номером, рассеянное излучение, дифракционные пики и сдвиг спектральных линий в рамках рентгенофлуоресцентного метода анализа в большинстве случаев являются неустранимыми помехами. Однако, поскольку эти факторы обусловлены вполне определёнными физическими причинами, в ряде случаев можно получить дополнительную аналитическую информацию. Для этого на рентгенофлуоресцентном спектрометре достаточно измерять не рентгеновскую флуоресценцию, а рассеянное излучение, отражённое излучение от упорядоченных структур и форму спектральных линий. В докладе предложены отдельные решения по извлечению дополнительной аналитической информации при проведении измерений на рентгенофлуоресцентном спектрометре.

Существенно отличающаяся зависимость интенсивностей когерентно и некогерентно рассеянного излучения от атомного номера, особенно выраженная для элементов начала периодической системы элементов, предоставляет возможность определения матричных элементов в органических соединениях (водород, углерод, азот, кислород) и проводить идентификацию органических соединений. Измерения проводятся в области коротких и средних длин волн рентгеновского спектра, что обеспечивает достаточные скорости счёта измеряемых линий.

Измерение отражённых от упорядоченных структур линий первичного спектра рентгеновской трубки в области средних длин волн позволило определять содержание углерода в сталях при глубине выхода излучения, характерной для элементов середины периодической системы элементов.

Прецизионные измерения формы спектральных линий позволяют определять величину химического сдвига спектральных линий элемента, проводить вещественный анализ и проводить оценку соотношения содержания элемента в разных валентных состояниях в анализируемом образце.

**СПОСОБ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ
АБСОРБЦИОННЫХ ФАКТОРОВ НА РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРАХ
СЕРИЙ СПЕКТРОСКАН, БРА, СРМ**

Калинин Б.Д.

ООО «Прецизионные технологии», Санкт-Петербург, Россия

kalinin_boris@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_159

При реализации способа полуколичественного анализа с использованием абсорбционных факторов были применены уравнения вида:

$$C_i^0 = I_i / (I_{i0})$$

$$C_i^{(n+1)} = P_i^{(n)} I_i / (I_{i0} - I_i + P_i^{(n)} I_i) \quad P_i^{(n+1)} = C_i^{(n)} (J_{i0} - J_i) / [J_i (1 - C_i^{(n)})],$$

где I_{i0} и I_i - экспериментальные скорости счёта аналитических линий образца с содержанием элемента 100% и анализируемого образца; P_i - теоретические коэффициенты, зависящие от состава анализируемого образца; J_i и J_{i0} - теоретические интенсивности аналитических линий элемента в матрице и образца с содержанием элемента 100%. Для градуировки спектрометра использовались градуировочные образцы (ГО) с содержанием элемента 100%. Основное уравнение коррективы наложения спектральных линий:

$$I_i = I_i^{\circ} - a_i^j \times I_j,$$

где I_i° - измеренная скорость счёта аналитической линии i ; a_i^j - коэффициент наложения ($a_i^j = I_i^{j100} / I_j^{100}$ - измерения и расчёт в режиме градуировки); I_j - измеренная скорость счёта аналитической линии j ; I_i - скорректированная на наложение скорость счёта аналитической линии i .

Процедура градуировки общая для всех типов сплавов: измеряют скорости счёта аналитических линий в ГО и в контрольном образце (КО). В результате измерений получают интенсивности аналитических линий элементов в чистых образцах и интенсивности аналитических линий элементов в КО. По формуле:

$$R_j(KO) = I_j(KO) / I_{i0}$$

вычисляют отношения. Используя эту формулу в анализе можно восстановить скорости счёта аналитических линий элементов в ГО и учесть дрейф.

Отличие от традиционного способа фундаментальных параметров в том, что для каждого типа продуктов составлялась отдельная аналитическая программа с предварительным распознаванием типа продукта.

Способ анализа был реализован на малогабаритных кристалл-дифракционных сканирующих спектрометрах серии СПЕКТРОСКАН МАКС (СПЕКТРОСКАН МАКС-GV и СПЕКТРОСКАН МАКС-G, производства НПО «СПЕКТРОН», Санкт-Петербург) на энергодисперсионном спектрометре с полупроводниковым SDD детектором с охлаждением на основе эффекта Пельтье БРА-135 (производства НПП «БУРЕВЕСТИК», Санкт-Петербург) и на сканирующих каналах (воздушном и вакуумном) спектрометра общепромышленного назначения СРМ-35 (производства НПО «НАУЧПРИБОР», г. Орёл).

Для спектрометров серий СПЕКТРОСКАН и БРА были разработаны аналитические программы для анализа чугунов, сталей, сплавов чёрных металлов и для сплавов цветных металлов. Для спектрометра СРМ-35 кроме перечисленных типов сплавов были разработаны аналитические программы для анализа ферросплавов, руд, концентратов, шлаков и других продуктов, типичных для предприятий чёрной металлургии.

КИНЕТИКА ЭКСТРАКЦИИ РЗЭ РАСТВОРАМИ Д2ЭГФК В СТАТИЧНОЙ И ПРОТОЧНОЙ СИСТЕМАХ

Кизим Н.Ф., Голубина Е.Н.

Новомосковский институт

ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»,

Новомосковск, Россия

nphk@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_160

Для выделения, разделения и концентрирования веществ широкое применение в аналитической химии получила жидкостная экстракция. Экстракция редкоземельных элементов (РЗЭ) растворами ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты (Д2ЭГФК) сопровождается межфазными явлениями, а именно, возникновением и развитием спонтанной поверхностной конвекции (СПК), химическими реакциями, накоплением РЗЭ в динамическом межфазном слое (ДМС), структурообразованием в ДМС, частичным эмульгированием. Межфазные явления оказывают влияние на скорость экстракции РЗЭ.

В настоящем сообщении представлены результаты кинетических исследований экстракции РЗЭ растворами Д2ЭГФК при локальном колебательном воздействии в ДМС и в его отсутствии.

Экстракцию в статичной системе проводили в ячейке конусообразной формы; в проточной системе с ламинарно-текущими жидкостями – в ячейке цилиндрической формы с четырьмя штуцерами для ввода и вывода жидкостей и замкнутыми контурами водной и органической фаз. Как в статичной, так и проточной системах через заданное время опыт прекращали, фазы разделяли и фотоколориметрически определяли содержание РЗЭ в водной и, через стадию рекстракции, в органической фазах. При исследовании влияния локальных механических колебаний на скорость экстракции устанавливали виброэлемент, приводимый в движение вибратором, питание которого осуществлялось от генератора низкочастотных сигналов. До начала опыта на межфазную поверхность жидкость / воздух устанавливали виброэлемент, приводили его в движение, затем аккуратно по стенке ячейки приливали раствор Д2ЭГФК (в статичной системе) или приводили в движение органическую фазу (в проточной системе). Для оценки влияния внешних факторов на экстракцию при колебательном воздействии использовали коэффициент усиления экстракции (E), определяемый при заданном времени как соотношение концентраций РЗЭ в органической фазе при наличии механических колебаний и при их отсутствии.

Величина E при локальном колебательном воздействии определяется природой извлекаемого элемента, растворителя, частотой и амплитудой колебаний виброэлемента, скоростью движения жидкостей, начальными концентрациями извлекаемого элемента и экстракционного реагента. В статичной системе достигается 4÷5 кратное повышение скорости экстракции, а в проточной системе $2 \div 2,5$ в начальный период времени, т.е. когда интенсивность СПК высока. По мере снижения интенсивности СПК и повышения накопления РЗЭ в межфазном слое величина E снижается и достигает до 1,1÷1,2 (статичная система) и 1,9 (проточная система). В проточной системе межфазные образования частично увлекаются в органическую фазу, обновляя межфазную поверхность. При экстракции в проточной системе при наличии колебательного воздействия из-за меньшего накопления РЗЭ в ДМС и более низкой скорости формирования межфазной пленки, экстремальная точка на временной зависимости E менее выражена и смещается в область больших времен. В статичной и проточной системах локальное колебательное воздействие в ДМС препятствует формированию межфазной пленки.

Работа поддержана грантами Российского фонда фундаментальных исследований проект № 19-03-00194 и Правительства Тульской области ДС/160.

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОТБОРА ПРОБ ОТ СЛИТКОВ ЛИГАТУРНОГО ЗОЛОТА

Ковалева О.В., Япрынцева О.В., Карташов С.Ю.

Акционерное общество «Новосибирский аффинажный завод», Новосибирск, Россия
mail@affinaz.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_161

Опробование приемного сырья, содержащего драгоценные металлы, поступающего на аффинажные заводы проводится в большинстве случаев приемной плавкой с последующим отбором и анализом проб. Отбор проб от расплавов, получаемых в процессе плавки приемного сырья, является важной процедурой как для поставщика сырья, так и для аффинажного завода, являющегося переработчиком. Эта стадия, в числе других, определяет правильность расчета драгоценных металлов в поступившем сырье.

Вся процедура опробования сырья приемной плавкой включает в себя несколько стадий:

- Плавка сырья с флюсами в индукционной печи;
- Отбор пробы от расплава в конце плавки с получением слитка-пробы;
- Отбор пробы от полученного слитка-пробы;
- Анализ полученной лабораторной пробы.

Отбор пробы от расплава проводится в конце плавки или в процессе розлива различными методами:

- Вычерпыванием из расплава в конце приемной плавки;
- Выливом в изложницу для проб в середине розлива металла;
- Отбором расплава вакуумом в кварцевую трубку;
- Отбором нескольких слиточков малой массы;
- Пробой может быть сам слиток.

Любой из методов широко применяется, и самостоятельно оценивается с расчётом критериев, определяющих степень достоверности отбора представительной пробы.

Достоверное опробование возможно при равномерности получаемого расплава, которая обеспечивается:

- Интенсивным перемешиванием в процессе и в конце плавки;
- Составом полученного сплава.

Перемешивание расплава обеспечивается индукционным полем плавильной печи и дополнительным механическим перемешиванием в конце плавки.

Состав проплавляемого расплава определяется наличием компонентов в исходном сырье и применяемыми флюсами, обеспечивающими наиболее полное удаление примесей.

Равномерность расплава зависит от состава проплавляемого металла. Пригодными для опробования из расплавов являются системы с неограниченной взаимной растворимостью компонентов в жидком и твердом состояниях.

Твердые растворы образуются при кристаллизации жидких расплавов.

Неограниченной взаимной растворимостью в твердом состоянии обладают вещества, имеющие близкие значения атомных или ионных радиусов, энергии химической связи, сходное строение электронных оболочек и одинаковый тип кристаллической решетки (изоморфные вещества). Примерами таких систем могут служить:

- Золото-серебряные;
- Медно-серебряные;
- Золото-медные расплавы.

Другими словами, при проведении приемной плавки золотосодержащего сырья, в расплаве и полученных слитках хорошо смешиваются три компонента: золото, серебро и медь.

Присутствие других металлов и неметаллов приводит к ухудшению однородности полученных расплавов. Неравномерность получаемых слитков в этом случае обусловлена ликвацией.

Поскольку полученный при приемной плавке сплав не может состоять исключительно

из трех компонентов, а содержит кроме Au, Ag, Cu и некоторое количество других примесей, которые не удалось перевести в шлак, обеспечение достоверности отбора пробы для анализа является очень важной задачей.

Наиболее часто применяемым способом отбора лабораторной пробы от слитка до настоящего времени был и продолжает оставаться метод отбора пробы сверлением. Когда твердосплавным сверлом высверливается в нескольких местах стружка. Методы отбора при этом различные. Проба отбирается высверливанием в нескольких местах:

- на определенную высоту с нижней или верхней поверхности слитка;
- с верхней и с нижней поверхности слитка,
- отбирается несколько слитков, которые затем сплавляются, либо анализируется каждый.

Далее проводится анализ непосредственно стружки.

Анализ полученной пробы при этом проводится пробирным методом. Масса навески на анализ составляет 250-500 мг. Столь малые навески требуют высокой степени однородности анализируемого материала.

По причине ликвации, инструкции по отбору проб от пробного слитка содержат требования к высоте (не более 30 мм) и массе (не более 5 кг) слитка.

Наличие всех этих факторов ограничивают возможности при отборе проб, и ставит под сомнение высокую степень достоверности отбора пробы от слитка большей массы и высоты.

Устранить часть ограничений позволяет отбор пробы от всего сечения слитка. При этом проба полнее представляет весь слиток. Появляется возможность ее перемешивать и сокращать, как обычную сыпучую пробу. Кроме этого, можно отбирать пробу от слитков большей массы и высоты. Для усреднения и сокращения нужна не стружка, а мелкие опилки.

Нужно было подобрать станок, позволяющий пересекать слиток на всю высоту с получением мелких опилок.

Получить опилки можно от фрезы, ленточнопильного станка, либо другого оборудования.

Режущий инструмент должен обеспечивать получение опилок крупностью примерно минус 1-2 мм. Такой материал можно сокращать до необходимой массы и готовить представительные лабораторные пробы.

Для этого необходимо подобрать фрезы для фрезерного, либо пилы для ленточнопильного станка. При этом должны выполняться требования:

- легкость пропиливания лигатурного золото – серебряного сплава,
- получение мелких опилок,
- прочность режущего материала, выдерживающего много циклов использования.

Поскольку золото-серебро-медные сплавы являются мягкими и пластичными, для получения опилок необходимого размера важным также является отработка режимов резания:

- выбор режущего инструмента, его параметры и размеры (угол зуба, толщина ленты),
- определение необходимой глубины припуска,
- подбор скорости подачи режущего инструмента.

Сокращение отобранной пробы выполняется по стандартной схеме: 20-кратное перемешивание и квартование.

Для проверки достоверности полученных результатов было проведено сравнение проб, отобранных сверлом, фрезой и пилой от пробного слитка, которое показало правильность выполняемой процедуры.

Для определения содержания Au и Ag использовалась методика пробирного анализа, аттестованная метрологической службой «Институт Гипроникель». Показатели точности применяемой методики приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон массовых долей определяемых элементов					Показатель точности (границы, в которых находится погрешность при $P = 0,95$), $\pm \Delta_L$
Золото					
От	0,10	до	0,20	включ.	0,02
Св.	0,20	«	0,50	«	0,04
«	0,50	«	1,00	«	0,07
«	1,00	«	10,00	«	0,11
«	10,00	«	99,90	«	0,13
Серебро					
От	0,10	до	0,20	включ.	0,05
Св.	0,20	«	1,00	«	0,10
«	1,00	«	10,00	«	0,20
«	10,00	«	99,90	«	0,24

Была разработана и аттестована «Методика отбора проб от сплавов». В соответствии с ней слиток пропиливается на всю высоту. В зависимости от величины, формы и массы слиток пропиливается на все сечение, либо до середины слитка на всю высоту. Определяющим при этом является получение необходимой массы пробы.

Полученные опилки собираются, тщательно перемешиваются и сокращаются до необходимой массы квартованием. Крупность опилок контролируется при выборе инструмента (фрезы или пилы). Методика отбора проб от сплавов аттестована метрологической службой «Институт Гипроникель».

Показатели прецизионности опробования приведены в **таблице 2**:

Наименование компонента	Диапазон измерений массовых долей	Показатель прецизионности опробования (среднее квадратическое отклонение отбора и подготовки проб), $\sigma_{опр}$
Золото	От 0,10 до 99,90 включ.	0,02
Серебро	« 0,10 « 98,50 «	0,03

Кроме этого, проведен сравнительный анализ на определение золота и серебра лабораторных проб, отобранных от слитка – пробы и самих слитков массой до 30 кг. Расхождения не превышают нескольких сотых процента, что укладывается в показатели точности методики анализа. Из этого следует, что при таком отборе проб от слитков снимаются ограничения по массе и высоте слитка и допускается отбор пробы от слитков массой до 30 кг и высотой до 200 мм.

Следует отметить, что с переходом на представленную процедуру отбора и подготовки пробы от слитка, в полтора раза улучшились метрологические характеристики применяемой методики анализа, которые напрямую зависят от подготовки лабораторной пробы и составляют сегодня для золота 0,05-0,07%.

Выводы:

изменение процедуры отбора пробы от слитка лигатурного золота или серебра позволило:

- получать гомогенную пробу от всего сечения слитка,
- снять ограничения по массе и высоте слитка,
- улучшить метрологические показатели применяемой методики анализа.

Список литературы

1. Ю.А. Карпов, А.П. Савостин Методы пробоотбора и пробоподготовки. Момква, БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003.
2. В.З. Козин, О.Н. Тихонов Опробование, контроль и автоматизация обогатительных процессов. Москва, «Недра», 1990.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ

Г. БАРНАУЛА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Колесникова Т.И.^{1,2}, Пантюхина Д. О.^{1,2}, Темерев С. В.¹¹ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия²Институт химии и химико- фармацевтических технологий, Барнаул, Россия*kolesnikova.ccc@mail.ru*

DOI: 10.26902/ASFE-11_162

Метод инверсионной вольтамперометрии использован для анализа мышьяка в образцах снега, взятых в марте 2021 года на территории Барнаула. Снеговые керны отбирали в период максимального снегонакопления методом «конверта» по 5 – 10 кернов в каждой точке экологического мониторинга. Затем керны объединяли, перемешивали и взвешивали на технических весах. Далее образцы снежной массы таяли при комнатной температуре и фильтровали в атмосфере аргона через трековые мембраны, предварительно взвешенные на аналитических весах. Фильтраты подкисляли хлороводородной кислотой до pH менее 2,0. Фильтры с твердыми частицами снега выдерживали до постоянной массы под ИК лампой. Фильтрат и осадок анализировали отдельно. Фильтрат анализировали с помощью Ауралового электрода и анализатора ЭКОТЕСТ ВА (Москва). Сорбированные твердой компонентой снега формы мышьяка десорбировали смесью минеральных кислот серной, азотной хлороводородной.

Результаты химического анализа водорастворимых и десорбированных в кислотный минерализат форм мышьяка представлены в таблице 1.

Содержание мышьяка в снеговых талых водах использовано для расчета химической нагрузки на русловую сеть Оби в период снегового паводка 2021 года.

Таблица 1 – Концентрация мышьяка в компонентах снега

Точка отбора	Концентрация As (мкг/мл)	
	Фильтрат	Кислотный минерализат (пересчет с учетом мутности)
Ж.Д.Вокзал	(3,40 ± 0,03) мкг/мл	(5,70 ± 0,02) мкг/мл
ТРЦ «Galaxy»	(2,38 ± 0,01) мкг/мл	(14,0 ± 0,05) мкг/мл
Набережная р. Барнаулки	(2,00 ± 0,01) мкг/мл	(9,75 ± 0,05) мкг/мл

МЕМБРАННЫЕ ТЕСТ-СИСТЕМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОЧАСТИЦ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ АПТАМЕРАМИ, ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ СВИНЦА И РТУТИ В ВОДЕ

Комова Н.С., Берлина А.Н., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б.

ФГУ Институт биохимии им. А. Н. Баха, Федеральный исследовательский центр «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН, Москва, Россия
nad4883@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_163

Высокая токсичность ионов ртути и свинца и риски для здоровья человека, обусловленные их поступлением в окружающую среду из различных природных и антропогенных источников, обуславливают необходимость детектирования этих ионов в питьевой воде, продуктах питания, воздухе и почве. Классические аналитические методы требуют дорогостоящего оборудования и сложной пробоподготовки. Поэтому востребованы разработки чувствительных, быстрых и простых в применении методов [1]. Для внелабораторного контроля различных аналитов успешно применяются мембранные иммунохроматографические тест-системы, в которых контакт мультимембранного композита с тестируемой пробой инициирует движение предварительно иммобилизованных реагентов и специфические взаимодействия, приводящие к формированию окрашенных зон.

В работе рассматривается применение в мембранных тест-системах аптамеров – олигонуклеотидов, отобранных по способности селективно связывать определенные соединения. Генерацию детектируемого окрашивания обеспечивает применение аптамеров, конъюгированных с наночастицами золота. Для обеспечения высокой интенсивности оптического сигнала используется конъюгат белкового носителя и аминокислоты (АФБК) - реагента, улавливающего комплекс наночастица – аптамер – ион металла. Данный конъюгат наносится в аналитическую зону тест-полоски, что позволяет контролировать наличие ионов свинца или ртути в пробе, тогда как в контрольную зону наносится комплекс конъюгата и контролируемого иона.

Проведенная разработка мембранных тест-систем для определения ионов свинца и ртути в воде включала сравнительную характеристику и отбор селективных аптамеров, синтез наночастиц золота и их конъюгирование с отобранными аптамерами, получение конъюгата бычьего сывороточного альбумина с АФБК, изготовление тест-полосок и сравнение их аналитических характеристик при разных соотношениях реагентов. Проведена характеристика полученных конъюгатов методами просвечивающей электронной микроскопии, динамического рассеяния света, а также зарегистрированы их спектры поглощения. Установлены концентрационные и кинетические зависимости для взаимодействия реагентов в предлагаемых тест-системах.

Предложенные тест-системы обеспечивают выявление до 1 нг/мл для обоих металлов в воде. Продолжительность тестирования составляет 5 мин.

Список литературы

1. Berlina AN, Zherdev AV, Dzantiev BB (2019) Progress in rapid optical assays for heavy metal ions based on the use of nanoparticles and receptor molecules. *Microchimica Acta* 186 (3):172

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект №19-44-02020).

СОДЕРЖАНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ЛИСТЯХ РАСТЕНИЙ, ВЫРАЩЕННЫХ НА ГИДРОПОННЫХ УСТАНОВКАХ

Крайник В.В., Макаров П.Н., Самойленко З.А.

БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

kraynikvika@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_164

Для обеспечения населения свежими овощами во внесезонный период, активно развивается направление «городские фермы», т.е. выращивание продуктов прямо в городах, либо в подземных боксах, либо в закрытых теплицах гидропонным способом [1]. Данные технологии особенно актуальны для выращивания овощных культур в северных регионах, где 90% продукции растениеводства является привозной, значительная часть которой портится в процессе транспортировки.

В этой связи большой научный интерес вызывает количественный анализ содержания аскорбиновой кислоты (АК) в листьях растений, выращенных на гидропонных установках. Объектами исследования служила биомасса растений, выращенных в лаборатории Сургутского государственного университета на многоярусной гидропонной установке с системой подтопления, в субстрате из минеральной ваты.

В таблице представлены результаты спектрофотометрического определения [2] содержания АК в листьях зеленных культур различных семейств.

Семейство	Культура, сорт	$C_{AK}([3])$, мг%	C_{AK} , сред., мг%
Астровые	Салат (<i>Lactuca sativa</i>), сорт Caipira	25±3 (15)	28
	Салат (<i>Lactuca sativa</i>), сорт Crispinet	31±5 (15)	
Зонтичные	Петрушка (<i>Petroselinum crispum</i>)	119±10 (150)	120
	Укроп (<i>Anethum graveolens</i>) сорт Goldkrone	102±14 (100)	
	Укроп (<i>Anethum graveolens</i>) сорт Greensleeves	138±3 (100)	
Яснотковые	Бasilik (<i>Ocimum basilicum</i>) сорт Rosie	257±7	204
	Бasilik (<i>Ocimum basilicum</i>) сорт Emily	151±3	
Капустные	Рукола (<i>Eruca sativa</i>) сорт Coltivata	36±5	65
	Кориандр (<i>Coriandrum sativum</i>) сорт Marino	95±9	
Амарантовые	Шпинат (<i>Spinacia oleracea</i>) сорт Shelby	184±10	184

Как видно из представленных данных, содержание АК в листьях растений, выращенных на гидропонных установках, соотносится с таковым для растений, выращенных традиционным способом (имеющиеся литературные данные указаны в скобках). Максимальное количество АК наблюдается у представителя семейства яснотковые – базилик, минимальное количество у представителя семейства астровые – салат.

Список литературы

1. Федоренко В.Ф. Колчина Л.М., И.С. Горячева. Мировые тенденции технологического развития производства овощей в защищенном грунте - 2-е изд. М.: Изд-во Юрайт, 2020. 199 с.
2. Методы анализа витаминов: Практикум. Сост. Чупахина Г.Н., Масленников П.В. Калининград: Изд-во КГУ, 2004. 36 с.
3. Химический состав российских пищевых продуктов: Справочник. Под ред. Член-корр. МАИ, проф. Скурихина И.М. и академика РАВМН, проф. Тутельяна В.А. М.: ДеЛи принт, 2002. 236 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ПРОДУКТОВ КОРРОЗИИ В ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫХ КОНСТРУКЦИЯХ ПРИ ПОМОЩИ СПЕКТРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

Кузнецов А.А., Волкова Н.В., Шарапова Я.В.

ФГБОУ ВО «Омский государственный университет путей сообщения», Омск, Россия

wolf.volkova@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_165

Контактная сеть является важной частью комплекса электрифицированной железной дороги, работающая в тяжелых климатических и эксплуатационных условиях. Основной причиной снижения прочностных характеристик железобетонных опор контактной сети является коррозия стальной арматуры в данных опорах. Она подвергается воздействию агрессивных сред, таких как хлориды, сульфаты, нитраты и другие соли, а также воздействию перепадов температуры окружающей среды, осадков, токов утечки, нагревания проводов и т.д. [1].

Надежность контактной сети не имеет резерва, и потому к ней предъявляются высокие требования, в том числе к основному элементу – опоре. Падение опор вызывает обрыв проводов контактной сети, что вызывает нарушение режима движения поездов и может стать причиной человеческих жертв [2]. Поэтому контроль железобетонных конструкций является актуальной задачей современности.

В настоящее время наблюдение за коррозионной агрессивностью среды используется только в качестве общей профилактической меры [3]. Учитываются данные об изменении агрессивности атмосферы, грунтов и грунтовых вод, о наличии блуждающих токов и их величине. Дополнительная оценка проводится при видимых изменениях среды, например, повышения уровня грунтовых вод или засоления грунтов, и при обнаружении коррозионных повреждений бетона опор и фундаментов.

Для арматурных стержней в бетоне опасными веществами, вызывающими коррозию, являются ионы хлора, т.к. они разрушают пассивную пленку арматуры. Накопление хлористого натрия в порах бетона приводит к его разрушению. Таким образом, наличие хлоридов связано с процессом развития коррозии и потому их концентрации стоит уделять должное внимание.

Для определения концентрации хлора необходим метод, не требующий забора проб для работы в полевых условиях. Таким методом может стать лазерная искровая эмиссионная спектроскопия (LIBS – Laser-Induced Breakdown Spectroscopy). Данный метод обладает высокой чувствительностью и с высокой точностью определяет изменение концентрации веществ в железобетонных конструкциях.

Приводятся результаты экспериментальных исследований распределения концентраций продуктов коррозии, выделившихся на поверхности бетона. Дано описание образцов для градуирования приборов спектрального анализа, а также эксперименты на образцах с различной степенью коррозии. Исследована зависимость порогового значения концентрации продуктов коррозии ($C_{пор}$) на поверхности с уменьшением поперечного сечения арматуры, что является показателем её дефектности.

Список литературы

1. Алексеев С. Н. Долговечность железобетона в агрессивных средах. / С. Н. Алексеев, Ф. М. Иванов, С. Модры, П. Шисль – М.: Стройиздат, 1990. – 320 с.
2. Подольский В.И. Железобетонные опоры контактной сети. Конструкция, эксплуатация, диагностика. – М.: Интекст, 1996. – 120 с.
3. Вазем И. В., Пономарев А. В. Анализ существующих методов диагностирования коррозионного состояния железобетонных опор контактной сети // материалы второй Всерос. научн.-техн. конф. с междунар. участ. «Приборы и методы измерений, контроля качества и диагностики в промышленности и на транспорте» // Омский гос. ун-т пут. сообщен. 2016. С. 220–225.

**ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ В ПРИБРЕЖНЫХ ДОННЫХ ОСАДКАХ И
ВОДОРΟΣЛЯХ ВОСТОЧНОЙ ЧАСТИ ФИНСКОГО ЗАЛИВА**

Левит Р.Л., Кудрявцева В.А., Шигаева Т.Д.

ФГБУН «Санкт-Петербургский Федеральный исследовательский центр Российской академии наук», Санкт-Петербург, Россия

Санкт-Петербургский научно-исследовательский центр экологической безопасности РАН,
Санкт-Петербург, Россия
valenkud@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_166

Восточная часть Финского залива испытывает большое антропогенное воздействие из-за загрязняющих веществ, поступающих с водосборного бассейна (прежде всего со стоком Невы). Дополнительную опасность для прибрежной зоны представляют действующие и строящиеся портовые комплексы, нефтяные терминалы, очистные сооружения, дамба, гидротехнические работы, крупнотоннажное судоходство.

В течение ряда лет (2014-2019 гг.) проводили комплексное исследование прибрежной зоны залива, в ходе которого определяли валовые концентрации Zn, Cd, Pb, Cu, Fe, Mn, Al и P в поверхностных слоях донных осадков (ДО) и воде, концентрации подвижных форм тяжелых металлов (ТМ), а также концентрации ТМ в водорослях. Анализы ТМ выполняли методами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и инверсионной вольтамперометрии.

Образцы ДО и воды отбирали на 14 станциях, расположенных на северной и южной сторонах Финского залива от Выборга до Лужской губы. Гранулометрический анализ показал, что ДО в основном состоят из песчаных фракций, содержание органического вещества – 0,2-0,8%, глинистых фракций – менее 6%. Донным осадкам свойственна низкая сорбционная способность по отношению к ТМ (менее 10 мкмоль/г), что предопределяет высокую вероятность вторичного загрязнения воды. Уровни загрязнения ДО металлами в 2019 году (в мкг/г): Zn (10-30) > Pb (5-20) > Cu (3-10) >> Cd (0,05-0,3). По сравнению с 2014 г. загрязнение осадков Zn и Cu снизилось, а Pb и Cd – сохранилось на прежнем уровне. На основании корреляционных связей между элементами можно предположить, что основные источники загрязнения ДО связаны с береговой эрозией, ливневыми стоками, разложением водорослей. Расчеты экологических критериев показали, что экологическая опасность ДО, обусловленная аккумуляцией ТМ, в настоящее время относительно невысока, однако, если процесс накопления ТМ продолжится, токсические эффекты могут проявиться, причем более уязвимыми являются водные экосистемы южного побережья залива. Вклады отдельных элементов в общую экологическую опасность ТМ в донных осадках образовали ряд: Zn (3%) < Pb (6%) < Cu (11%) << Cd (80%), откуда следует, что накопление Cd осадками представляет высокую угрозу экологической безопасности водоемов.

Анализ концентраций ТМ в водорослях *Cladophora glomerata*, *Ulva intestinalis*, *Fucus vesiculosus*, отобранных в местах разрастания, показал, что водоросли активно поглощают ионы металлов из водной среды и активность поглощения зависит от природы элемента и вида водорослей. Сорбционные способности высушенных водорослей составляют 30-300 мкмоль/г, что значительно выше сорбционных способностей ДО. Таким образом, в местах с высокой биопродуктивностью могут наблюдаться дополнительное накопление металлов в ДО и возникновение очагов загрязнения прибрежных вод из-за гипоксии и выхода металлов из разлагающейся биомассы. Так как концентрации ТМ в водорослях отражают общую картину загрязнения водоема биодоступными формами металлов, целесообразно использовать водоросли в программах экологического мониторинга.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА МЕТОДОМ КАТОДНОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИЛейтес Е.А., Ширшова Е.Ф.

ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия

*leites-elena@yandex.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_167**

Для определения кобальта используют ряд физико-химических методов: фотометрических, атомно-абсорбционный, атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой, потенциометрический, вольтамперометрический. Известные методики вольтамперометрического определения кобальта (II) предполагают, в основном, применение ртутьсодержащих индикаторных электродов, поэтому практическое значение имеет разработка вольтамперометрических методик определения кобальта (II) с применением электродов другого типа. При этом стоит обращать внимание на стоимость, экспрессность и экологическую безопасность анализа.

Целью данной работы является разработка методики определения кобальта методом катодной вольтамперометрии на углеродистом электроде.

В качестве фонового раствора для изучения поведения кобальта выбран универсальный буферный раствор Бриттона-Робинсона, который позволяет получить растворы с диапазоном Ph от 1.81 до 11.98.

Пик кобальта (II) методом катодной вольтамперометрии зарегистрирован на фоне универсального буферного раствора при потенциале +0,45 В. Наибольшую величину аналитического сигнала получили при рН = 11,98, что и использовали для исследования. Наибольшие значения тока пика регистрируются при начальном потенциале в интервале (0,70 – 1,00) В с максимальным значением тока пика при потенциале равном 0,80 В. При потенциалах начала развертки меньше 0,60 В и больше 1,15 В сигнал кобальта практически не выражен. При данных условиях кобальт можно определять в интервале концентраций $n \cdot 10^{-3}$ - $n \cdot 10^{-4}$ М.

Из литературных данных известно, что в присутствии комплексообразующих веществ в растворе можно снизить определяемую концентрацию исследуемого компонента. Для определения кобальта в качестве комплексообразующего вещества выбран антипирин. При добавлении в исследуемый раствор кобальта антипирина происходит увеличение тока пика кобальта. Антипирин может оказывать такое влияние, возможно, за счет адсорбции его или его комплексного соединения с кобальтом на поверхности электрода, приводящее к облегчению электровосстановления кобальта (II) на поверхности электрода.

В присутствии антипирина при рН 8,00 – 9,00 ток пика кобальта в присутствии антипирина наибольший. Показано, что в присутствии антипирина определяемая концентрация кобальта может быть снижена и составляет $n \cdot 10^{-6}$ М.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛИЗАРИНА КРАСНОГО S

Липских О.И.¹, Павленко М.¹, Короткова Е.И.¹, Воронова О.А.¹, Липских М.В.²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

²ООО «НИОСТ», Томск, Россия

lipskih-olga@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_168

Ализарин красный S (Alizarin Red S) относится к красителям антрахинонового ряда (Рис. 1а) и применяется в химической промышленности качестве кислотно-основного индикатора, реагента для фотометрического определения некоторых катионов металлов, а также в гистологии и гистохимии [1]. Кроме того, широкое применение Ализариновый красный S находит в текстильной промышленности, где его используют в качестве протравного красителя. Однако, любые красители, пигменты, в том числе Ализариновый красный S, представляют собой проблемную группу веществ, попадающих в сточные воды и почву с отходами различных видов промышленности [2]. Поэтому определение содержания красителей в природных объектах является актуальной задачей для экологического мониторинга загрязнения окружающей среды.

Одним из методов, позволяющих проводить определение Ализаринового красного S, является метод вольтамперометрии, основанный на регистрации сигнала его электроокисления в буферном растворе Бриттона-Робинсона при pH 2,0 на стеклоуглеродном электроде. Измерения проводятся на вольтамперометрическом анализаторе ТА-2 (Томьаналит, г. Томск) в трёхэлектродной ячейке. В качестве вспомогательного и электрода сравнения применяются хлоридсеребряные электроды, заполненные 1М раствором KCl.

При этом интенсивность сигнала существенно зависит от кислотности среды. С увеличением pH фонового электролита происходит значительное уменьшение тока электроокисления красителя. С помощью вольтамперометрии с линейной разверткой потенциала была построена градуировочная характеристика, линейность которой соблюдается в диапазоне концентраций от 1 до 15 мкМ с уравнением регрессии $y=2,995x-1304$ и коэффициентом корреляции 0,9983 (Рис. 1б).

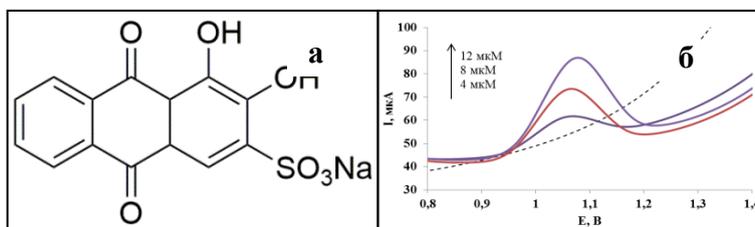


Рисунок 1 а) Структурная формула Ализарина красного S;
б) Вольтамперограммы электроокисления Ализарина красного S
в буферном растворе Бриттона-Робинсона pH 2,0; W=100 мВ/с.

Список литературы

1. Fain V.Y., Zaitsev B.E., Ryabov M.A. Metal complexes with alizarin and alizarin red S: Electronic absorption spectra and structure of ligands // Russian journal of coordination chemistry. – 2004. – V. 30. – No. 5. – Pp. 365-370.
2. Ghaedia M., Najibia A., Hossainiana H., Shokrollahia A., Soylak M. Kinetic and equilibrium study of Alizarin Red S removal by activated carbon // Toxicological & Environmental Chemistry. -2012. - V. 94. - No. 1. Pp. 40–48.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ЧНФ в рамках научного проекта № 19-53-26001.

ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ СУЛЬФОЭТИЛИРОВАНИЯ ПОЛИАЛЛИЛАМИНА НА СКОРОСТЬ ДОСТИЖЕНИЯ РАВНОВЕСИЯ СОРБЦИИ ХЛОРИДНЫХ КОМПЛЕКСОВ ИОНОВ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

Лопунова К.Я., Алифханова Л.М., Петрова Ю.С., Неудачина Л.К.

ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Екатеринбург, Россия
lopunova.97@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_169

Сорбционные методы разделения и концентрирования в последнее время играют важную роль в аналитической химии благородных металлов, позволяя значительно упростить состав анализируемой пробы и понизить предел их определения. Важнейшей характеристикой любого сорбента, определяющей возможность его применения на практике, является скорость достижения равновесия при сорбции.

Целью работы является изучение кинетики сорбции ионов благородных и переходных металлов сульфоэтилированным полиаллиламином, сшитым эпихлоргидрином, со степенями модифицирования 0.5 и 1.0 (СЭПАА 0.5 и СЭПАА 1.0, соответственно). Сорбент синтезирован в ИОС УрО РАН под руководством к. х. н. Пестова А. В. путем полимераналогичных превращений полиаллиламина.

Сорбционный эксперимент проводили методом ограниченного объема при pH 4.0 из солянокислых растворов. Изучена сорбция палладия (II), платины (IV), меди (II), кадмия (II), никеля (II), кобальта (II), цинка (II), магния (II) при их совместном присутствии в растворе. Концентрации ионов металлов в растворах до и после сорбции определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии на спектрометре iCAP 6500.

Установлено, что исследуемые сорбенты преимущественно извлекают ионы палладия (II) во всем исследуемом диапазоне времен контакта фаз (см. рис. 1). Равновесие в системах «раствор солей металлов - сорбент» устанавливается в течение 120 минут. Однако значительные количества ионов металлов сорбируются СЭПАА уже в первые минуты контакта фаз. В течение первых 5 минут сорбентами в значительной степени извлекаются медь (II) и никель (II), но в дальнейшем наблюдается подавление их сорбции ионами благородных металлов.

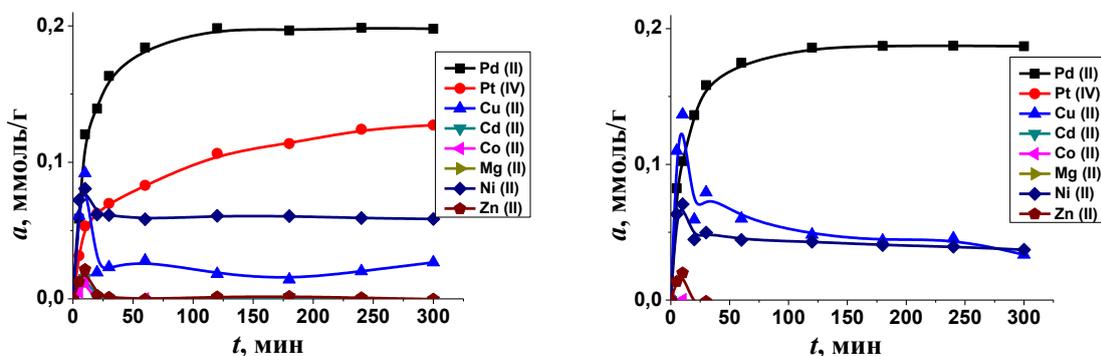


Рисунок 1 – Интегральные кинетические кривые сорбции ионов металлов СЭПАА

Показано, что возрастание степени сульфоэтилирования полиаллиламина приводит к значительному возрастанию селективности палладия (II) по сравнению с платиной (IV). Так при увеличении степени модифицирования сорбента от 0.5 до 1.0 равновесная степень извлечения палладия (II) уменьшается от 88 до 83 %, платины (IV) – от 52 до 0 %.

Работа выполнена при финансовой поддержке постановления № 211 Правительства Российской Федерации, контракт № 02.А03.21.0006.

МАГНИТНАЯ ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ

Максимова В.В., Моходоева О.Б., Дженлода Р.Х., Шкинев В.М., Спиваков Б.Я.
 ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
 Москва, Россия
 mvd0603@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_170

Магнитную твердофазную экстракцию (МТФЭ) широко используют в пробоподготовке при анализе различных неорганических и (био)органических материалов. Магнитные сорбенты, управляемые под действием внешнего магнитного поля, позволяют избежать стадий центрифугирования и фильтрации растворов. Использование МТФЭ открывает новые возможности для организации процесса в проточном варианте.

В данном исследовании разработан новый способ синтеза магнитных наночастиц [1], позволяющий проводить одновременно модифицирование их поверхности полимерной оболочкой и ионными жидкостями. Для этих целей использовали двухфазные водные системы на основе полиэтиленгликоля (ПЭГ) и различных фазообразующих солей (сульфата, карбоната, ацетата аммония/натрия и др.). Синтез наночастиц осуществляется на границе раздела фаз полимерно-солевой системы. Экспериментально определены концентрации и соотношения прекурсоров и ионных жидкостей для получения модифицированных наночастиц магнетита, ферритов (кобальта, магния).

Синтезированные сорбенты использовали для твердофазной экстракции платиновых металлов из солянокислых растворов в статических и динамических условиях. Изучена МТФЭ платины(IV) и палладия(II) в зависимости от кислотности раствора, природы и количества удерживаемой на твердой фазе ионной жидкости, времени контакта фаз/скорости пропускания раствора, исходной концентрации металлов, в том числе в присутствии других компонентов, таких как Rh(III), Au(III), Cu(II), Ni(II) и др.

Разработан способ селективного выделения платины(IV) и палладия(II) с использованием сорбента на основе магнетита, модифицированного хлоридом тригексил(тетрадецил)фосфония Cyphos IL 101 ($\text{Fe}_3\text{O}_4@P\text{ЭГ}@Cyphos\ IL\ 101$), удерживаемого в колонке с помощью переменного магнитного поля (рис.): 0.1 М HCl, [Pt, Pd] = 1-25 нг/мл, V = 10-20 мл, m = 0.02 г, скорость пропускания раствора 0.5-1 мл/мин, элюент 2% HNO₃.

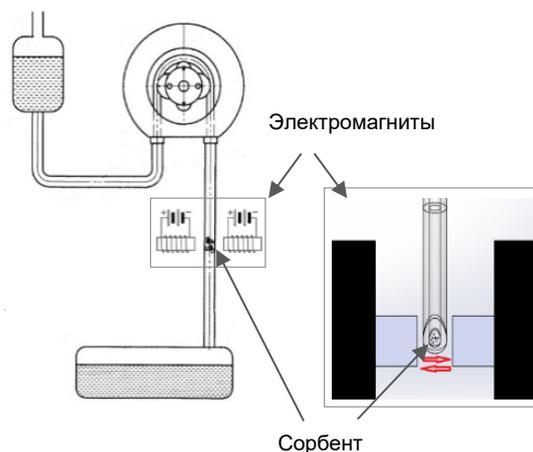


Рис. Схема магнитной установки для МТФЭ

Список литературы

1. Shkinev V.M., Zakhodyaeva Y.A., Dzenlod R.K., Mokhodoeva O.B., Voshkin A.A. Synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles at the interface of the polyethyleneglycol ammonium sulfate–water extraction system // Mendeleev Commun. 2017. № 27. P. 485-486.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, проект № 19-03-00551-а.

**ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ РАСПОЗНАВАНИЕ СОРТОВ МЕДА
НА ОСНОВЕ МГК-АНАЛИЗА ВРЕМЕННЫХ РЯДОВ ТОКОВ**Максютова Э.И.¹, Сидельников А.В.²¹ФГБОУ ВО «Башкирский государственный университет», Уфа, Россия²ФГБОУ ВО Уфимский государственный нефтяной технический университет, Уфа, Россия*elzasha@gmail.com***DOI: 10.26902/ASFE-11_171**

В последнее время большой интерес в аналитической химии вызывают мультисенсорные системы, позволяющие экспрессно идентифицировать природу многокомпонентных жидких и газовых смесей с использованием методов хемометрики. По аналогии с биологическими прототипами такие системы получили название «электронных языков», «электронных носов». Особенность мультисенсорных систем такого типа, с точки зрения практического применения, связана с возможностью обучать их распознаванию многокомпонентных смесей, минуя стадии качественного и количественного анализа исследуемого объекта. В данной работе предложены новые подходы к формированию многомерных аналитических сигналов для обучения вольтамперометрических систем типа «электронный язык» на основе временных рядов токов. Для сбора многомерной информации обычно применяются классические подходы, предусматривающие регистрацию массива данных объемом выборки по каждому сенсору порядка 10-30 значений. Это делается для оценки воспроизводимости с использованием нормального распределения.

В последние годы интерес представляют методы сбора информации предусматривающие большие объемы данных. Первоначально такие подходы (или как их называют Big Data) начали применять в макроэкономике, бизнесе и на предприятиях для извлечения скрытой информации, накапливаемой в течение продолжительного времени протекания тех или иных процессов. В концепции Big Data временной фактор является одним из определяющих при расшифровке внутренних/скрытых закономерностей в массивах данных. При составлении обучающей матрицы большие массивы данных формируются в виде временных рядов, объем которых достигает тысячи и миллионы значений. Токи, формируемые в условиях непрерывного функционирования вольтамперометрических сенсоров, представляют собой временные ряды, которые в рамках концепции Big Data использовали в работе для распознавания многокомпонентных растворов продукции пчеловодства.

В работе показано, что непрерывная регистрация вольтамперограмм (до нескольких сотен циклов регистрации вольтамперограмм) является необходимым условием для сборки аналитической информации и надежного распознавания близких по химическому составу сортов меда. При большом объеме выборки поверхность рабочего электрода под действием приложенного напряжения претерпевает многократные структурные изменения. В условиях протекания фарадеевских токов окисления/восстановления химических компонентов электрода и исследуемого раствора на границе раздела фаз в матрице временных рядов накапливается полезная аналитическая информация. В работе показано, что образцы меда различного происхождения формируют различную структуру (кластеры) во временных рядах токов в условиях непрерывной регистрации циклических вольтамперограмм.

В данной работе подобраны рабочие условия и определены аналитические характеристики сенсорных систем (чувствительность и специфичность) при вольтамперометрическом распознавании монофлерных и полифлерных образцов меда.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 19-33-90191.

ОСОБЕННОСТИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА АЛКОГОЛЬНЫХ И БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ

Мальцев А.С.^{1,2}, Юсупов Р.А.¹, Бахтеев С.А.¹

¹ФГБОУ ВО Казанский национальный исследовательский технологический университет, Казань, Россия

²ФГБУН Институт земной коры СО РАН, Иркутск, Россия
artemmaltssev1@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_172

Разработка методик определения химического состава пищевой продукции, в частности содержания эссенциальных и токсичных элементов в алкогольных и безалкогольных напитках, является важной задачей для обеспечения контроля качества и безопасности продукции. В данном исследовании рассмотрены основные проблемы и их решения при анализе напитков методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии с полным внешним отражением (TXRF). Сложная органическая матрица, содержащая высокий процент углеводов, этанола и других органических соединений, является основной проблемой при анализе напитков. Были рассмотрены два способа пробоподготовки: прямой (без предварительной подготовки образца) и кислотное разложение. Для оценки выполнения критерия тонкого слоя определены физические характеристики высушенных проб на подложках после применения каждого из способов подготовки и установлены значения поверхностной плотности. Полученные значения сравнили с теоретическими, исходя из расчета массовых коэффициентов поглощения для матрицы $C_{12}H_{22}O_{11}$, и установили, что для количественного определения легких ($14 < Z < 20$) элементов подходит только способ кислотного разложения. При прямом анализе образца отмечено влияние матричных эффектов поглощения первичного рентгеновского излучения [1]. Наличие эффектов поглощения подтверждает экспоненциальная зависимость, полученная путем построения зависимостей разности концентраций при прямом анализе и разложении проб. Данные, полученные при использовании способа углового сканирования, позволили определить, что при прямом анализе пробы не обеспечивается полное внешнее отражение. Поэтому, применение метода TXRF с использованием пробоподготовки образца без разложения матрицы приводит к утрате преимуществ метода, заключающиеся в высокой чувствительности и одновременном определении широкого круга элементов. Проведенное исследование показывает, что метод TXRF успешно применяется при определении концентраций Al, P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Pb в диапазоне мкг/л – мг/л в алкогольных и безалкогольных напитках после разложения матрицы.

Список литературы

1. Мальцев, А.С., von Bohlen, А., Юсупов, Р.А., Бахтеев, С.А. (2019). Оценка аналитических возможностей рентгенофлуоресцентной спектроскопии с полным внешним отражением при анализе напитков с матрицей сахаразы. Аналитика и контроль, 23(4), 483-493.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-90192. Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН.

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИСИЛОКСАНА

Мельник Е.А.^{1,2}, Холмогорова А.С.¹, Неудачина Л.К.¹, Демиденко Д.А.¹,
Тупасов И.Р.¹, Пузырев И.С.³

¹ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
Екатеринбург, Россия

²УНИИМ-филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Екатеринбург, Россия

³Институт органического синтеза УрО РАН, Екатеринбург, Россия
ea-melnik@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_173

В настоящей работе для селективного извлечения и концентрирования серебра (I), палладия (II) и золота (III) с последующим определением их методом атомно-абсорбционной спектроскопии предложен сорбент, представляющий собой полисилоксановую матрицу с привитыми группами рубеановодородной кислоты (ДТОАП).

Исследуемый сорбент синтезирован с применением золь-гель технологии и аттестован методами элементного анализа и ИК-спектроскопии. В ходе изучения сорбции серебра (I), палладия (II), платины (IV) и золота (III) из многокомпонентных систем установлено, что ДТОАП количественно извлекает серебро (I) в широком диапазоне pH; золото (III), платина (IV) и палладий (II) в наибольшей степени извлекаются в кислой среде на фоне присутствующих в растворе p- и d-металлов. На основании полученных результатов разработаны методики селективного и количественного извлечения серебра (I) и палладия (II) из многокомпонентных систем, а также комбинированные сорбционно-атомно-абсорбционные методики определения этих элементов в водных растворах с применением ДТОАП. Апробация разработанных методик проведена на реальных объектах: питьевой воде, полупроводниковой пасте, элементах радиоламп, растворах активаторов. Кроме того, проведение сорбции в динамическом варианте позволило определить условия для селективного разделения ионов металлов в системах палладий (II) – платина (IV), серебро (I) – палладий (II) и серебро (I) – золото (III). Предложенные аналитические методики апробированы на модельных растворах.

С целью объяснения селективных свойств ДТОАП к сорбции серебра (I), палладия (II), платины (IV) и золота (III) нами исследовано комплексообразование в системе рубеановодородная кислота – ион металла.

Спектрофотометрическим методом изучена кинетика процесса, определена кислотность среды, отвечающая наибольшему образованию комплекса, состав и константы устойчивости. Полученные результаты по влиянию кислотности среды на комплексообразование совпадают с результатами экспериментов по сорбции ионов благородных металлов дитиооксимирированным полисилоксаном. Кроме того, рассчитанные значения условных констант устойчивости рубеанатов металлов подтвердили ряд селективности ДТОАП к сорбируемым ионам: серебро (I) > золото (III) > медь (II) > никель (II). Метод изомолярных серий и молярных отношений позволил установить соотношение компонентов в комплексе и предположить структуру образующихся соединений. Метод ИК-спектроскопии, используемый в отношении рубеанатов металлов на поверхности полисилоксана, подтвердил структуру комплексных соединений.

Работа выполнена при финансовой поддержке постановления № 211 Правительства Российской Федерации, контракт № 02.А03.21.0006.

**АНАЛИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ПРИРОДНЫХ ГЛИКОЗИДОВ
В-АМИРИНА – MUKOROSI И QUILLAJA SAPONARIA
МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Мироненко Н.В., Калмыкова А.С., Смусева С.О., Селеменев В.Ф.

Воронежский государственный университет

svetlana_smuseva@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_174

Возрастающее с каждым годом число синтетических препаратов не снижает перспективу использования природных соединений. Благодаря широкому спектру биологической активности (адаптогенное, антиоксидантное, противомикробное, диуретическое, гемолитическое, гипогликемическое и др. действия) лидирующее положение среди подобных веществ занимают тритерпеновые сапонины [1-2].

Наиболее приемлемыми для анализа как сапонинов, так и их агликонов являются хроматографические методы, позволяющие не только отделить сапонины от сопутствующих продуктов в процессе их получения, но и разделить их на индивидуальные близкие по структуре соединения. Несмотря на высокую эффективность ВЭЖХ в химическом анализе высокомолекулярных веществ остаются задачи, связанные с простым и оперативным контролем их присутствия в объекте, и в этом случае наиболее приемлемым является метод тонкослойной хроматографии. Целью настоящей работы являлась разработка способа идентификации сапонинов Mukorossi и Quillaja Saponaria методом тонкослойной хроматографии.

В ходе проведенных исследований по выбору оптимальных параметров хроматографирования были установлены: состав подвижной фазы, обеспечивающий оптимальное разделение индивидуальных тритерпеновых сапонинов, детектирующий реагент. Получаемые хроматограммы обрабатывались программой Денситометр. При анализе сапонинов Quillaja Saponaria рекомендовано использование подвижной фазы бутанол-этанол-аммиак в соотношении 7:2:5. При исследовании сапонинов Mukorossi рекомендуется использование подвижной фазы н-бутанол-вода-уксусная кислота в соотношении 4:5:1. Выбранные составы позволяют контролировать процесс полноты извлечения сапонинов из растительного сырья и оптимизировать методику их гидролитического расщепления в условиях экспрессного анализа. Рассчитаны параметры хроматографического разделения: высота и число теоретических тарелок, полярность подвижных фаз по Снайдеру, селективность разделения. В качестве детектирующих реагентов, обладающих высокой чувствительностью к исследуемым соединениям, рекомендован спиртовой раствор фосфорно-молибденовой кислоты. В качестве реагента, селективно окрашивающего зоны сапонинов и их агликона, был выбран 0,2% раствор пара-оксибензальдегида в 1М H₂SO₄.

Полученные результаты и литературные данные позволили идентифицировать структуры индивидуальных соединений сапонинов и обосновать механизм их удерживания в неподвижном слое сорбента.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ВУЗам в сфере научной деятельности на 2020-2022 годы, проект № FZGU-2020-0044.

Список литературы

1. Vincken J.-P., Heng L., A. de Groot, Gruppen H. // *Phytochemistry*. 2007. №68. P.275-297.
2. Rodríguez-Díaz M., Delporte C., Cartagena C., Cassels B. K. // *Journal of pharmacy and pharmacology*. 2011. №63. P.718-724.

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЙВАНИЯ СВЕТА
(ФОТОННОЙ КОРРЕЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ) ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
РАДИУСА АССОЦИАТОВ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ СОЕДИНЕНИЙ –
ТРИТЕРПЕНОВЫХ САПОНИНОВ В ВОДНОМ РАСТВОРЕ**

Мироненко Н.В., Смусева С.О., Калмыкова А.С., Селеменев В.Ф.

Воронежский государственный университет

svetlana_smuseva@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_175

Новым направлением в создании материалов является получение самоорганизующихся структурированных на микро- и наноуровнях систем с уникальными свойствами. Движущими силами самоорганизации являются нековалентные межмолекулярные взаимодействия различной природы: гидрофобные, водородные связи, ван-дер-ваальсовы взаимодействия. Мицеллообразующие поверхностно-активные вещества (ПАВ) являются примерами таких систем.

Целью работы было исследование размеров агрегатов сапонины в водных растворах различных концентраций $0,43 \cdot 10^{-3}$ - $2,17$ ммоль/дм³ (прибор Zetasizer Nano). Было установлено, что для каждой концентрации наблюдаются изменения размеров частиц в пределах от 499 до 2200 нм. Изменение концентрации растворенного вещества приводит к нелинейному изменению размеров системы. По-видимому, это связано с динамическим характером мицеллярной микрофазы, т. е. способностью к полиморфным превращениям.

Анализируя данные динамического рассеяния света в области разбавленных концентраций, можно отметить, что наблюдается бимодальная функция распределения. Следовательно, в водном растворе сапонины существуют агрегаты нескольких размеров.

Очевидно, что в образовании наноассоциатов принимают участие молекулы воды, т. к. молекул только растворенного вещества просто недостаточно для образования агрегатов фиксируемого размера. Таким образом, можно предположить, поскольку размеры частиц в разбавленных растворах лежат в пределах от 400 нм до 1500 нм, то в области низких концентраций сапонины наблюдаются ассоциаты различных размеров, образованные гидратированными молекулами углеводной части сапонины, которые имеют динамический характер. Существование определенной структуры разбавленных растворов ПАВ-сапонины свидетельствует скорее о перестройке агломератов в области ККМ (критической концентрации мицеллообразования), а не о первоначальном формировании сферических мицелл в растворе.

Выявлено существование структур с гидродинамическими радиусами 1-50 нм, $r = 51$ -100 нм и $r = 101$ -250 нм в разбавленных растворах.

Начиная с концентрации $0,26$ ммоль/дм³, в мицеллярном водном растворе сапонины наблюдается бимодальное поведение корреляционной кривой, следовательно, можно сделать вывод о том, что помимо имеющихся агрегатов появляются агрегаты, размеры которых больше 50 нм. Возможно, проявляемые биологические эффекты могут быть объяснены с позиции структурообразования в растворе.

Список литературы

1. Mitra S., Dungan S. R. // J. Agric. Food Chem. 2001. Vol. 49. № 9. P. 384–394.
2. Mitra S., Dungan S. R. // J. Agric. Food Chem. 1997. Vol. 45. № 5. P. 1587–1595.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ВУЗам в сфере научной деятельности на 2020-2022 годы, проект № FZGU-2020-0044.

СЕЛЕКТИВНОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ИОНОВ ПАЛЛАДИЯ(II), ПЛАТИНЫ(IV) И РОДИЯ(III) ИЗ РАСТВОРОВ СЛОЖНОГО СОСТАВАМоходоева О.Б.¹, Эрлих Г.В.¹, Буслаева Т.М.², Боднар Н.М.², Марютина Т.А.¹¹ООО «Инжиниринговый центр МФТИ», Долгопрудный, Россия²РТУ МИРЭА, Москва, Россия*mokhodoeva.ob@cet-mipt.ru*

DOI: 10.26902/ASFE-11_176

Сочетание современных методов элементного анализа с сорбционным концентрированием обеспечивает надежное определение металлов платиновой группы в объектах со сложным матричным составом. К настоящему времени для этих целей синтезировано большое количество сорбентов на основе различных полимеров, неорганических оксидов, углеродных и других материалов. Сорбенты должны отвечать требованиям высокой селективности, эффективности извлечения платиновых металлов и на стадии сорбции, и на стадии элюирования, устойчивости в кислых средах, а также многократности использования, предпочтительно в динамических условиях.

Общепризнанно [1], что наилучшую селективность и эффективность извлечения ионов металлов из сложных по составу растворов обеспечивает так называемая технология молекулярного распознавания (ТМР), использующая сорбенты на основе кремнезема с химически привитыми органическими лигандами макроциклического и/или линейного строения [2]. В настоящей работе мы описываем способ сорбционной пробоподготовки анализируемых технологических растворов, содержащих платину, палладий и родий, на основе ТМР.

Разработанные нами сорбенты на основе кремнезема с химически привитыми замещенными алкиларилсульфидами [3] обеспечивают извлечение ионов палладия(II) из растворов 0.1 – 4 М HCl, содержащих до 90 г/л хлорид-иона и 10⁴-10⁵-кратные избытки макрокомпонентов, и последующее количественное элюирование палладия аммиачным буферным раствором (рН 10). Сорбент на основе кремнезема с химически привитым полиэтиленимином [4] может быть использован для селективного выделения ионов платины(IV) и родия(III) из растворов 0.1 – 6 М HCl и их разделения на стадии элюирования 5%-м раствором тиомочевины в 0.01 М HCl и 20%-м раствором хлорида аммония, соответственно.

Разработан способ пробоподготовки сложных растворов с использованием хроматографических колонок диаметром 8 мм, наполненных синтезированными сорбентами, имеющими оптимальные фазово-структурные характеристики с точки зрения гидролитической стабильности, ненабухаемости и скорости сорбции. Высокая селективность выделения целевых компонентов подтверждена опытами на реальных растворах переработки медно-никелевых шламов. Показано, что стабильность работы предлагаемых сорбентов сохраняется в течение не менее 10 циклов сорбции-десорбции.

Список литературы

1. Ehrlich H.V., Buslaeva T.M., Maryutina T.A. Trends in Sorption Recovery of Platinum Metals: A Critical Survey // Russ. J. Inorg. Chem. 2017. V. 62. V. 14. P. 1797-1818.
2. Буслаева Т.М., Боднар Н.М., Громов С.П. и др. Роль макроциклического эффекта в комплексообразовании палладия(II) с лигандами, закрепленными на твердом носителе // Изв. Академии наук. Серия химическая. 2018. № 7. С. 1190-1195.
3. Патент РФ 2698656 С1 Сорбент и его использование для извлечения ионов палладия, Эрлих Г.В., Буслаева Т.М., Марютина Т.А. и др. Заявл. 25.02.2019, Оpubл. 28.08.2019.
4. Патент РФ 2703011 С1 Способ селективного извлечения ионов платины из хлоридных растворов, Эрлих Г.В., Буслаева Т.М., Мингалев П.Г. и др. Заявл. 30.04.2019, Оpubл. 15.10.2019.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦЕФУРОКСИМА И ЦЕФОПЕРАЗОНА В СОЕДИНЕНИЯХ С МЕТАЛЛАМИ

Новикова Г.В., Демина А.В.

Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

galina-n@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_177

Цефуроксим и цефоперазон – цефалоспориновые антибиотики II и III поколения, хорошо зарекомендовали себя в лечении против грамотрицательных и грамположительных бактерий (Рис.1). Бактерицидное действие антибиотиков связано с подавлением синтеза клеточной стенки бактерий.

На фармацевтических предприятиях цефуроксим и цефоперазон определяют с помощью ВЭЖХ согласно ГОСТу, с последующим пересчетом на форму кислоты. Присутствие в соединении ионов металлов не позволяет использовать данный метод количественного определения антибиотиков. Альтернативным способом определения является элементный анализ на углерод, водород, серу и азот, однако данный метод не показывает, происходит ли частичное разрушение антибиотика.

Предложена методика спектрофотометрического определения цефуроксима и цефоперазона в растворе. Исследуемые препараты (натриевые соли антибиотиков) растворяли в фосфатном буфере с pH=6,5. Измерение оптической плотности (A) растворов проводили в диапазоне длин волн 220-450 нм, использовали кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя (*l*) 1 см, в качестве раствора сравнения - фосфатный буфер. При построении градуировочного графика готовили растворы антибиотиков с концентрациями в интервале от $1 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л. На рисунке 2 приведены электронные спектры поглощения антибиотиков. Использовали оптические плотности растворов при длинах волн равных 228, 263 нм для цефоперазона и 275 нм для цефуроксима, что соответствовало пикам максимума поглощения. Из градуировочных графиков были определены значения молярных коэффициентов экстинкции (ϵ) для цефоперазона: 20942 л/(моль·см) при 228 нм, 13887 л/(моль·см) при 263 нм; для цефуроксима: 7831 л/(моль·см) при 275 нм. При определении содержания антибиотиков в соединениях с металлами, ионы металлов предварительно удалялись из раствора.

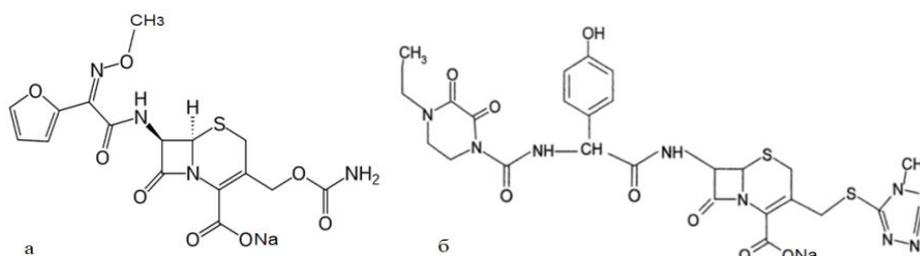


Рис. 1 Графическая формула цефуроксима (а) и цефоперазона (б)

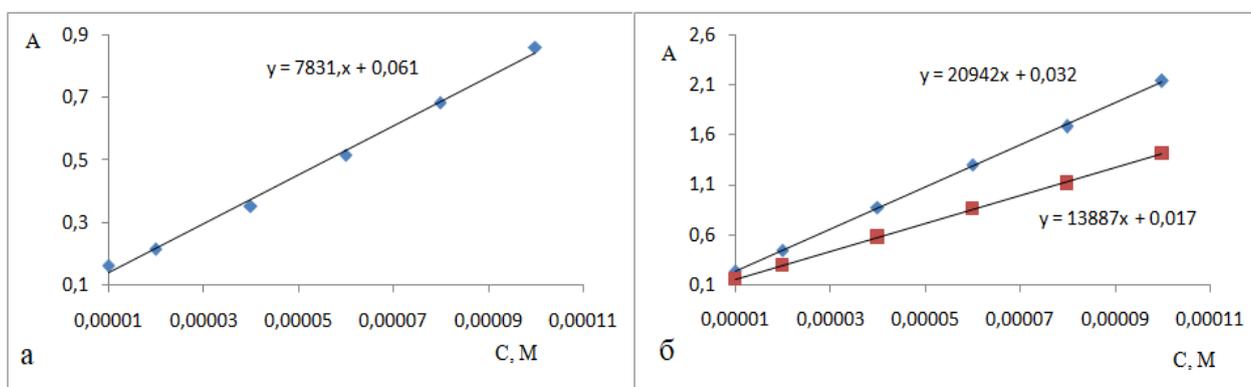


Рис. 2 Градуировочные графики для определения цефуроксима (а) и цефоперазона (б)

ОСОБЕННОСТИ СВОЙСТВ ОРГАНО-НЕОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ МЕЗОПОРИСТОГО И СЛОИСТОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯНовикова (Нефедова) Т.Н.^{1,2}, Ресснер Ф.², Селеменев В.Ф.³¹Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия²Ольденбургский университет имени Карла фон Осецкого, Ольденбург, Германия³Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

TNephedova@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_178

Органо-неорганические композиты на основе диоксида кремния – материалы, успешно применяемые в хроматографии, для разделения и выделения биологически активных веществ, а также в каталитических реакциях тонкого органического синтеза. Эффективность использования этих композитов обусловлено как условиями проведения процесса, так и свойствами самих гибридных материалов, исследование которых является важной и востребованной задачей.

Композиты были получены химической модификацией неорганической основы – мезопористого МСМ-41 (Clariant, Germany), микро-мезопористого SBA-15 и слоистого магадита – 3-аминопропилтриметоксисиланом. Синтез SBA-15 осуществлялся гидротермальным методом [1]. Модификация магадита проводилась в два этапа [2].

Тип структуры материала и успешность результата прививки аminosилана к поверхности неорганической основы устанавливались методами рентгеновской дифракции и ИК-спектроскопии диффузного отражения.

Оценка площади поверхности по БЭТ и размеров пор по ВЖ в синтезированных кремнеземах до и после модификации позволила получить информацию не только об их структурообразующих свойствах, но и дополнительное свидетельство в пользу эффективности процесса химической модификации.

По термограммам композитных материалов было найдено, что процесс их разложения состоит из десорбции воды, разрушения органического слоя с восстановлением свободных силанольных групп и распада, связанных водородной связью силанольных групп с дальнейшим дегидроксилированием. Установлено, что синтезированные органо-неорганические композиты на основе МСМ-41, SBA-15 и магадита сохраняют свои свойства при $T \leq 330^\circ\text{C}$ - обладают высокой термической устойчивостью, что значительно их отличает от органических аналогов (анионообменников).

Исследование каталитических свойств гибридных материалов в реакции альдольной конденсации масляного альдегида показало, что новые композиты проявляют свойства основных катализаторов. Наибольшей каталитической активностью обладают композитные материалы на основе мезопористого МСМ-41 и микро-мезопористого SBA-15 по сравнению с таковым на основе слоистого магадита.

Список литературы

1. Zhao H., Hu J., Wang J., Zhou L., Liu H., Acta Phys.-Chim. Sin., 2007, Vol. 23, Iss. 6, 801-806.
2. Нефедова Т.Н., Томе А.Г., Шретер Ф., Селеменев В.Ф., Ресснер Ф., Сорбционные и хроматографические процессы, 2017, Т. 17, Вып. 5, 741-749.

Авторы выражают благодарность Prof. Dr. Schwieger, University of Nuremberg - Erlangen, Germany за предоставленные для исследования образцы синтезированного Na-Магадита.

Проект выполнен при финансовой поддержке в рамках совместной программы Германской службы академических обменов и Минобрнауки РФ «Михаил Ломоносов», проекты государственного заказа No.11.7137.2013, 4.10002.2017/5.2, 4.13418.2019/13.2 (730000Ф.99.1.БВ10АА00006).

СРАВНЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК Ge и Si ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ДЕТЕКТОРОВ В РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОМ АНАЛИЗЕ

Образовский Е.Г.¹, Сен Н.И.^{1,2}, Терентьева Я.С.¹

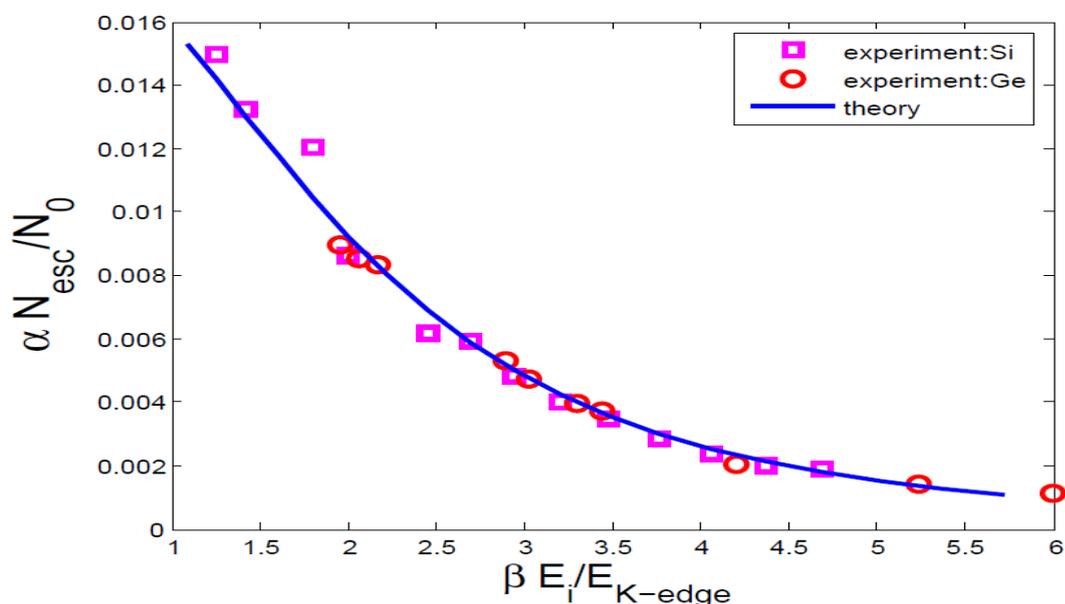
¹Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия

²ООО «Центр технологий Лантан», Бердск, Россия
e_obrazovskii@ngs.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_179

Энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный метод анализа находит широкое применение благодаря высокой экспрессности, многоэлементности и неdestructивности процесса анализа. Аналитическим сигналом служит характеристическое рентгеновское излучение, регистрируемое полупроводниковым, обычно **Si(Li)**-детектором. Однако эффективность регистрации **Si(Li)**-детектора толщиной 3-5 мм быстро уменьшается для рентгеновского излучения с энергией $E > 30-35$ КэВ. Поэтому для определения элементов с большим атомным номером целесообразно применять Ge-детекторы, эффективность регистрации которых близка к геометрической для энергий рентгеновского излучения до 100 КэВ при толщине детектора 5-7 мм. В этой области энергий (30-100 КэВ) энергетического разрешения Ge-детектора даже лучше, чем у спектрометров с кристалл-анализатором с дисперсией по длинам волн.

Сравнение характеристик детекторов из разных материалов (не только **Si(Li)** и Ge-детекторов, но и перспективных детекторов – **CdTe**, **HgI₂**), может быть проведено на основе анализа зависимости коэффициентов фотоэлектрического поглощения от энергии рентгеновского излучения. Эти данные могут быть представлены универсальной зависимостью после соответствующего преобразования масштаба. В качестве примера на рисунке приведен единый теоретический график для сравнения пиков вылета для **Si**- и **Ge**-детекторов и экспериментальные результаты. Исходные данные отличаются более чем на порядок, однако после масштабного преобразования (коэффициенты α , β на осях) хорошо согласуются друг с другом и с универсальной теоретической зависимостью.



СРАВНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПОКСИДНЫХ ГРУПП В ТВЕРДОФАЗНЫХ МАТРИЦАХ ДЛЯ ИНДИКАТОРНЫХ ЭКСПРЕСС-ТЕСТОВ

Островская В.М., Красная Л.В., Бородин Н.В.

ФАУ «25 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии
Министерства обороны Российской Федерации», Москва, Россия

ostrigic@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_180

Твердофазные эпоксицированные матрицы (ТЭМ) предложены для ковалентной иммобилизации на них хромогенных аналитических реагентов (ХАР) с получением индикаторных полос (ИП) и наполнителей для индикаторных трубок (ИТ), с использованием которых проводили эффективное концентрирование следовых количеств аналитов в жидких средах и достигали предела обнаружения 0.5–1 ppm и селективной индикации ракетного горючего (в местах падения отделяющихся частей ракет-носителей в Якутии) [1], металлов [2, 3], лекарств [4]. Синтез ТЭМ проводили действием на протоно-донорную матрицу 1-хлор-2,3-эпоксипропаном в присутствии катализатора межфазного переноса 15-краун-5. Методом ИК-Фурье спектроскопии на двулучевом спектрометре Nicolet 6700, с помещением исследуемого продукта на кристалл ZnSe приставки НПВО Smart iTR изучены образцы ТЭМ и закрепленные на них ХАР. В спектре ТЭМ наблюдались характеристические полосы поглощения, присущие связям С-С и С-О в эпоксидной группе: ν_s 1261 cm^{-1} и ν_{as} 980, 940, 920, 910 cm^{-1} . Взаимодействие модификатора осуществлялось с гидроксильными группами целлюлозы, расположенными у шестого атома глюкопиранозного кольца, что подтверждалось уменьшением интенсивности полосы 1030 cm^{-1} и увеличением интенсивности полосы 1063 cm^{-1} . Определено 0.5–1 мг-экв/г эпоксидных групп (ЭГ) в ТЭМ по ГОСТ 12497-76, титрованием бромистым водородом. Однако после прививки ХАР на ТЭМ и образования его продукта с аналитом статическая обменная емкость (СОЕ) привитого ХАР была намного ниже. По-видимому, закрепление ХАР осуществлялось на поверхности ТЭМ в форме монослоя. Разработан метод определения активных ЭГ, для чего навеску ТЭМ пропитывали раствором индикатора пропилового красного (ПК) {2-[4-(ди-*n*-пропиламиро)-фенилазо]-бензойной кислоты}, в этаноле, отделяли ТЭМ с сорбированным ПК и подвергали химическому закреплению при 125°C, затем отмывали незакрепленную часть ПК, образовывался твердофазный цветной индикатор (ТЦИ). По коэффициенту молярного поглощения ПК $\epsilon_{\text{max}}=2.73 \cdot 10^4$ л/моль·см при λ_{max} 503 нм вычисляли содержания ПК в исходном, остаточном и промывном растворах и закрепленного ПК в ТЦИ. Получали график зависимости количества активных ЭГ, связанных с ПК, от коэффициента отражения ТЦИ. Данный график и минирефлектометр были использованы для оценки СОЕ и сроков хранения ТЭМ. Таким образом предложен метод оценки эпоксицированной матрицы в качестве подложки для ковалентной иммобилизации реагентов.

Список литературы

1. Островская В.М., Маньшев Д.А., Давидовский Н.В. Оперативное тестовое определение 1,1-диметилгидразина в поверхностных водах и грунтах. // Аналитика и контроль. 2000. Т. 4. № 2. С. 198.
2. Островская В.М. Реагентные индикаторные бумажные тесты (РИБ-Тесты) с ковалентно иммобилизованными формазаминами и родственными соединениями / В кн. Прогресс в химии формазамина: синтез-свойства-применение. Под ред. Липунова И.Н., Сигейкина Г.И. М.: Научный мир, 2009. С. 237.
3. Островская В.М., Шпигун Л.К., Решетняк Е.А., Щепилов Д.О., Балак Г.М. Индикаторные трубки на основе полиденатных гидразон- и формазан-диасорбов для определения металлов в водах // Вода: химия и экология. 2017. № 7. С. 72.
4. Островская В.М., Шпигун Л.К., Шушеначев Я.В. Индикаторная полоса РИБ-Диазо-Тест для индикаторного средства по определению подлинности лекарственного вещества. Пат. № 2680391 РФ // Б.и., 2019, № 5.

**ГАРМОНИЗАЦИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ГРУППОВОГО УГЛЕВОДОРОДНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛОЙ НЕФТИ**

Панюкова Д.И., Савонина Е.Ю., Марютина Т.А.

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

daria.paniukova@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_181

Одним из наиболее простых и распространенных способов разделения нефтяного сырья на углеводородные (УВ) группы в лабораторных условиях является SARA-анализ методом колоночной адсорбционной хроматографии. Данный метод основан на разделении образца нефти на четыре аналитические группы соединений: насыщенные УВ, ароматические УВ, смолы, асфальтены. Однако этот метод имеет ряд недостатков: длительность выполнения анализа, отсутствие стандартизированных методик, высокий расход растворителей, отсутствие автоматизации и т.д.

Альтернативным методом определения группового состава нефтей является тонкослойная хроматография с пламенно-ионизационным детектированием (ТСХ-ПИД), реализуемая, в частности, на хроматографе марки IATROSCAN по стандартной методике IP 469. Стоит отметить, что стандарт IP 469 предназначен только для анализа тяжелых нефтепродуктов и нефтяного сырья с температурой кипения 300°C. Кроме того, IP 469 позволяет определять смолы и асфальтены в виде фракций, называемых «полярные I и II». «Полярные I» – это соединения с низкой молекулярной массой, содержащие азот, серу, кислород (например, бензохинолины, карбоновые кислоты, фенолы, металлопорфирины), «полярные II» – это соединения, нерастворимые в гептане, аналогичные, но не идентичные асфальтенам. Разделение высокополярных компонентов по такому принципу не дает возможность провести количественную оценку УВ состава образца в отличие от классического SARA-анализа. В связи с этим возникает необходимость гармонизации хроматографических методов определения группового УВ состава различных нефтей и нефтепродуктов. Для данной цели в настоящем исследовании начаты работы с применением реальных объектов.

В качестве анализируемого образца выбрана нефть Ашальчинского месторождения ($\rho=966\pm 10\text{кг/м}^3$), что обусловлено высоким содержанием в ней асфальтенов, необходимых для последующего исследования. Проведен классический SARA-анализ данной нефти (асфальтены выделяли в соответствии с IP 143). Чистоту каждого полученного компонента оценивали с помощью ТСХ-ПИД для их использования в приготовлении калибровочной смеси. Начаты исследования, направленные на подбор элюентов, определение коэффициентов чувствительности и выявления ряда особенностей процесса разделения этих компонентов.

Полученный массив данных ляжет в основу создания универсальной методики определения группового УВ состава тяжелых нефтей методом ТСХ-ПИД, применяемых в качестве сырья процессов облагораживания, в том числе методом сольвентной деасфальтизации.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект №18-29-06044 мк.

РАЗДЕЛЕНИЕ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ СОРБЕНТАМИ НА ОСНОВЕ СУЛЬФОЭТИЛИРОВАННЫХ АМИНОПОЛИМЕРОВ

Петрова Ю.С., Капитанова Е.И., Синельщикова А.Р., Неудачина Л.К.

ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Екатеринбург, Россия
*petrova.yu.s@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_182**

Во многих случаях необходимой стадией при определении благородных металлов в составе различных объектов является их разделение и концентрирование с использованием ионообменных и/или комплексообразующих сорбентов. Применение таких материалов на стадии пробоподготовки позволяет значительно упростить состав элюата по сравнению с исходной пробой, а также повысить чувствительность определения. Поиск селективных сорбентов для избирательного извлечения отдельных ионов металлов до сих является актуальной задачей.

Целью работы является разработка способов селективного концентрирования ионов благородных металлов (платины (IV), золота (III) и палладия (II)) в виде их хлоридных комплексов сорбентами на основе сульфоэтилированных аминополимеров. В качестве объектов исследования выступали: сшитый глутаровым альдегидом сульфоэтилированный хитозан (СЭХ), сшитый диглицидиловым эфиром диэтиленгликоля сульфоэтилированный полиэтиленимин (СЭПЭИ). Синтез сорбентов описан в [1,2].

Свойства исследуемых материалов охарактеризованы в статических и динамических условиях в зависимости от различных факторов (природы аминополимерной матрицы, степени ее сульфоэтилирования, условий сорбционного эксперимента) по отношению к хлоридным комплексам ионов благородных металлов: палладия (II), платины (IV), золота (III). Селективность сорбентов изучена в растворах различного состава: двух-, трех- и многокомпонентных (содержащих ряд сопутствующих ионов переходных металлов – меди (II), никеля (II), кобальта (II), цинка (II)). Выявлена закономерность возрастания селективности сорбции палладия (II) и золота (III) в присутствии платины (IV) с возрастанием степени сульфоэтилирования аминополимера.

Предложен способ разделения хлоридных комплексов ионов благородных металлов в статических условиях с использованием сорбента на основе сульфоэтилированного полиэтиленимина путем варьирования кислотности исследуемого раствора. Данный способ предполагает поэтапное извлечение палладия (II) и золота (III) с их последующей десорбцией солянокислым раствором тиомочевины. Платина (IV) при этом остается в растворе. Применение сорбента на основе сульфоэтилированного хитозана позволяет осуществлять разделение палладия (II) и платины (IV) в динамических условиях. При этом десорбция палладия (II) достигается в более мягких условиях – при использовании 3.5 М соляной кислоты. Предложенные способы разделения и концентрирования благородных металлов могут лечь в основу методик их сорбционно-спектроскопического определения.

Список литературы

1. Yu.S. Petrova; A.V. Pestov; M.K. Usoltseva et al. Selective adsorption of silver(I) ions over copper(II) ions on a sulfoethyl derivative of chitosan // J. Hazard. Mater. 2015, V. 299. P. 696-701.
2. Е. И. Капитанова, Е. О. Землякова, А. В. Пестов и др. Сульфоэтилированный полиэтиленимин: синтез в геле и сорбционные свойства // Изв. Академии наук. Серия химическая. 2019. № 6. С. 1252-1256.

Работа выполнена при финансовой поддержке постановления № 211 Правительства Российской Федерации, контракт № 02.А03.21.0006.

ДИНАМИЧЕСКОЕ ГАЗОЭКСТРАКЦИОННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА УРОВНЕ ПДК ДЛЯ АНАЛИЗА ВОЗДУХА

Петрунина А.Р., Родинков О.В., Грета М.Е., Бугайченко А.С.

Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета,

Санкт-Петербург, Россия

sashagorbacheva@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_183

Обязательным условием обеспечения экологической безопасности является химический анализ атмосферного воздуха населенных мест и воздуха жилых и административных зданий. В настоящее время практически отсутствуют готовые методические решения и средства получения стандартных газовых смесей (СГС) высокотоксичных органических соединений с концентрациями на уровне предельно допустимых концентрацией (ПДК) в указанных объектах. СГС необходимы, прежде всего, для адекватной проверки правильности разработанных методик анализа воздуха. Известные способы получения СГС подобных соединений (фенол, изомерные крезолы, пентанол-1 и др.) либо слишком длительны и трудоемки, либо позволяют получать СГС с концентрациями целевых компонентов, многократно превосходящими их ПДК. Наиболее простым методом получения СГС с заранее заданными концентрациями целевых компонентов, в частности, на уровне ПДК является динамическая газовая экстракция, основанная на равновесном распределении этих компонентов между жидкой фазой и потоком газа-экстрагента [1].

Цель настоящей работы – выявление закономерностей и оценка возможностей динамической газовой экстракции летучих органических соединений из жидких растворов применительно к генерированию СГС с заданными концентрациями этих соединений.

Установлено, что, варьируя концентрацию целевых компонентов в водной фазе C_L в диапазоне от 1 мг/л до 1 г/л, можно задавать концентрации аналитов в потоке генерируемой СГС (C_G), исходя из условия межфазного равновесия:

$$C_G = C_L/K,$$

где K – коэффициент межфазного распределения целевого компонента, равный отношению его концентраций в жидкой и газовой фазе при равновесии и который в указанном концентрационном диапазоне приобретает характер константы и не зависит от концентрации компонента. По мере пропускания потока газа-экстрагента через раствор целевого компонента его концентрация в генерируемой СГС уменьшается по уравнению:

$$C_G = C_G^0 \exp\left(-\frac{W_G t}{V_L K}\right) \quad (1),$$

где C_G^0 – концентрация целевого компонента в начальный момент времени $t = 0$; W_G – объемная скорость потока газа-экстрагента; V_L – объем раствора целевого компонента. При прочих равных условиях, чем больше K , тем в меньшей степени изменяется C_G . Согласно уравнению (1), при использовании 1 л водных растворов целевых компонентов объемы генерируемых СГС, в которых концентрация отвечает условию $C_G/C_G^0 > 0,98$, составляют для фенола ($K = 52000$) – 1030 л, для *m*-крезола ($K = 56000$) – 1100 л, для бутанола ($K = 4700$) – 93 л и для пентанола-1 ($K = 4100$) – 81 л. Значения K даны для 20°C. Дополнительная возможность для увеличения объема генерируемой СГС с практически постоянной концентрацией целевых компонентов возникает за счет её разбавления газом-разбавителем (очищенным воздухом). При разбавлении объемы СГС возрастают прямо пропорционально степени разбавления. Разбавление (до 100 раз) в работе осуществляли с помощью автономного формирователя газовых потоков ФГП («Хроматэк-Кристалл»).

Список литературы

1. Платонов И.А. и др. Методы и средства приготовления стандартных газовых смесей // Журнал аналитической химии. 2018. Т. 73. № 2. С. 83–105.

Авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку настоящей работы (грант № 20-03-00285).

**ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ
СТАНДАРТНЫХ ЖИДКИХ СРЕД С ИЗВЕСТНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ АНАЛИТА**

Платонов И.А.¹, Брыксин А.С.¹, Лабаев М.Ю.¹,
Минахметов Р.А.¹, Ефимов Е.Г.², Никишин И.А.²

¹ФГАОУ ВО Самарский национальный исследовательский университет

им. ак. С.П. Королева, Самара, Россия

²ООО «Планима трассерс», Самара, Россия

pia@ssau.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_184

В иерархии задач аналитической химии приготовление смесей с известной концентрацией аналита занимает не последнее место. Этот факт обусловлен потребностями не только в метрологической оценке измерений и калибровке аналитического оборудования, но и необходимостью создания модельных сред для ускоренных испытаний и изучения реакций и процессов, оценки эффективности катализаторов, создания искусственных атмосфер. Таким образом, потенциальные потребители смесей известного состава не ограничиваются только химиками-аналитиками, а включают широкий круг специалистов различных областей науки и производства.

Одним из способов создания систем известного состава является использование хромато-десорбционных систем (ХДС), представляющих из себя матрицу с внедренным индикаторным веществом, которое десорбируется в нормированных концентрациях в исследуемую среду [1-2].

Целью настоящей работы являлась разработка способа получения и тестирование хроматодесорбционных систем (ХДС) для получения стандартных сред с известным содержанием аналита.

В качестве матрицы для создания ХДС были выбраны полимерные композиционные материалы, включая наноразмерные материалы с различным содержанием аналита. Для оценки физико-химических и аналитических возможностей работы ХДС использовали установку для динамической экстракции. В экстрактор помещали известное количество монолитного композиционного наноразмерного материала с известным содержанием аналита. В условиях динамической экстракции различными растворителями при температурах 50-120°C и давлении 50-200 атм. проводили десорбцию аналита из ХДС.

В процессе работы были получены экспериментальные кривые десорбции водорастворимых аналитов из полимерного композиционного материала ХДС. Установлены наиболее оптимальные условия получения стандартных жидких смесей при различных условиях эксплуатации системы путем последующего анализа фракций методами газовой и жидкостной хроматографии.

Список литературы

1. Платонов И.А., Родинков О.В., Горбачева А.Р., Москвин Л.Н., Колесниченко И.Н. методы и средства приготовления стандартных газовых смесей // Журнал аналитической химии. 2018. Т. 73. №2. С. 83-105.
2. Колесниченко И. Н., Платонов И. А., Новикова Е. А., Муханова И. М. Получение газовых смесей известного состава динамическими методами // Сорбционные и хроматографические процессы. 2017. Т. 17. № 3. С. 378-387.

ВЗАИМОСВЯЗЬ СТРУКТУРНЫХ И СПЕКТРАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В КООРДИНАЦИОННОМ ПОЛИЭДРЕ $[M\text{Hal}_4]^{2-}$

Проценко А.Н.^{1,2}, Шакирова О.Г.^{1,2}

¹ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный университет»,
Комсомольск-на-Амуре, Россия

²ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
Protsenko.chem@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_185

В данной работе проведен анализ спектров диффузного отражения (СДО) для ряда комплексов меди(II) и кобальта(II) с азотсодержащими гетероциклами общей формулой $(\text{HL})_n[\text{MHal}_4]$, $n=1,2$. В СДО комплексов меди(II) $d-d$ переходы наблюдаются в области 800-900 нм, а для комплексов кобальта(II) - в области 680-710 нм, характерные для данного типа соединений. Заметим, что в спектрах синтезированных плоско-квадратных комплексов меди(II) наблюдается по две полосы при 748 и 624 нм и 640 и 577 нм соответственно. Это отличает указанные плоско-квадратные комплексы от комплексов с псевдо-октаэдрической и тетраэдрической конфигурациями. Обнаружена зависимость максимума полосы $d-d$ перехода в синтезированных хлорокомплексах кобальта(II) и длины связи N-H протонированного гетероцикла (рис.1). Анализ собственных и литературных данных [1-2] показал, что для тетраэдрических хлорокомплексов меди(II) сохраняется корреляция между максимумом частоты полосы $d-d$ перехода (ν_{max} , cm^{-1}) и значением величины транс-угла θ (рис. 2). Хорошее согласие данных наблюдается и для корреляции угла водородной связи N-H...Cl и длины связи $r(\text{Cu}-\text{Cl})$ и между транс-углом тетраэдрического полиэдра $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ и значением угла N-H-Cl (рис.3).

По данным РСА полученных тетрагалогенидных комплексов также обнаружены взаимосвязи между структурными характеристиками в координационном полиэдре $[\text{MHal}_4]^{2-}$.

Список литературы

[1] Antolini L. et al. The effect of hydrogen bonding on the chlorocuprate (II) geometry. A compound containing an unusual copper/chlorine ratio of 1: 6. Crystal and molecular structure of bis(N-benzylpiperazinium chloride)tetrachlorocuprate(II) // *Inorganica Chimica Acta*. – 1982. – Т. 58. – С. 193-200.

[2] Shakirova, O., Protsenko, A., Protsenko, A., Kuratieva, N., Fowles, S., & Turnbull, M. M. (2019). Syntheses, structures and properties of copper (II) and cobalt (II) complexes with 5 (3)-amino-2-chloro-3(5)-methylpyridine isomer cations // *Inorganica Chimica Acta*, 2020, 119246.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-63-46026).

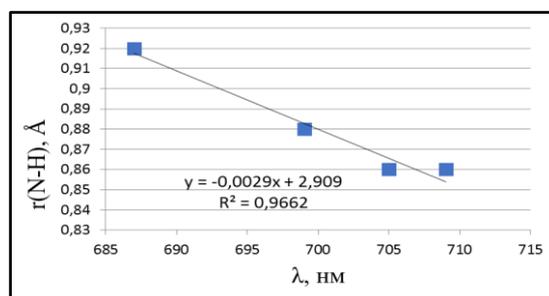


Рис.1 - Зависимость длины связи N-H от максимума полосы $d-d$ перехода в тетрахлоридных комплексах кобальта(II)

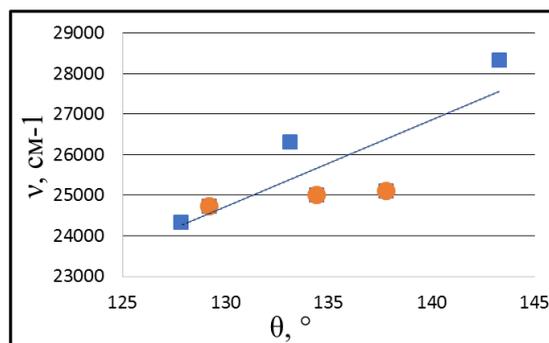


Рис.2 – Зависимость максимума $d-d$ перехода от значения θ в хлорокупратах:

■ – данные настоящей работы,
● – литературные данные

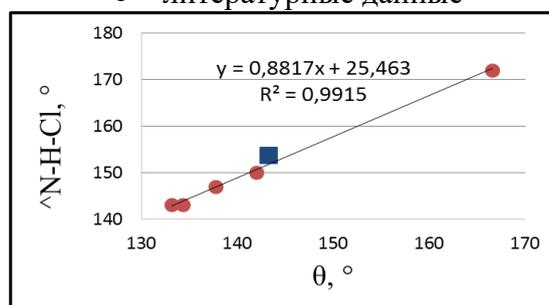


Рис.3 - Корреляция между транс-углом тетраэдрического полиэдра $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ и значением угла N-H-Cl: ■ – данные настоящей работы, ● – литературные данные

АНАЛИЗ ЭКСТРАКТОВ ВАСИЛЬКА СИНЕГО

Подолова Е.А.^{1,2}, Ханина М.А.², Лежнина М.Г.², Кузнецова Ю.А.²

¹Электростальский институт (филиал) федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский политехнический университет», Электросталь, Россия

²ГГТУ, ГОУ ВО МО Государственный гуманитарно-технологический университет, Орехово-Зуево, Россия
podolina70@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_186

Краевые цветки василька синего, содержащие значительное количество природных фенольных соединений (ПФС), являются официальным фармакопейным лекарственным растительным сырьем [1]. Они широко применяются в качестве лекарственного средства, компонента лекарственных препаратов, биологически активных добавок к различным сортам чая, а также при производстве различных косметических средств [2]. Краевые цветки составляют около 8 % от массы всей надземной части лекарственного растения, которая в настоящее время в медицине не используется. С точки зрения рационального использования природных ресурсов надземная часть василька синего рассматривается в качестве источника нового вида лекарственного растительного сырья.

Целью настоящего исследования являлся сравнительный анализ суммарного содержания ПФС в экстрактах, полученных из надземной части василька синего различными методами твердожидкостной экстракции.

В ходе исследования были получены водные и водно-спиртовые экстракты из различных морфологических частей василька синего. В качестве экстрагентов использовали этанол и воду очищенную; твердожидкостную экстракцию осуществляли методами мацерации, УЗ-экстракция, Vortex-экстракция [3-5]; определение ПФС в экстрактах проводили на спектрофотометре UNICO.

Результаты исследований показали, что содержание ПФС в экстрактах, полученных из различных морфологических частей василька синего, различается и зависит от метода твердожидкостной экстракции, например, максимальный выход ПФС наблюдается при Vortex-экстракции.

Разработанная экстракционно-спектрометрическая методика определения ПФС в экстрактах василька синего характеризуется рядом преимуществ по сравнению с фармакопейной методикой, описанной в [1]: значительно минимизированы навеска сырья и объем экстрагента; сокращены время и повторность экстрагирования. Установлено, что однократная Vortex-экстракция позволяет извлечь целевой продукт в 2,0-2,5 раза эффективнее, чем трехкратная экстракция при нагревании. Правильность полученных результатов подтверждена методом «введено-найдено», относительная погрешность при 5-кратном определении и доверительной вероятности 0,95 не превышает 3 %.

Список литературы

1. http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/index.html
2. Куркин В.А. Основы фитотерапии – Самара: ООО «Офрот»; ГОУ ВПО «СамГМУ Росздрава», 2009. 963 с.
3. Подолова Е.А., Ханина М.А., Рудаков О.Б., Небольсин А.Е.//Вестник ВГУ. Серия: Химия. Биология. Фармация. 2018. №2. С.28
4. Подолова Е.А., Ханина М.А., Рудаков О.Б., Небольсин А.Е.//Химия растительного сырья. 2019. №3. С.145
5. Подолова Е.А., Ханина М.А., Лежнина М.Г., Кузнецова Ю.А.//Вестник ВГУ. Серия: Химия. Биология. Фармация. 2019. №4. С.33.

СОПОСТАВИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ПАРФЮМЕРНОЙ ПРОДУКЦИИ И СЕКРЕТА ПОТОВЫХ ЖЕЛЕЗ ЧЕЛОВЕКА МЕТОДАМИ ВЭЖХ И ГХ-МСРамазанова Г.О.¹, Иванова Н.В.¹, Бедарева А.В.¹, Сотникова Л.В.²¹ФГБОУ ВО «Кемеровский государственный университет», Кемерово, Россия²Федеральный исследовательский центр угля и углехимии СО РАН, Кемерово, Россия*galina_ego@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_187**

Исследование влияния мужских и женских феромонов на различные биохимические процессы в организме человека представляют значительный научный интерес [1], с этим связана актуальная проблема разработки методик анализа биологических жидкостей на содержание веществ, обладающих феромонной активностью. В то же время на парфюмерном рынке можно найти продукцию, которая, по утверждению производителей, содержит синтетические феромоны (осмоферон, осмоферин), аналогичные натуральным, выделяемым человеком. Мужскими одорантами являются производные андрогенов: андростенон, андростенон и андростадиенон. Женские феромоны – копулины, в состав которых входят алифатические кислоты, такие как, например, уксусная, пропионовая, масляная и изовалериановая. Целью исследования являлась разработка методик разделения и определения компонентов парфюмерной продукции, содержащей синтетические феромоны, а также их определение в биологических объектах (секрете потовых желез) методами ВЭЖХ и ГХ-МС.

ВЭЖХ анализ проводили с использованием хроматографа Shimadzu LC-20 Prominence и колонки Perfect Bond ODS-HD C-18, 250×3,0 mm (5µm), при температуре 30°C, элюент - ацетонитрил : вода, детектор спектрофотометрический SPD-M20A. ГХ-МС анализ проводили используя хроматомасс-спектрометр Agilent 6890N/MSD 5973 Inert, ПФ – гелий, скорость потока 1 мл/мин, $t_{исп} = 250^{\circ}\text{C}$.

Объектами анализа являлась парфюмерная продукция с заявленным содержанием синтетических женских и мужских феромонов. Пробы растворяли в смеси ацетонитрил-вода и проводили ВЭЖХ анализ, варьируя параметры хроматографирования: соотношение компонентов элюента, скорость элюирования, режим хроматографирования. Удовлетворительного разрешения пиков образцов парфюмерной продукции удалось добиться в изократическом режиме, при скорости элюирования 0,3 мл/мин, используя ПФ ацетонитрил : вода (70:30), $\lambda = 272$ нм. По результатам ГХ-МС анализа на хроматограммах образцов парфюмерной продукции удаётся идентифицировать около 22 пиков различных компонентов. Соединения, масс-спектры которых расшифрованы с наиболее удовлетворительной вероятностью, широко используются в парфюмерии и косметических средствах. Например, α -гвайен, азулен, пачулол, фенилуксусная кислота, линалоол.

Для анализа проб биологических объектов на предмет наличия в них веществ, являющихся компонентам исследуемой парфюмерной продукции, были отобраны образцы секрета потовых желез человека. Разработана методика подготовки проб к анализу методом ВЭЖХ, который проводился в тех же условиях, что и анализ проб парфюмерной продукции. На полученных хроматограммах присутствует около 20 пиков, времена удерживания которых не совпадают с временами удерживания компонентов парфюмерной продукции. Таким образом, в данных условиях указанные вещества, в том числе, синтетические феромоны, в образцах секрета потовых желез не обнаружены.

Список литературы

1. Литвинова Н.А., Бедарева А.В., Зубрикова К.Ю. Влияние женского феромона на функциональное состояние молодых мужчин // Acta biomedica scientific. 2019. Т. 4. № 1. С. 50-58.

АНАЛИЗ ОТХОДОВ ЛИТЕЙНОГО ПРОИЗВОДСТВА, СОДЕРЖАЩИХ ПЛАСТИФИКАТОР НА ОСНОВЕ МЕЛАМИНОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ, МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Рахимова О.В., Захаров И.С.

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»
им. В.И.Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия
olga-18061963@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_188

Цель настоящей работы заключалась в оценке экологической опасности отходов литейного производства, представляющих собой отработанную формовочную массу, содержащую в качестве связующего материала один из популярных в литейном производстве пластификатор МФ на основе меламиноформальдегидной смолы, в состав которой входят меламин ($C_3H_6N_6$), формальдегид (CH_2O), бутанол (C_4H_9OH), а также остатки аммиака (NH_3), который используется при её синтезе.

Исследования были выполнены методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) на ИК Фурье-спектрометре Vertex 70 фирмы Bruker и отражательной приставке МНПВО фирмы Pike Technologie. В качестве элементов МНПВО использовали кристаллы KRS-5 с углом падения излучения на объект $\theta = 45^\circ$. Результаты исследований представлены на рис. 1.

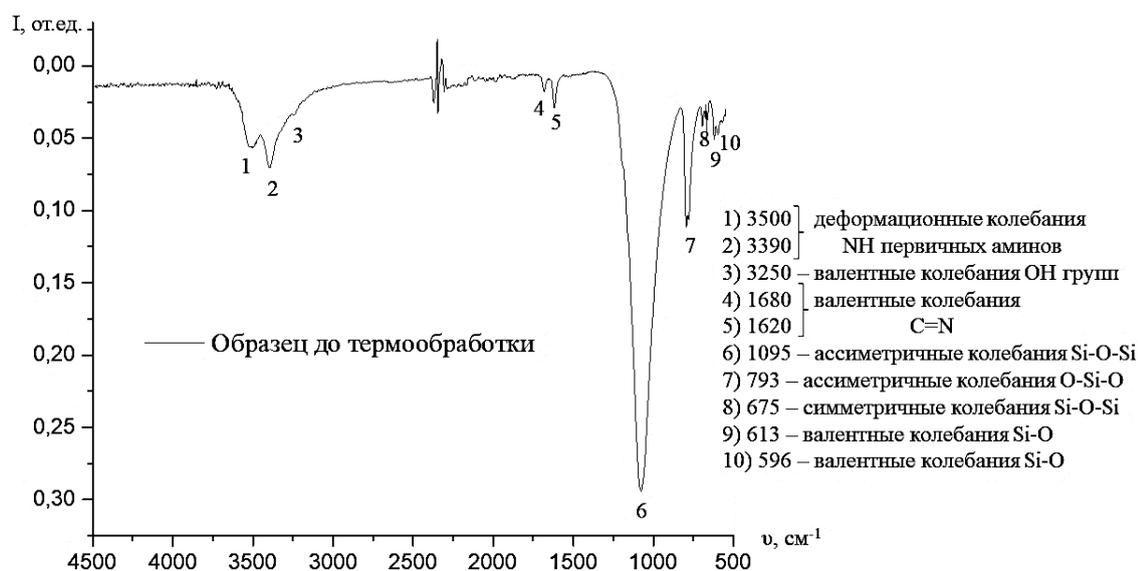


Рис. 1. Результаты ИК-спектроскопии в режиме МНПВО для образца без термообработки

Характеристические полосы поглощения 4 и 5 указывают на наличие азометиновых групп, содержащихся в основаниях Шиффа – N-замещенных алифатических иминах, или на присутствие в образце изоцианатов $-N=C=O$. Алифатические имины хорошо гидролизуются с образованием карбонильных соединений и аминов. Амины относятся ко II классу опасности, изоцианаты – к I классу опасности [1], что необходимо учитывать при захоронении и утилизации отходов литейного производства, содержащих пластификатор на основе меламиноформальдегидной смолы.

Список литературы

1. ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (с Изменениями № 1, 2).

ВИЗУАЛЬНОЕ БИНАРНОЕ ТЕСТИРОВАНИЕ СЕРОВОДОРОДА, РАСТВОРЕННОГО В ВОЗВРАТНЫХ ПОПУТНО-ПЛАСТОВЫХ ПОДЗЕМНЫХ ВОДАХ НЕФТЕГАЗОКОНДЕНСАТНЫХ МЕСТОРОЖДЕНИЙ

Решетняк Е.А.¹, Немец Н.Н.², Островская В.М.³, Чернышёва О.С.⁴, Пантелеймонов А.В.

¹Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина, Харьков, Украина

²Украинский НИИ природных газов Акционерного общества "Укргаздобыча",
Харьков, Украина

³ФАУ «25 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии
Министерства обороны Российской Федерации», Москва, Россия

⁴Государственное научное учреждение "Научно-технический комплекс
«Институт монокристаллов» НАН Украины, Харьков, Украина

reshetnyak@karazin.ua

DOI: 10.26902/ASFE-11_189

В процессе добычи нефти и газа на поверхность поступают большие объемы высокоминерализованной попутно-пластовой воды (ППВ). Утилизация этой воды невозможна или требует высоких материальных затрат. Чтобы не нарушать природного гидродинамического равновесия, воду подготавливают, отстаивают и возвращают в недра глубоких горизонтов нефтегазоконденсатных месторождений. Химический состав возвратной воды должен соответствовать нормируемым показателям, в частности, содержание растворенного H_2S не должно превышать $c_{пред.}=15$ мг/л.

Для визуального скрининг-контроля содержания H_2S в образцах возвратной ППВ авторами предложено использовать один образец сравнения. Для исследования были выбраны две индикаторные реакции, протекающие в растворах – образование стабилизированной суспензии MnS или CdS . Суспензии, приготовленные при pH 9 в присутствии желатина (стабилизатора), были устойчивы в течение суток. Мутность суспензий сопоставляли на черном фоне при боковом рассеянном дневном освещении. Значение концентрации H_2S в образце сравнения, которую называли пороговой концентрацией ($c_{сравн.}$), установили экспериментально, применяя статистический подход [1, 2]: выявили концентрационный интервал ненадежности (ИН), в котором частота обнаружения различий в мутности образцов сравнения и нормируемого образца (соответствующего $c_{пред.}$), $P(c)$, менялась от 0 до 1; эмпирическую зависимость $P(c)$, полученную из 50 наблюдений мутности 8-11 образцов сравнения в ИН, описали функцией нормального и логнормального распределений; при $P(c)=0.95$ вычислили $c_{сравн.}$ Оцененное значение $c_{сравн.}$ было меньше $c_{пред.}$ на величину, обеспечивающую риск ложноотрицательного результата тестирования не более 5% — 11.6 мг/л для MnS и 13.4 мг/л для CdS . В дальнейших тестированиях использовали только суспензию CdS , т.к. она имела лучшие аналитические характеристики.

Проведено визуальное бинарное тестирование H_2S в пробах возвратной ППВ из районов газодобычи Харьковской области. Правильность тестирования подтвердили спектрофотометрическим методом определения H_2S с *n*-фенилендиамином. Взаимодействие H_2S с реагентом проходило в кислой водно-метанольной среде в присутствии Fe(III). После смешивания растворы нагревали 10 мин на водяной бане, охлаждали, оставляли в темном месте на 15 мин и фотометрировали при 595 нм.

Список литературы

1. Решетняк Е.А., Немец Н.Н., Пантелеймонов А.В., Шугай Е.А., Холин Ю.В. Создание образца сравнения для бинарного тестирования железа(III) в подземных водах // Вестник ХНУ, Серия Хімія. 2008. Вып. 16(39). С. 146.
2. Решетняк Е.А., Солоха А.Ю., Хаджикова А.А., Пантелеймонов А.В. Образцы сравнения для визуального бинарного тестирования в субстанции хлоргексидина // Методы и объекты хим. анализа. 2017. Т. 12. № 3. С. 123.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ СО СТАЦИОНАРНОЙ ГАЗОВОЙ ФАЗОЙ: ЖИДКОСТНО-ГАЗОВАЯ И ЖИДКОСТНО-ГАЗОАДСОРБЦИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Родинков О.В.

Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета,
Санкт-Петербург, Россия
o.rodinkov@spbu.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_190

В докладе рассмотрены история возникновения, физико-химические закономерности, аналитические возможности и перспективы развития хроматографических методов со стационарной газовой фазой, основанных на проявлении капиллярных эффектов в гидрофобных микропористых средах: жидкостно-газовой и жидкостно-газоадсорбционной хроматографии. Показана более высокая эффективность обсуждаемых методов по сравнению с традиционными вариантами жидкостной хроматографии в процессах разделения и концентрирования летучих веществ [1].

Представление о хроматографических процессах со стационарной газовой фазой, неизбежно присутствующей в микро- и мезопорах не смачиваемых подвижной жидкой фазой сорбентов за счет возникающего в них отрицательного капиллярного давления, позволило дать новое более адекватное объяснение механизма удерживания летучих веществ из водных растворов на гидрофобных сорбентах. Установлено, что в этом случае основной вклад в удерживание вносит адсорбция не из жидкой, а из стационарной газовой фазы, находящейся в наиболее тонких порах сорбента и обладающих максимальным адсорбционным потенциалом. При этом аналиты переходят из подвижной жидкой в стационарную газовую фазу и адсорбируются из этой фазы на поверхности сорбента.

На основе предложенной модели удерживания обоснованы принципы оптимизации процесса твердофазной экстракции и обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (**ОФ ВЭЖХ**). Нашли объяснение некоторые непонятные ранее явления: неоднозначное влияние температуры на параметры удерживания легко летучих веществ из водных и водно-органических растворов на гидрофобных сорбентах; аномально высокое удерживание из этих растворов алифатических углеводородов и постоянных газов; возможность улучшения сорбционного концентрирования в этих условиях за счет предварительной продувки сорбента потоком газа. Предложен новый методический подход к выбору состава водно-органического элюента в ОФ ВЭЖХ, учитывающий поверхностное натяжение органического компонента смешанных водно-органических элюентов. Показано, что при одинаковой элюирующей силе раствора применение органического компонента с более высоким поверхностным натяжением, приводящее к увеличению объема стационарной газовой фазы в колонке, позволяет повысить эффективность хроматографического процесса.

В качестве одного из перспективных направлений развития обсуждаемых методов представляется решение актуальной задачи современной ОФ ВЭЖХ – оптимизации влияния основных факторов разделения (температуры, давления и состава элюента) на величину ВЭТТ, исходя из объема стационарной газовой фазы в хроматографической колонке. Это направление находится в русле современной тенденции развития высокотемпературного варианта ВЭЖХ, особенно актуального в рамках концепции «зеленой химии». Другое направление связано с развитием поверхностно-слоистых сорбентов. Далеко не полностью исчерпаны и аналитические возможности фронтального варианта жидкостно-газовой хроматографии как метода суммарного выделения газов, растворенных в воде, с их последующим газохроматографическим определением.

Список литературы

1. Москвин Л.Н., Родинков О.В. От жидкостно-газовой хроматографии к хроматомембранному массообменному процессу // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74. № 10. С. 729–751.

ВЫБОР УГЛЕРОДНЫХ СОРБЦИОННО-АКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ И СХЕМ СОРБЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ЛЕГКО- И СРЕДНЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ПОТОКА ВЛАЖНОГО ВОЗДУХА

Родинков О.В., Петрунина А.Р., Постнов В.Н., Бугайченко А.С., Александрова Н.А.
Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета,
Санкт-Петербург, Россия
sashagorbacheva@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_191

Необходимость концентрирования летучих органических соединений из влажного газа возникает при анализе атмосферного и выдыхаемого воздуха, и при парофазном анализе водных растворов в сочетании газоадсорбционным концентрированием и хроматографическим определением аналитов. Недостатком традиционных сорбентов является относительная невысокая скорость массообмена, которая лимитирует скорость пропускания анализируемого газа через сорбционную колонку и является причиной большой длительности сорбционного концентрирования. Проблема повышения эффективности массообмена может быть решена за счет применения поверхностно-слоистых сорбентов, в которых мелкодисперсный сорбционно-активный материал (САМ) находится в порах относительно крупнодисперсного носителя. Особенно эффективны сорбенты на основе углеродных сорбционно-активных материалов, содержание которых может достигать до 40 % от массы носителя из пористого политетрафторэтилена [1].

Цель работы – выбор наиболее эффективных углеродных сорбционно-активных материалов и схем сорбционного концентрирования органических соединений различной летучести. Критериями сравнения исследуемых САМ служили удельная поверхность (УП), удельные объемы удерживания $V_{R(yд)}$ 12 тестовых веществ с температурой кипения в диапазоне от 50 до 200 °С и возможность термической десорбции (ВТД) сорбированных аналитов по одно- и двухступенчатой схеме концентрирования. Основные результаты выполненных исследований приведены в таблице.

Таблица. Характеристики исследованных углеродных сорбентов.

Углеродный сорбент	УП, м ² /г	Дихлорметан		Пентанол-1		Фенол	
		$V_{R(yд)}$, л/г	ВТД	$V_{R(yд)}$, л/г	ВТД	$V_{R(yд)}$, л/г	ВТД
Карбопак С	12	< 1	Да	1,4 ± 0,1	Да	6,4 ± 0,4	Да
Порохром*	18	< 1	Да	2,3 ± 0,2	Да	10,2 ± 0,7	Да
Карбопак В	110	18 ± 1	Да	59 ± 6	Да	360 ± 30	Нет
Нанотрубки Bayer	250	46 ± 2	Да	93 ± 8	Да	430 ± 30	Нет
Карбоксен 1000	880	240 ± 20	Да	580 ± 40	Нет	2500 ± 200	Нет
Актив. уголь СКТ	1200	210 ± 23	Да	1470 ± 80	Нет	3400 ± 300	Нет
Актив. уголь ФАД	1400	270 ± 25	Да	1830 ± 120	Нет	4200 ± 300	Нет

Примечание. * – носитель, модифицированный пироуглеродом.

Как следует из представленных результатов, при сорбционном концентрировании легколетучих органических соединений (с температурой кипения до 100 °С) наиболее эффективными углеродными САМ являются активные угли, получаемые из различного сырья. Однако для этих сорбентов невозможна термодесорбция среднелетучих аналитов, десорбцию которых можно осуществлять с помощью подходящего для последующего ВЭЖХ определения органического растворителя, например, ацетонитрила. Среднелетучие аналиты, например, фенолы могут быть сконцентрированы на углеродных сорбентах с относительно небольшой удельной поверхностью (карбопак С, порохром, модифицированный пироуглеродом) с последующей термодесорбцией и газохроматографическим определением.

Список литературы

1. Родинков О.В. и др. Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74. № 9. С. 673–678.

Авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку настоящей работы (грант № 20-03-00285).

СЕЛЕКТИВНОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ Pt(IV), Pd(II) И Rh(III) ВО ВРАЩАЮЩЕЙСЯ СПИРАЛЬНОЙ КОЛОНКЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАДИЕНТА КОНЦЕНТРАЦИИ РЕАГЕНТА В ОРГАНИЧЕСКОЙ ФАЗЕ

Рудик И.С., Марютина Т.А.

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

Москва, Россия

rudik-irina.91@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_192

Предложен оригинальный способ экстракционной пробоподготовки сложных хлоридных растворов для спектрального определения платиновых металлов (ПМ), основанный на использовании вращающейся спиральной колонки (ВСК) [1], позволяющей осуществлять процесс многоступенчатой экстракции. Отличительной особенностью экстракционного разделения в ВСК является возможность создания градиента концентрации экстрагента в органической фазе. Исследование экстракции Pt, Pd и Rh растворами метилтриалкиламмоний хлорида (МТАА) в толуоле показало что, Rh(III) не извлекается в фазу экстрагента, а коэффициент распределения Pd(II) в отличие от коэффициента распределения Pt(IV) существенно зависит от концентрации реагента в органической фазе и кислотности раствора ПМ. Данное наблюдение позволило предложить схему селективного разделения ПМ с применением градиента концентрации реагента в органической фазе. Экстракционное извлечение Pt(IV), Pd(II) и Rh(III) проводили из совместного солянокислого раствора. В качестве реагента использовали раствор 0.05 моль/л МТАА в толуоле. Для создания градиента концентрации МТАА колонку заполняли следующим образом: 1 мл 1 М HCl – 4 мл толуола – 4 мл 1 М HCl – 4 мл 0.05 М МТАА в толуоле – 3 мл 1 М HCl. ВСК приводили в движение (600 об/мин), а затем, прокачивали исходный раствор ПМ в 1 М HCl и релаксационные растворы с постоянной скоростью – 0.5 мл/мин. При непрерывном прокачивании подвижной фазы происходит изменение концентрации МТАА в неподвижной фазе ВСК, и как следствие, изменение коэффициентов распределения ПМ, что обеспечивает легкость их извлечения из колонки в отдельные водные фракции (рис. 1).

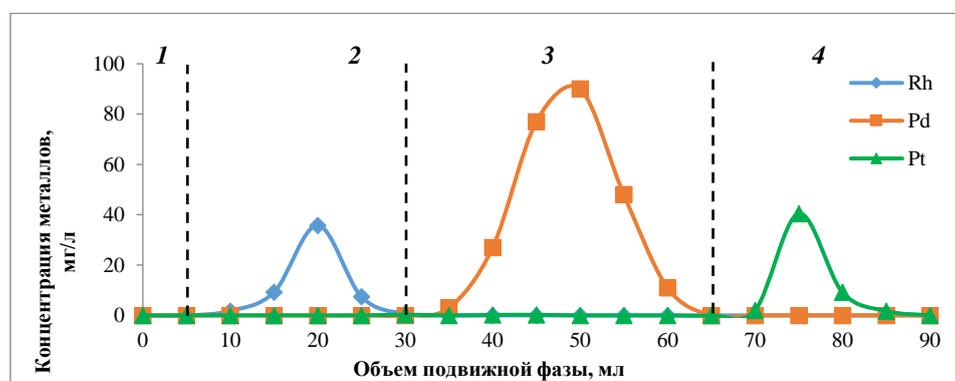


Рис. 1. Разделение Pt(IV), Pd(II) и Rh(III) в ВСК. **1** – 50 мг/л Pt(IV), 50 мг/л Rh(III) и 250 мг/л Pd(II) в 1 М HCl (исходный раствор); **2** – 1 М HCl; **3** – 3 М HCl; **4** – 1 М Thio в 0.5 М HCl.

Список литературы

1. Федотов П.С., Кронрод В.А., Марютина Т.А., Спиваков Б.Я. Моделирование механизма удерживания неподвижной фазы во вращающейся спиральной колонке: гидрофобные жидкостные системы // Журнал аналитической химии. 2002, Т. 57. № 1. С. 30 – 37.

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СЕЛЕКТИВНОГО ЭКСТРАКЦИОННОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ СЕРАОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ НЕФТЕЙ

Савонина Е.Ю., Катасонова О.Н., Марютина Т.А.

ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
Москва, Россия
savoninae@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_193

Содержание серы в нефти является одним из основных показателей ее качества и во многом определяет ее рыночную стоимость. При этом известно, что сера в нефти присутствует в виде различных сераорганических соединений. Актуальность поиска эффективных экстракционных систем для выделения различных соединений серы из нефти обусловлена возможностью получить больше информации о генезисе нефти, а также упростить процесс нефтепереработки, связанный с необходимостью удаления серы.

В настоящей работе в качестве образцов для исследований были выбраны нефти, отобранные с месторождений Волго-Уральской нефтегазоносной провинции и отличающиеся по составу и физико-химическим характеристикам: образец №1 (повышенной вязкости, $\mu = 13,82$ сПз, $\rho = 0,8584$ г/см³, общее содержание серы 1,14 % масс.), образец №2 (сверхвязкая, $\mu = 49,28$ сПз, $\rho = 0,9194$ г/см³, общее содержание серы 2,46 % масс.).

Оценена возможность селективного экстракционного извлечения различных групп сераорганических соединений: тиофенов (тиофен, дибензотиофен), меркаптанов (тиофенол, додекантиол) и сульфидов (диметилсульфид) из образцов нефти.

Выбор экстракционной системы был обусловлен физико-химическими характеристиками компонентов системы (нефти и экстрагента). Учитывая сложный состав сырых нефтей, необходимо подобрать экстрагент, практически не смешивающийся с образцом, обладающий высокой экстракционной ёмкостью и, желательна, селективностью. В качестве экстрагентов были выбраны органические (метанол, моноэтаноламин (МЭА), ацетонитрил, диэтиленгликоль (ДЭГ)) и неорганические (водные и водно-спиртовые растворы NaOH различной концентрации) соединения, часто встречающиеся в литературе по экстракции серы из нефти и модельных растворов и соответствующие требованиям к экстракционным системам на основе выбранных образцов нефти.

Экстракцию выполняли в полипропиленовых пробирках. Соотношение фаз составляло 1:1 (об), время экстракции 30 мин, частота встряхивания 250 мин⁻¹.

Результаты экстракции показали, что водный 15%-ный раствор NaOH позволяет селективно извлечь 86% тиофенола из образца №1, а водно-спиртовой раствор 30%-ного NaOH извлекает до 100% тиофенола и додекантиола из образца №2. 90-100 % дибензотиофена и додекантиола извлекаются ДЭГ, при этом степень извлечения остальных сераорганических соединений нефти в ДЭГ составляет 30-60%. Метанол позволяет извлечь 100% всех сераорганических соединений, добавленных в нефть, ацетонитрил также не проявляет селективности к различным соединениям серы.

Таким образом, среди оцененных экстрагентов, лишь растворы NaOH показали возможность применения для селективного извлечения меркаптанов из сырых нефтей. Работы по изучению возможности селективного извлечения сераорганических соединений из нефтей будут продолжены.

Авторы выражают благодарность РФФИ (грант 18-03-00904) за финансовую поддержку.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ АЛКАЛОИДА АКОНИТА БОРОДАТОГО, ОБЛАДАЮЩЕГО УНИКАЛЬНОЙ ЭНЦЕФАЛОПРОТЕКТОРНОЙ АКТИВНОСТЬЮ

Сидельников В.С., Кургачев Д.А., Новиков Д.В.

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
vladimir.svibla.sidelnikov@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_194

На сегодняшний день учёными томского НИИ Фармакологии получены экстракты культуры ткани корня Аконита Бородатого с подтверждённой биологической активностью в отношении клеток головного мозга. Уникальная церебропротекторная активность полученных соединений может быть использована для лечения широкого круга заболеваний центральной нервной системы, таких как болезнь Альцгеймера и другие нейродегенеративные заболевания, ишемические поражения мозга и т.д. Общемировая заболеваемость болезнью Альцгеймера на 2006 год оценивалась в 26,6 млн человек, а к 2050 году число больных может вырасти вчетверо [1]. Однако достоверные сведения о составе полученных экстрактов и структуре основного действующего вещества данных экстрактов так и не были получены.

В рамках работы разработаны условия хроматографического разделения компонентов экстрактов культуры ткани корня Аконита Бородатого. Предложены условия масс-спектрометрического детектирования алкалоидов, содержащихся в экстракте. Методом ВЭЖХ-МС (хроматограф жидкостной Ultimate 3000, квадрупольный масс-спектрометр API 2000) подтверждены структуры стандартных образцов зонгорина и лаппаконитина. В разработанных условиях показано, что ни зонгорин, ни лаппаконитин не являются основными компонентами образца экстракта культуры ткани корня Аконита Бородатого, проявляющего биологическую активность.

Таким образом показано, что уникальная биологическая активность полученных экстрактов обусловлена наличием неопisanного ранее соединения.

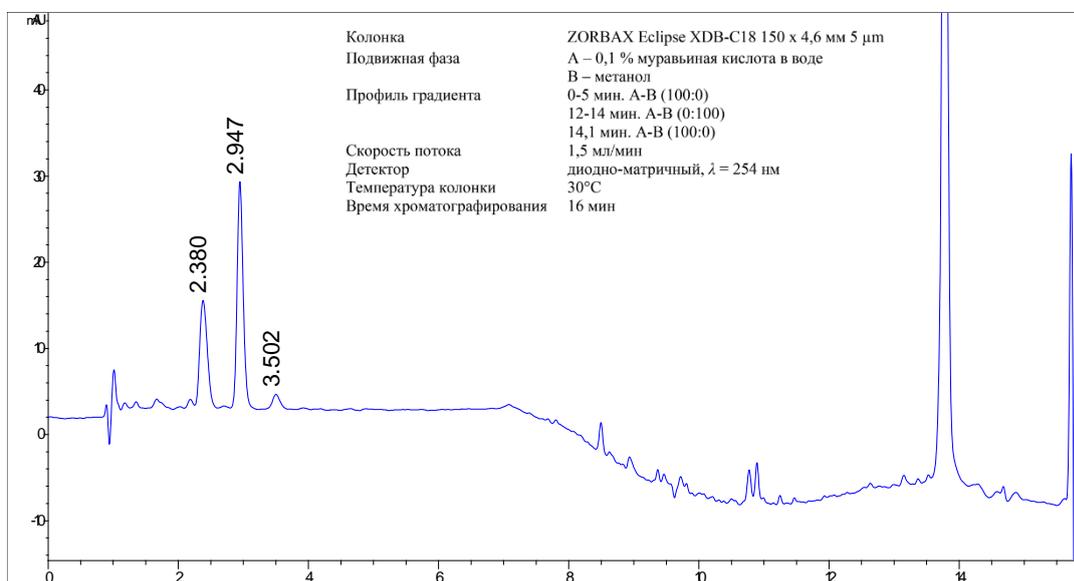


Рис. 1 – Хроматограмма образца, выделенного из культуры ткани корня Аконита Бородатого

Список литературы

1. Brook-Meyer R., Johnson E., Ziegler-Graham K., Arrighi H.M. Forecasting the global burden of Alzheimer's disease // *Alzheimer's and Dementia*. – 2007. – vol. 3, no. 3. – P. 186-191.

МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ХЛОРУКСУСНЫХ КИСЛОТ МЕТИЛ-ТРЕТ-БУТИЛОВЫМ ЭФИРОМ С ФЛОТАЦИОННЫМ ОТДЕЛЕНИЕМ ЭКСТРАКТА

Сироткин Р.Г., Крылов В.А., Мосягин П.В., Елипашева Е.В.

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород
roman_sirotkin94@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_195

Хлоруксусные кислоты (моно-, ди- и трихлоруксусная) входят в число наиболее опасных загрязнений питьевой воды. Они являются побочными продуктами дезинфекции воды хлором или гипохлоритом натрия. Прямое ионохроматографическое определение этих веществ в воде осложнено их низким содержанием. Поэтому необходимо применение эффективного концентрирования.

Нами разработана методика жидкофазного микроэкстракционного концентрирования хлоруксусных кислот метил-трет-бутиловым эфиром. Эмульгирование экстрагента осуществляли ультразвуковым облучением. Впервые для деэмульсификации экстракта использован метод флотации. Эмульсию, полученную воздействием ультразвукового облучения, переносили в ампулу-экстрактор, позволяющую барботировать воздух из капилляров диаметром 0.2-0.3 мм, находящихся в донной части ампулы. Поток воздуха составлял 1.5 л/мин. Сбор экстракта осуществлялся в капилляре, припаянном в верхней части ампулы. При флотационном извлечении экстракта объем пробы был увеличен до 25 миллилитров. Кроме того, преимуществами разработанного метода деэмульсификации являются экспрессность и возможность автоматизации данной стадии анализа. Это выгодно отличает примененный метод от центрифужного. Коэффициенты концентрирования кислот составили 35-74, что в 7-10 раз больше, чем при использовании центрифугирования. Во время концентрирования происходило также отделение мешающих компонентов, благодаря чему не требовалась дополнительная стадия пробоподготовки.

Для устранения сложностей, связанных с анализом органического экстракта методом ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием, применена замена органической матрицы экстракта на водную путем испарения экстрагента из концентрата при комнатной температуре и растворения сухого остатка в элюенте. Достигнутые пределы обнаружения примесей составили $3 \cdot 10^{-4} - 2 \cdot 10^{-3}$ мг/л.

**ПРИМЕНЕНИЕ СТЭКИНГА С БОЛЬШИМ ОБЪЕМОМ ОБРАЗЦА В
КАПИЛЛЯРНОМ ЗОННОМ ЭЛЕКТРОФОРЕЗЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ-
МАРКЕРОВ КАЧЕСТВА КОФЕ И ЧАЯ**

Тищенко Е.А., Цюпко Т.Г., Гуцаева К.С., Коробко М.М.

ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», Краснодар, Россия

ekaterina-pydyk@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_196

Для оценки качества пищевого продукта весьма полезными являются сведения о его компонентном составе. Ценную информацию можно получить не только по уровню содержания мажорных биологически активных соединений в продукте, например, кофеина в чае и кофе, но и минорных компонентов, которые могут характеризовать технологические особенности производства продукта. Определение последних в сложных пищевых матрицах сепарационными методами часто связано с длительной и трудоемкой пробоподготовкой, необходимой для очистки пробы и/или предварительного *of-line* концентрирования аналита, позволяющего достичь приемлемого для его детектирования концентрационного уровня. Один из подходов повышения чувствительности определения микрокомпонентов методом капиллярного электрофореза с УФ-видимым детектированием (КЗЭ-УФ) заключается в создании условий для *on-line* концентрирования за счет введения большого количества образца и увеличения количества аналита в зоне до обнаружения. Такой подход, называемый стэкинг с большим объемом образца и обращением полярности (LVSS), успешно применен в капиллярном электрофорезе для определения различных микрокомпонентов в биологических жидкостях, природных объектах и некоторых пищевых продуктах и позволяет сконцентрировать аналиты с кратностью до 10^3 раз.

Целью нашей работы являлась оценка возможности применения стэкинга с большим объемом образца и обращением полярности в методе капиллярного зонного электрофореза (КЗЭ) для определения минорных веществ-маркеров качества пищевого продукта на примере никотиновой кислоты (НК) в растворимом кофе и теофиллина (ТФ) в черном чае.

Определение аналитов в продуктах проводили с использованием системы Agilent ^{3D}CE G1600A, оснащенной немодифицированным кварцевым капилляром. Пробы кофе и чая представляли собой разбавленные в $10n$ раз водные экстракты образцов продукта. Подобраны оптимальные условия разделения и *on-line* концентрирования аналитов, включающие время ввода образца, концентрацию и значение pH фонового электролита, рабочее напряжение, время и напряжение обращения полярности для удаления матрицы из капилляра. Детектирование НК и ТФ проводили при длинах волн 254 и 272 нм соответственно. Время анализа в обоих случаях не превышало 25 мин.

В работе показано, что с применением процедуры LVSS удалось сконцентрировать НК в 70 раз, что позволило проводить ее определение в растворимом кофе в диапазоне 250-2500 мкг/г с относительной погрешностью 14 %. В режиме КЗЭ-УФ с применением боратного буферного раствора в качестве фонового электролита в диапазонах концентраций 50-110 Мм, значений pH 8.0-10.0 и напряжения в системе 10-30 кВ не удалось обнаружить ТФ в экстракте черного чая. Предварительно проведенная процедура *on-line* концентрирования аналита позволила обнаружить ТФ в пробе. На модельных растворах показана возможность концентрирования ТФ в 20-30 раз, что достаточно для определения аналита в реальных образцах. Показана также возможность одновременного определения ТФ и теобромбина в черном чае. Таким образом, LVSS-КЗЭ-УФ является эффективным методом определения веществ-маркеров качества пищевых продуктов на примере НК в растворимом кофе и ТФ в черном чае.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант r_a 1943230010.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ РАЗЛОЖЕНИЯ СУРЬМАСОДЕРЖАЩИХ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Троеглазова А.В.

ФГБОУ ВО Сибирский государственный университет геосистем и технологий,
Новосибирск, Россия

a.v.troeglazova@sgugit.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_197

Одной из наиболее вредных примесей в металлургических образцах является сурьма, поэтому контроль ее содержания необходимо осуществлять на всех стадиях технологического процесса.

Цель настоящей работы заключается в установлении оптимальных условий разложения металлургических образцов для количественного перевода сурьмы из твердой фазы в раствор.

В качестве объектов для исследования применяли медный концентрат, металлургический шлак и пыль медного производства. Исследуемые образцы предварительно измельчали в шаровой мельнице PULVERISETTE 6 до частиц размером $(0,10 \pm 0,01)$ мм, высушивали в сушильном электрошкафу СНОЛ-3,5.3,5.3,5/3,5-И5М при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы. Разложение образцов осуществляли путем сплавления. Концентрацию сурьмы в растворах, полученных после разложения исследуемых образцов, определяли методом АЭС-ИСП на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой SpectroArcos при длине волны 206,833 нм.

Для установления оптимальных параметров извлечения сурьмы из твердой фазы исследуемых образцов в раствор применяли метод четырехфакторного вероятностно-детерминированного планирования эксперимента при варьировании массы навески, температуры сплавления, времени контакта фаз и доли реагента в смеси.

Коэффициенты регрессии оценивали методом наименьших квадратов и методом Крамера, рассчитанные значения коэффициентов корреляции R и его значимость в виде коэффициента Стьюдента t_R представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Коэффициент корреляции R и его значимость t_R для частных функций

Фактор	О-1		О-2		О-3	
	R	t_R	R	t_R	R	t_R
$m_{нав}, г$	0,9349	3,72	0,9473	4,18	0,9486	4,69
$t, °C$	0,9752	6,24	0,9663	5,31	0,6501	1,47
$\phi, мин$	0,9746	6,15	0,9563	4,63	0,6877	1,60
доля реагента в смеси, %	0,9624	5,01	0,9535	4,48	0,9098	3,45

По превышению значения t_R критической величины (2,030) для образцов О-1 и О-2 можно сделать вывод о значимости влияния всех четырех рассматриваемых факторов на степень извлечения сурьмы из твердой фазы в раствор путем спекания. При исследовании спекания образца О-3 установлено значимое влияние на степень извлечения аналита только двух факторов – массы навески и доли реагента в смеси (таблица 5).

На основании полученных результатов, представленных в таблице 3, были выбраны оптимальные условия спекания, позволяющие проводить количественное извлечение сурьмы (не ниже 96 %): масса навески 0,1 г; температура сплавления 900 °С, длительность сплавления 60 мин, доля реагента в смеси 75 %.

Полученные результаты использовали для разработки методики выполнения измерений массовых долей сурьмы в металлургических образцах методом АЭС-ИСП в концентрационном диапазоне содержания аналита от 0,010 % масс. до 5,0 % масс.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКА НЕФТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ВАРИАЦИЙ СОСТАВА ИЗВЛЕКАЕМОЙ НЕФТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ АНАЛИЗА ИЗОМЕРНОГО СОСТАВА УГЛЕВОДОРОДОВ

Туров Ю.П., Гузняева М.Ю.

БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

yuri_tom@rambler.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_198

Необходимость идентификации источника и происхождения конкретного образца нефти возникает при решении многих научных и практических задач. Результаты химико-аналитического контроля нефтяного загрязнения компонентов природной среды позволяют установить источник загрязнения и разработать реабилитационные и юридические мероприятия по снижению последствий и компенсации ущербов. Квалифицированное геохимическое сопровождение процессов эксплуатации нефтяных месторождений по результатам анализа материального состава извлекаемой нефти позволяет оптимизировать режимы работы добывающих скважин и повысить коэффициент извлечения нефти, снижая суммарные и удельные затраты на добычу сырья. В то же время известно, что под «образцом нефти» конкретного месторождения понимают усредненную пробу нефти, представляющую собой смесь нефтяных флюидов, извлекаемых из разных добывающих скважин.

В данном сообщении приведены оценки вариаций состава образцов нефти из разных скважин одного месторождения и примеры идентификации образцов по результатам анализа изомерного и гомологического состава насыщенных и ароматических углеводородов в образцах нефти из месторождений ХМАО.

Показано, что по изомерному составу парафинов и алкилнафталинов, определенному методами хроматомасс-спектрометрии, и по их относительным содержаниям в образце можно надежно идентифицировать продуктивный нефтеносный пласт, из которого получен конкретный образец нефти. Использование информации об изомерном составе фенантронов, дибензотиофенов и других классов ароматических веществ (аценафенов, флуоренов, флуорантенов) позволяет в большинстве случаев дифференцировать образцы по принадлежности их к определенной продуктивной скважине, из которой они были отобраны. Сопоставление состава различных образцов проведено с использованием так называемых геохимических параметров, которые рассчитывают по относительным содержаниям изомеров и используют в органической геохимии для идентификации и сопоставления состава

геологических образцов нефти и рассеянного органического вещества пород. На рисунке приведен для иллюстрации пример сравнения состава нафталинов в образцах нефти из трех скважин одного многопластового месторождения. Как следует из рисунка, состав нефти, извлекаемой из скважин №№ 1 и 2, существенно отличается от извлекаемой из скважины № 3, что соответствует геологическим данным о том, что эти три скважины работают на два разных продуктивных горизонта.

Метилнафталиновый индекс: $MNR = 2\text{-мн} / 1\text{-мн}$;

Диметилнафталиновый индекс: $DNR = (2,6\text{-дмн} + 2,7\text{-дмн}) / 1,5\text{-дмн}$;

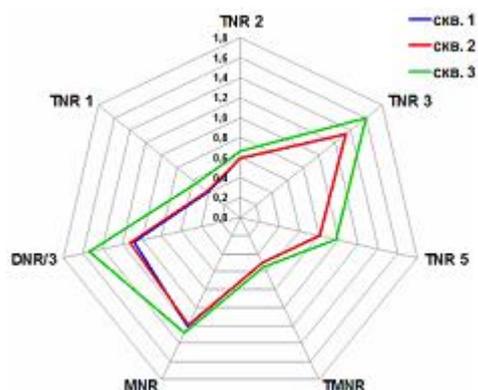
Триметилнафталиновые индексы: $TNR 1 = 2,3,6\text{-тмн} / (1,4,6\text{-тмн} + 1,3,5\text{-тмн})$;

$TNR 2 = (1,3,7\text{-тмн} + 2,3,6\text{-тмн}) / (1,3,5\text{-тмн} + 1,4,6\text{-тмн} + 1,3,6\text{-тмн})$;

$TNR 3 = 1,3,6\text{-тмн} / 1,2,5\text{-тмн}$;

$TNR 5 = 1,3,7\text{-тмн} / (1,4,6\text{-тмн} + 1,3,5\text{-тмн})$; $TMNR = 1,3,7\text{-тмн} / (1,3,7\text{-тмн} + 1,2,5\text{-тмн})$;

-мн, -дмн и -тмн – метилнафталины, диметилнафталины и триметилнафталины соответственно



СОПОСТАВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДИК ДЛЯ АНАЛИЗА НЕФТЯНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВЫ

Туров Ю.П., Гузньева М.Ю., Лазарев Д.А.

БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

*yuri_tom@rambler.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_199**

В работе приведен анализ источников погрешности по результатам исследования нефтяного загрязнения образцов почвы реальных и искусственно загрязненных в условиях лабораторного моделирования.

В природоохранном контроле нефтяного загрязнения почвы используют различные методики, в основе которых – применение гравиметрических, фотометрических и хроматографических методов, каждому из которых предшествует процедура экстракционного извлечения и концентрирования аналита. Несмотря на различную природу формирования аналитических сигналов, все эти методы являются косвенными – для получения конечного результата анализа необходим этап калибровки с использованием стандартных образцов. Но многокомпонентность образцов нефти и чрезвычайная вариабельность их состава приводит к невозможности существования «стандартного образца состава нефти».

Поэтому при аттестации и калибровке методик используют «стандартные образцы», моделирующие только заключительный этап анализа – получение приборного отклика на соответствующее методике свойство образца: массу неполярной части продуктов жидкостной экстракции, интенсивность их светопоглощения или люминесценции, сумму площадей хроматографических пиков. Однако вследствие отмеченной широкой вариабельности состава реальных образцов нефти успешность попыток моделирования «стандартными образцами» и их отдельных свойств (оптических, люминесцентных и др.) не гарантирована.

Методами хроматомасс-спектрометрии был исследован состав образцов экстрактов, используемых в гравиметрических, спектрофотометрических и люминесцентных методиках для оценки нефтяного загрязнения почвы. Показано, что часть материального состава экстракта, отвечающего за формирование соответствующего методике аналитического сигнала на финальной стадии анализа, составляет от 60 до 30% от общей его массы.

Исследование состава экстрактов из почвы при лабораторном моделировании нефтяного загрязнения показало, что даже при использовании горячей экстракции хлороформом в аппарате Сокслета в экстракт переходит в зависимости от состава нефти и от влажности искусственно загрязняемой почвы от 25 до 70% массы добавленной нефти. Выходы экстрактов при моделировании нефтяного загрязнения образца аллювиальной почвы товарной нефтью Федоровского месторождения (Западная Сибирь, ХМАО), % от массы добавленной нефти: при влажности почвы 10% - 58 и 47%, при влажности 30% - 64 и 30% хлороформенного и гексанового экстрактов соответственно. В качестве фона использовали образец реальной почвы с содержанием нефтяного загрязнения 34 мг/кг (ПНД Ф 16.1.41-04), в который добавляли воду (для регулирования влажности) и загрязняющую нефть. Хлороформенный экстракт получен в аппарате Сокслета, гексановый - это выход гексановой фракции деления хлороформенного на окиси алюминия в соответствии с ПНД Ф 16.1.41-04.

ЭПР-СПЕКТРОМЕТРИЯ КАК МЕТОД АНАЛИЗА ОБРАБОТАННОЙ ИОНИЗИРУЮЩИМ ИЗЛУЧЕНИЕМ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

Тхорик О.В.

ФГБНУ Всероссийский научно-исследовательский институт радиологии и агроэкологии,
Обнинск, Россия

oxana.tkhorik@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_200

В 1895 году П. Кюри установил, что различные объекты могут отличаться по своим магнитным свойствам в зависимости от наличия или отсутствия вблизи них магнитного поля. Это открытие стало первым этапом в мировой науке, предшествующее открытию явления электронного парамагнитного резонанса Е.К. Завойским в 1944 году. Суть явления заключается в том, что при введении электронной системы с ненулевым электронным спиновым моментом в постоянное магнитное поле, неспаренные электроны, находящиеся на внешней электронной орбите, ориентируются параллельно и антипараллельно линиям магнитной индукции, тем самым образуя два энергетических уровня. При воздействии электромагнитным излучением на данную электронную систему можно спровоцировать переходы электронов между образовавшимися энергетическими уровнями. На основе данного явления был разработан метод электронного парамагнитного резонанса (метод ЭПР-спектроскопии), который заключается в регистрации энергии, поглощенной в результате перехода электронов с низшего энергетического уровня на более высокий.

При помощи метода ЭПР в исследуемых образцах можно выявить свободные радикалы, ион-радикалы, частицы в триплетном состоянии, парамагнитные ионы переходных и редкоземельных металлов. В результате чего данный метод получил широкое распространение в различных областях промышленности (медицина, экология, геология, химия, металлургия и др.). Однако наибольшее применение ЭПР-метод получил в пищевой промышленности, для идентификации и радиационной оценке, обработанной ионизирующим излучением продуктов питания.

Целью данной работы является рассмотрение некоторых случаев из мирового опыта по анализу радиационно-обработанной пищевой продукции методом ЭПР-спектроскопии. Стоит отметить, что идентификация облученной продукции и оценка поглощенной дозы осуществляется за счет анализа образовавшихся в результате облучения пиков ЭПР-спектра. Наиболее информативными показателями являются амплитуда, ширина и площадь под пиком, отношение сигнал/шум, g-фактор

В работе [1] проведен анализ облученных ягод годжи методом ЭПР-спектроскопии. В результате исследования можно сделать вывод о том, что поглощенная продуктом доза прямо пропорциональна амплитуде пика ЭПР-спектра. Следовательно, чем выше доза облучения, тем выше точность определения поглощенной продуктом дозы. В работе [2] отметить, что наиболее эффективным методом идентификации облученной продукции является анализ образцов костной ткани (ОКТ) для мясной продукции и образцов кожи и чешуи (ОКЧ) для рыбной продукции. В работе [3] на примере облученных свежих фруктов наблюдается обратно пропорциональная зависимость амплитуды ЭПР-сигнала от времени, прошедшего с момента облучения.

Список литературы

1. Mladenova R.S., Aleksieva K.I., Nacheva I.B. Effect of gamma irradiation on antiradical activity of goji berry fruits (*Lycium barbarum*) evaluated by EPR spectroscopy. – 2019. – Vol. 320. – P. 569-575.
2. Timakova R.T., Tikhonov S.L., Tikhonova N.V., Poznykovskiy V.M. Use of the method of electron paramagnetic resonance for determination of absorbed dose of ionizing radiation of different types of meat and fish raw materials. // Foods and Raw Materials. – 2017. – Vol. 5. – No. 2. – P. 162-169.
3. Aleksieva K.I., Yordanov N.D. Various approaches in EPR identification of gamma-irradiated plant foodstuffs: A review. // Food Research International. – 2018. – Vol.105. – P. 1019–1028.

**ЭКСТРАКЦИОННО - ХИМИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ И РАЗВИТИЯ
КРУПНЫХ ВОДНЫХ СИСТЕМ***Хумонина О.В., Темерев С.В.*

ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия

*oksana_khumonina@mail.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_201**

Крупные водные системы при взаимодействии с поверхностью водосборной площадью и источниками поступления загрязняющих веществ испытывают химическую нагрузку различного уровня. Химический мониторинг состава поверхностных вод необходимо выполнять на проблемных участках бассейна и местах впадения крупных притоков в основной водоток. Обеспечение экологической безопасности поверхностных вод основано на периодическом химико-аналитическом контроле текущего состояния и развития компонентов экосистем.

Наличие природных и техногенных источников, различных по спектру и мощности, при протяженной территории водосбора усложняет оценку взаимодействия главного водотока с химическими источниками на водосборе. В этой связи актуальной проблемой качества речных вод бассейна Оби является оценка такого взаимодействия методом химических индикаторов – микроэлементов [1]. Дополнено новым комплексом методик одно из направлений электрохимических методов – инверсионная вольтамперометрия гидридообразующих и легколетучих элементов, в том числе повышены методические требования до уровня «зеленой химии». Качество воды Оби определяется, во-первых, природными комплексами с рассредоточенными источниками тяжелых металлов, терригенного и органического вещества, во-вторых, антропогенными химическими источниками элементов, локализованными в городах по берегам Оби и притоков. Несмотря на достаточно большое количество фактического материала, представляемого в ежегодниках Росгидромета, его практически нельзя использовать для сравнительного комплексного анализа экосистем бассейна Оби по целому ряду химико-методических причин. Современная оценка взаимодействия Оби с сосредоточенными и рассредоточенными источниками на базе представительного мониторинга микроэлементов актуальна как в фундаментальном, так и в практическом плане, особенно для бассейнов крупных рек мира.

Идентифицированы антропогенные источники микроэлементов, фенолов и нефтепродуктов, а также цинка, меди, свинца и кадмия в пространственно-временном формате, на основании представительных эко-аналитических результатов определения микроэлементов в водных экосистемах выявлены неблагоприятные участки источников загрязнения (районы города Барнаула, где наиболее загрязнён снежный покров) Оби и приоритетные токсиканты поверхностных вод.

Показано формирование химического состава стока на модельных участках бассейна Оби, распределение химической нагрузки на водную экосистему бассейна Оби, апробированы разработанные методики подготовки проб к анализу и методики для фонового химического мониторинга микроэлементов [2].

Список литературы

1. Темерев, С.В. Микроэлементы в поверхностных водах бассейна Оби: монография / С.В. Темерев; науч. ред. В.М. Савкин. – Барнаул: Изд-во Алт. ун-та, 2006. – 336 с.
2. Хумонина О. В., Темерев С.В. Расчёт химической нагрузки на русловую сеть в области влияния Барнаула от снегового стока фенолов. /Системы обеспечения техносферной безопасности. Материалы V всероссийской научной конференции и школы для молодых ученых (с международным участием). - Таганрог, Россия, 5 – 6 октября 2018 г. С. 117-120.

ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРНОВ МЕСТОРОЖДЕНИЙ ТОМСКОЙ ОБЛАСТИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

Цыро Л.В.¹, Пичугина А.А.¹, Унгер Ф.Г.²

¹ БУ ВО Сургутский государственный университет, Сургут, Россия

²Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

larisa.tsyro@yandex.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_202

Методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) установлено, что породы коллектора (керновый материал) содержит большое количество молекул с неспаренными электронами.

В качестве объектов исследования были взяты образцы кернов месторождений Томской области. Образцы отличаются по глубине залегания керна и по породам.

Предварительная подготовка заключалась в измельчении образца керна в шаровых мельницах. Полученный таким образом порошок помещался в ампулу из кварцевого стекла, ампула – в резонатор ЭПР– спектрометра. В работе использовался спектрометр марки SE/X, работающий в X– диапазоне.

Концентрация спиновых центров для синглета свободных радикалов (оценка по линии в области g-фактора ~2) во всем интервале глубин составляет величину порядка 10^{18} спин/г. В глубинной области наблюдается возрастание спиновых центров для синглета свободных радикалов для некоторых образцов – угольных переслаивающихся пород. Для этих образцов значение может достигать 10^{20} спин/г. Последнее является следствием того, что вклад в синглет будет давать и углерод. Примеры образцов с рассматриваемой характеристикой приведены в таблице.

Таблица. Данные концентрации спиновых центров для синглета свободных радикалов ($C_{сц}^s$)

Месторождение	Порода	Глубина залегания, м	$C_{сц}^s \cdot 10^{-18}$, спин/г
Калиновое	Аргиллит	2549,0–2557,0	2,0
Калиновое	Алевролит	2818,0–2822,0	4,1
Калиновое	Уголь	2930,0–2936,0	226,0
Калиновое	Уголь	2936,0–2941,0	626,7
Северно-Калиновое	Аргиллит	2579,0–2605,0	2,8
Северно-Калиновое	Аргиллит	2592,0–2597,0	4,0
Северно-Калиновое	Аргиллит	2608,0–2612,0	2,1
Северно-Калиновое	Аргиллит	2636,0–2646,0	2,7
Северно-Калиновое	Аргиллит	2690,0–2697,0	1,5
Северно-Калиновое	Переслаивающиеся глина, алевролит	2697,0–2705,0	2,5

1. Спиновые свойства присущи всем осадочным породам независимо от их типа (аргиллит, алевролит, песчаник, переслаивающаяся порода).

2. Установлено, что концентрация спиновых центров разных типов пород соответствует величине порядка 10^{21} спин/г. Изменение концентрации спиновых центров в зависимости от глубины залегания имеет динамический характер, но наблюдается тенденция в уменьшении с увеличением глубины, что связано с уплотнением породы, приводящим к установлению дополнительных химических связей через перекрывание и заселение электронными парами ставших замкнутыми спин-орбиталей.

3. Показано наличие в породах органического вещества с концентрацией во всем интервале глубин порядка 10^{18} спин/г.

ИЗВЛЕЧЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩИМ СОРБЕНТОМ НА ОСНОВЕ ВИНИЛТРИАЗОЛА

Шаулина Л.П.¹, Кузнецова Н.П.², Трофимова О.М.², Прозорова Г.Ф.²

¹ФГБОУ ВО Иркутский государственный университет, Иркутск, Россия

²ФГБУН Иркутский институт химии им. А.Е. Фаворского СО РАН, Иркутск, Россия
shaulinalP@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_203

Для определения микроколичеств благородных металлов как из природных объектов, так и из вторичного сырья с предварительным концентрированием используют различного типа комплексообразующие сорбенты. Эффективными сорбентами зарекомендовали себя сополимеры на основе 1-винил-1,2,4-триазола, активность которых обеспечивается наличием атома азота в 4 положении гетероцикла. Сополимер выступает в роли анионообменника за счет атома азота, который является донором в возможном координационном взаимодействии. На сорбционную активность сополимеров оказывают влияние сомомеры, играющие роль и сшивающих агентов.

Целью работы явилось изучение условий сорбционного извлечения хлоридных комплексов палладия и платины сополимером 1-винил-1,2,4-триазола с полиорганосилоаном (триметоксисилилметилметакрилатом) в различных соотношениях, установление сорбционных характеристик и возможности использования сорбента.

Показано, что извлечение тетрахлоридного комплекса палладия в статических условиях не зависит от концентрации HCl и H₂SO₄ в интервале 0,01-5М, а при концентрации более 5М происходит резкое снижение сорбции. В азотной кислоте в указанном интервале концентраций сорбция уменьшается приблизительно на 20%. Для гексахлоридного комплекса платины извлечение не зависит от природы и концентрации кислот в интервале 0,01-1М, с дальнейшим увеличением концентрации кислот происходит плавное снижение сорбции. Предполагается, что полученный характер зависимости связан с координационным взаимодействием PdCl₄²⁻ с донорным атомом азота. Для платины возможно ионообменное взаимодействие с конкурирующим влиянием анионов кислоты. Методами ИК, КР-спектроскопии и элементного анализа подтвержден механизм взаимодействия и состав соединений, образующихся в твердой фазе сорбента. Сорбция характеризуется высокой скоростью извлечения: время установления равновесия для хлоридных комплексов палладия и платины 30 и 20 мин при времени полусорбции 10 и 8 мин соответственно. Выяснено, что сорбция палладия лимитируется смешанно-диффузионным типом кинетики. Рассчитаны коэффициенты диффузии и энергия активации.

На основе кривых равновесного распределения ионов платины и палладия от их концентрации в 1М растворах кислот рассчитаны значения сорбционной емкости и коэффициентов распределения, которые не уступают известным азотсодержащим сорбентам.

ЛЕКАРСТВЕННОЕ СРЕДСТВО «ЙОДАНТИПИРИН» КАК АНАЛИТИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ

Ярцев И.Т., Затонская Л.В., Темерев С.В.

ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия
ilyayarcev@gmail.com

DOI: 10.26902/ASFE-11_204

Йодантипирин – противовирусный препарат, индуктор эндогенного интерферона. Относится к группе нестероидных противовоспалительных препаратов производных пиразолона. Стабилизирует биологические мембраны и задерживает проникновение вируса в клетку. В настоящее время накоплен многолетний опыт применения препарата в качестве профилактического средства при клещевом энцефалите и других болезней.

Известно, что антипирин может выступать в качестве аналитического реагента, например, для извлечения ртути [1]. В данной работе было осуществлено исследование способов синтеза йодантипирина и его последующего применения в качестве аналитического реагента.

Синтезированы два образца йодантипирина [2,3], отличающиеся использованным растворителем. В первом случае использовалась вода, во втором – изопропиловый спирт. Установлено, что синтез с использованием воды в качестве растворителя, более предпочтителен, так как синтезируется более чистое вещество. Синтез с использованием изопропила имеет больший выход, но вещество получается сильно загрязненным и нуждается в дальнейшей очистке.

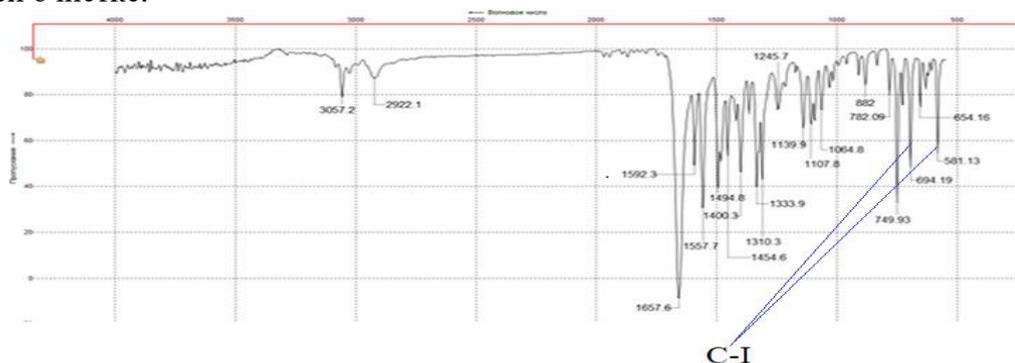


Рисунок 1 - ИК-спектр синтезированного йодантипирина

Установлено, что синтезированный йодантипирин реагирует с ионами Cd^{2+} , Hg^{2+} , Hg^+ , причем с кадмием и ртутью (II) с образованием осадка, что свидетельствует о перспективности использования йодантипирина в гравимитрическом анализе.

Список литературы

1. RU 2523467 C1, МПК C01G 13/00. Способ экстракционного извлечения ртути (II) из хлоридных растворов / Темерев С.В; патентообладатель ФГБУ ВПО “Алтайский государственный университет”. - №201310399/05; заявл. 23.01.2013; опубл. 20.07.2014 Бюл. №20. – 6 с.
2. RU2401830C1, МПК C07D 231/22. Способ получения 1-фенил-2,3-диметил-4-йодпиразолона-5 (йодантипирина) / Трусова М.Е., Краснокутская Е.А., Филимонов В.Д.; патентообладатель Худолей В.Н. - №2009112523/04; заявл. 06.04.2009; опубл. 20.10.2010 Бюл. №29. – 8 с.
3. RU2179551C1, МПК C07D 231/22. Способ получения 1-фенил-2,3-диметил-4-йодпиразолона-5 (йодантипирина) / Килин М.Т., Крамаренко Н.А., Сидоров В.В., Брыляков П.М.; заявитель и патентообладатель ООО "Поле", ООО "Наука, Техника, Медицина. - №2000116368/04; заявл. 20.06.2000; опубл. 20.02.2002. – 6 с.

ВЛИЯНИЕ pH СРЕДЫ НА ДИНАМИКУ ПРОРАСТАНИЯ СПОР *BACILLUS SUBTILIS*

Яценко Е.С., Затонская Л.В., Петухов В.А., Лыков П.В.
ФГБОУ ВПО Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия
mlprx@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_205

Для эффективного культивирования микроорганизмов показатель pH среды должен быть оптимальным для их роста. Устойчивость разных таксонов к изменениям кислотности различна, но для многих оптимальный показатель pH среды составляет 7,0 -7,6 [1]. Бактерии рода *Bacillus* аэробные, грамположительные, широко распространены в природе, устойчивы к воздействию химических и физических факторов среды. Особенностью рода *Bacillus* являются образование эндоспор – это особый тип покоящихся клеток, которые формируются эндогенно, т.е. внутри материнской клетки. Переход бактерий к спорообразованию наблюдается при истощении питательного субстрата, недостатке источников углерода, азота, фосфора, изменении pH [2]. При попадании в благоприятные условия или под влиянием физико-химических факторов происходит активация спор (1-2 минуты) с последующей инициацией и прорастанием (20-30 минут), и выростанием в вегетативные клетки (60-90 минут) [3]. Активация осуществляется различными воздействиями – pH, некоторыми веществами, повышением температуры, ультразвуком

Цель работы – определить оптимальную pH среды, при котором время прорастания споры минимально.

Для исследования были использованы бактерии *Bacillus subtilis* В-12079, *Bacillus subtilis* В- 2896, *Bacillus subtilis* В- 2895, *Bacillus subtilis* В- 4828, *Bacillus subtilis* В- 1323, *Bacillus subtilis* В- 5449. Из спор готовили суспензию: в колбу с питательной средой, состоящую из компонентов: пептон ферментативный, дрожжевой экстракт, натрий хлористый, сульфат аммония, вода дистиллированная вносили споры, титр 10⁷. Значение pH среды варьировалось от 5 до 10. Культивировали в шейкер-инкубаторе «Innova 44» при 250 об/мин и температуре 37°. В качестве контрольной пробы рассматривались споры, культивируемые при pH среды 7,0-7,2. В ходе эксперимента каждые 10 минут контролировали состояния спор и бактериальных клеток на временных препаратах, а также производили подсчет процентного соотношения спор и вегетативных клеток. Для этого изготавливали мазки и окрашивали препараты по методу Пешкова. Бактериальные препараты анализировали на световом микроскопе Люмам ("Ломо", Россия). pH среды измеряли иономером рХ-150МИ.

В результате исследований было установлено: минимальное время прорастания спор при pH среды 8,0-8, 2. Первые вегетативные клетки появились через 50 мин, основное количество бактерий проросли через 80-90 минут. В контрольной пробе время прорастания в среднем 150 мин. Минимальное время прорастания показали штаммы *Bacillus subtilis* В-12079, *Bacillus subtilis* В- 4828, *Bacillus subtilis* В – 1323; среднее – штаммы *Bacillus subtilis* В- 2896, *Bacillus subtilis* В- 2895 время прорастания близкое к контрольной группе *Bacillus subtilis* В- 5449.

Список литературы

1. Заядан В. К., Баймаханова Г. Б., Ораз Г., К. Болатхан, Зенина Е. В. Выделение новых штаммов цианобактерий и их консорциум с микроводорослями// Вестник Каз НУ Серия Экологическая. 2013, Т. 37 № 1.
2. Федорова О. В., Юнусова З. С., Назмиева А. И, Валеева Р. Т. Спорообразующие пробиотические микробные культуры и препараты на их основе// Вестник технологического университета. 2016. Т.19, №16, С. 166-170.
3. Озеров М.Ю., Попов В.Г., Каркищенко Н.Н., Попов Д.В., Пчелинце С.Ю, Каркищенко В.Н. Активация рецепторов прорастания спор *V. anthracis* //Биомедицина № 2, 2011, С. 18-23.



Ο ΣΠΟΝΣΟΡΑΧ

КОМПАНИЯ «МС-АНАЛИТИКА»

30 ЛЕТ НА РОССИЙСКОМ РЫНКЕ ЛАБОРАТОРНОГО И АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

За годы работы мы вместе с нашими пользователями прошли большой путь тесного профессионального сотрудничества. Нами были поставлены и запущены в эксплуатацию тысячи единиц высокотехнологичного аналитического оборудования. С первого дня работы мы сопровождали каждый прибор и в полном объеме предоставляли всем нашим потребителям высококвалифицированную гарантийную, сервисную и методическую поддержку.

КОМПАНИЯ «МС-АНАЛИТИКА»

ЛУЧШЕЕ АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ОТ ВСЕМИРНО ИЗВЕСТНЫХ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ



Автоматизированные системы подготовки и очистки образцов.



Анализаторы ЛОС в режиме реального времени методом PTR-MS.



**Agilent
Technologies**

Газовые хроматографы и масс-спектрометры, в том числе высокого разрешения.

PICARRO

Компактные лазерные газоанализаторы для широкого спектра исследований и контроля.



Нано- и микропоточные ВЭЖХ-системы для клинических исследований.

Isotopx

Изотопные масс-спектрометры с термической ионизацией и масс-спектрометры для анализа благородных газов, мультиколлекторный ИСП-масс-спектрометр.

Waters

Жидкостные хроматографы и масс-спектрометры, в том числе высокого разрешения.



Элементные анализаторы и изотопные масс-спектрометры для анализа легких элементов.



Системы ИК-фурье-спектроскопии для газовой и жидкостной хроматографии.



Широкий спектр периферийного и общелабораторного оборудования, а также исчерпывающий выбор расходных материалов.



Автоматизированные системы для термодесорбции и экстракции.



Инновационные приборы для термической пробоподготовки: системы пиролиза, термодесорбции, барботирования.

Мы в полном объеме обеспечиваем сервисное обслуживание всех поставляемых приборов и оборудования, а также продолжаем оказывать техническую поддержку нашим пользователям оборудования Thermo Fisher Scientific.

- **ИМПОРТНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ**
- **ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА**
- **РАСТВОРИТЕЛИ**
- **АНАЛИТИЧЕСКИЕ СТАНДАРТЫ**
- **РАСТВОРИТЕЛИ ДЛЯ ЯМР**
- **СО СКЛАДА В МОСКВЕ И ПОД ЗАКАЗ**

MERCK

Sigma-Aldrich®

Lab & Production Materials

TH.GEYER
SUPPLYING YOUR IDEAS

DASITGROUP

CARLO ERBA
REAGENTS

Supelco®
Analytical Products

SAFC®
Pharma & Biopharma Raw
Material Solutions

chemPUR
Ihr Partner für Chemie & Physik

fluorochem

Alfa Aesar

abcr

CHEM
IMPEX

Toronto Research Chemicals
products for innovative research



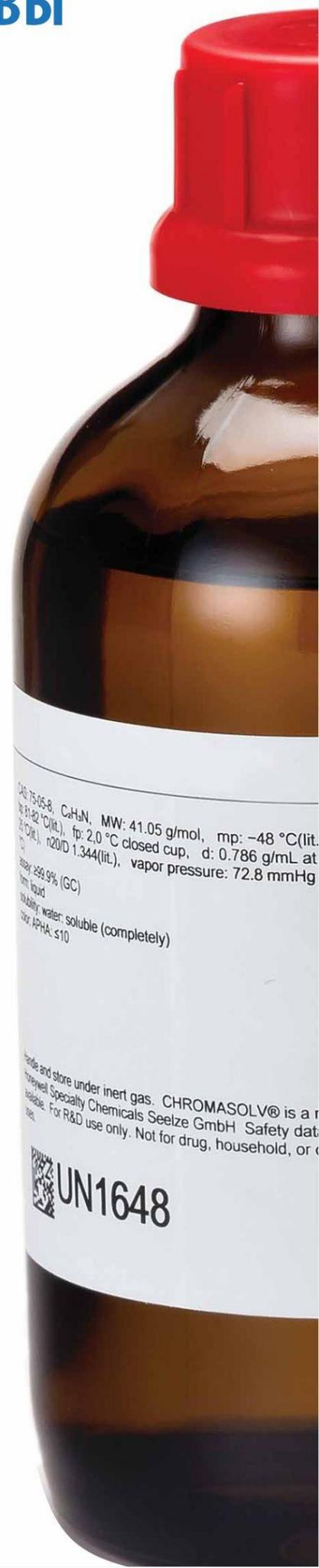
Все для Вашей лаборатории

ГАЛАХИМ

+7 (495) 151-01-50

andresyuk@gmail.com

www.galachem.ru





Реолгрейд | Лучшие решения сервис для вашей лаборатории

Поставка и обслуживание аналитического оборудования
ведущих зарубежных производителей



Agilent

Авторизованный
дистрибьютор

- Элементный анализ
- Молекулярная спектроскопия
- Газовая хроматография
- Жидкостная хроматография
- Масс-спектрометрия



**BECKMAN
COULTER**

Life Sciences

- Центрифугирование
- Проточная цитометрия
- Лабораторная автоматизация
- Сортировка клеток
- Счетчики и анализаторы частиц

RENISHAW 
apply innovation™

- Конфокальная рамановская
спектроскопия

 **FRONTIER LAB**

- Оборудование для пиролитической
хроматографии



Наукоград Кольцово

reolgrade.ru

Тел. (383) 347-44-54, 347-67-75, reolgrade@reolgrade.ru

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ НАУЧНЫХ И БИОТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ



Biomek i-series

Автоматизация лабораторных методик. Геномные, клеточные и протеомные исследования и пробоподготовка.



CytoFLEX

Проточный цитометр для разработки препаратов: от оценки трансфекции, жизнеспособности и цитотоксичности до оценки иммуномодулирующих свойств.



LS 13 320 XR

Распределение по размеру частиц в суспензиях, эмульсиях и сухих порошках методом лазерной дифракции.



DelsaMax Pro

Определение размера, молекулярного веса и дзета-потенциала белков и макромолекул.



Multisizer 4E

Метод Культера для определения размера и количества частиц и клеток. Исследование скорости клеточного ответа, контроль качества фильтрации.



Optima AUC

Система характеристики белков в нативном состоянии в растворе, исследование взаимодействия белков с другими молекулами (0.1 кДа до 100 МДа).



Vi-CELL XR Blue

Определение жизнеспособности клеток по включению трипанового синего. Подсчет количества и концентрации, скорости роста и удвоения биомассы.



HAC 9703+

Контроль готовых препаратов на довидимые включения. Обработка как больших (>1 л), так и малых (до 200 мкл) объемов проб.



Vi-CELL MetaFLEX

Измерение параметров клеточного окружения: pH, содержания кислорода и углекислого газа, ионов электролитов, глюкозы и лактата. Результаты за 35 секунд при объеме пробы 65 мкл.



QbD 1200

Лабораторный анализ TOC в очищенной воде и воде для инъекций. Валидация очистки воды с диапазоном от 0.4 ppb до 100 ppm.



Avanti JXN-30

Высокоскоростная центрифуга с большим набором роторов для концентрирования клеток и осветления культуральной среды.



MET ONE HHPC+

Очень легкий и удобный счетчик для рутинного мониторинга и классификации чистых помещений класса ISO 5 и выше.



ANATEL PAT 700

Онлайн контроль воды для производства на содержание TOC.



MET ONE 3400

Мониторинг чистых помещений, тестирование HEPA-фильтров. Интеграция в систему непрерывного мониторинга на производство.

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР

Атомно-абсорбционные спектрометры (ААС) компании Agilent Technologies отличаются производительностью, удобством в эксплуатации и высочайшей надежностью. Они широко применяются как для сложных аналитических задач, так и для поточного анализа. Модели линейки ААС Agilent 240FS/280FS с патентованной системой быстрого последовательного анализа (Fast Sequential) - самые быстродействующие и высокопроизводительные ААС с пламенным атомизатором в мире. ААС Agilent 240 и 280 с электротермическим атомизатором и корректором фона с использованием эффекта Зеемана отличаются высокой производительностью, точностью, прекрасными параметрами печи и точной коррекцией. Agilent Duo - уникальный, единственный в мире приборный комплекс, позволяющий проводить истинно параллельный анализ методами пламенной и электротермической атомизации.



АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР С СВЧ-ПЛАЗМОЙ

Атомно-эмиссионный спектрометр с СВЧ-плазмой Agilent 4210 СВЧП-АЭС - истинная революция в технике спектрометрии: при использовании в комплекте с генератором азота рабочая среда прибора - воздух. Agilent 4210 СВЧП-АЭС - компактный, безопасный, высокочувствительный автоматизированный прибор. МП-АЭС Agilent 4210 безопасен и экономичен, имеет исключительно высокую чувствительность и низкие пределы обнаружения, превосходит по быстродействию пламенные атомно-абсорбционные спектрометры (ААС), не требует для работы дорогостоящие горючие газы - для работы Agilent 4210 требуется только воздух.



ОПТИКО-ЭМИССИОННЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ

Оптико-эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) Agilent 5800 ICP-OES и 5900 ICP-OES доступны в двух конфигурациях:

- Вертикальный двойной обзор (VDV) — высокая производительность, легкая модернизация до конфигурации синхронного вертикального двойного обзора (SVDV) на случай необходимости увеличения производительности лаборатории.
- Конфигурация с радиальным обзором плазмы (RV) превосходно подходит для лабораторий, которым необходим высокоэффективный и высокопроизводительный ИСП-ОЭС с радиальным обзором.

ИСП-ОЭС Agilent имеют инновационную запатентованную оптику с технологией «свободной формы», обеспечивающую низкие пределы обнаружения и высокие разрешения.



ХРОМАТОГРАФИЯ И ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ

Серия хроматографов Agilent 1200 Infinity II имеет модульную конструкцию, позволяющую формировать конфигурации, наиболее подходящие по требованиям прикладных задач любой сложности. Жидкостные хроматографы Agilent – это превосходные завершённые системы, рассчитанные на самую высокую производительность с одновременным улучшением качества хроматографических результатов. В списке оборудования представлены линейка высокоэффективных газовых хроматографов от микро- до потоковых промышленных хроматографов.



ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ

Ключом к результативности газового хроматографа Agilent 8890 является использование улучшенного модуля электронного регулятора давления (ЕРС) на основе микроканалов, а также высокоэффективного контроля температуры термостата, что дает исключительно точную воспроизводимость времени удерживания – основы всего хроматографического анализа. Газовый хроматограф Agilent 8890 также имеет возможности для расширения конфигурации. Можно установить до двух впускных каналов и до четырёх детекторов, способных работать одновременно. Имеются шесть ключей для колонок (быстрая идентификация колонки, температурных пределов и монитор использования) и три USB-порта. Газовый хроматограф Agilent 8890 GC обладает улучшенным аппаратным и программным обеспечением, что облегчает установку и работу методик с обращением потока.



ВЭЖХ-МС и ГХ-МС

В основе высокоэффективного источника одноквадрупольного газового хромато-масс-спектрометра Agilent 5977B Series GC/MSD System лежит многолетний опыт разработки самых надежных одноквадрупольных систем ГХ-МС. Инновационный высокоэффективный источник ионов (HES) обеспечивает 10-кратное увеличение чувствительности.

Одноквадрупольная ВЭЖХ-МС система Agilent InfinityLab LC/MSD iQ - интегрированная, эргономичная и портативная система для быстрого подтверждения соединений и обеспечения большей специфичности и селективности, чем УФ-детектор.

Революционный жидкостный tandemный трехквадрупольный ВЭЖХ-МС Ultivo LC/TQ занимает площадь на 70% меньше таковой для аналогичных трехквадрупольных систем той же производительности.


ВЭЖХ-МС/МС QQQ и ГХ-МС/МС/QQQ

За счет использования новой конструкции времяпролетного анализатора (True Hi-Def TOF), жидкостный времяпролетный хромато-масс-спектрометр повышенной точности (Accurate-Mass) серии 6200 обеспечивает беспрецедентные быстрдействие и эффективность при малогабаритном настольном исполнении. Его целесообразно использовать для подтверждения наличия синтетических соединений, получения профилей биологических маркеров, идентификации примесей, поточном анализе на содержание пестицидов, определении параметров необработанных протеинов.

Трехквадрупольный газовый хромато-масс-спектрометр Agilent 7010B обеспечивает количественное определение аналитов на прежде недостижимом уровне. Новый высокоэффективный источник ионизации электронным ударом (EI) позволяет снизить пределы обнаружения до уровня аттограммов и определять следовые и ультраследовые количества аналитов с большей достоверностью, чем когда-либо прежде.


ВЭЖХ-МС/МС Q-TOF и ГХ-МС/МС Q-TOF

В жидкостном квадрупольном времяпролетном хромато-масс-спектрометре серии 6500 сочетаются времяпролетный и квадрупольный анализаторы высокой точности (Accurate-Mass Q-TOF), причем последний имеет оригинальную высокоразрешающую конструкцию (True Hi-Def TOF). Благодаря этому детекторы данной серии обеспечивают непревзойденную точность определения отношения массы к заряду иона и позволяют избежать всяких сомнений при определении структуры и идентификации целевых соединений.

Квадрупольный газовый времяпролетный хромато-масс-спектрометр Agilent 7250 GC/Q-TOF с универсальным ПО MassHunter это новейший и самый совершенный газовый хроматограф с квадрупольно-времяпролетным масс-детектором высокого разрешения в линейке масс-спектрометров Agilent. Он позволяет анализировать практически любые молекулы и элементы: от сложных метаболомных исследований до поиска пестицидов в сложных матрицах, от исследования состава растительных экстрактов до контроля примесей в химическом сырье.


МОЛЕКУЛЯРНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ
УФ-ВИД СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ И ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРЫ

Линейка УФ-Вид спектрофотометров включает в себя приборы различных классов. Cary 60 - уникальный по своим техническим характеристикам прибор для самого широкого круга спектрофотометрических задач от рутинного анализа до уникальных специфических анализов. УФ-Вид Cary 3500 разработан как модульная система, не имеет подвижных частей и допускает измерение проб при четырех различных температурах одновременно. Спектрофотометр Cary 5000 с инновационной технологией PbSmart, позволяющей расширить спектральный диапазон в ближнюю ИК область до 3300 нм.

Cary 630 FTIR имеет ультракомпактный размер, превосходная производительность, многосторонность и легкость в использовании - идеальный выбор для пользователей, которые нуждаются в надежном спектрометре повседневного использования.


СПЕКТРОФЛУОРИМЕТРЫ

Cary Eclipse - спектрофлуориметр с двумя сверхбыстрыми сканирующими монохроматорами, построенный на основе пульсирующей ксеноновой лампы и оптики Шварцшильда. Cary Eclipse обеспечивает работу в режимах измерения флуоресценции, фосфоресценции, хими- и биолоуминесценции. Сочетание мощности светового импульса лампы с оптикой Шварцшильда обеспечивает максимальную чувствительность прибора, повышает светоотдачу более чем в 100 раз и создает световую иммунность к комнатному освещению при открытом кюветном отделении.





Официальный и эксклюзивный представитель ведущих мировых производителей

- Элементный и изотопный состав
- Молекулярный состав
- Анализ поверхности
- Свойства порошков
- Реология
- Магнитные свойства
- Микро и наночастицы
- Технический сервис
- Методическая поддержка
- Индивидуальный подход
- Специальные проекты
- Демонстрационные анализы
- Склад запчастей и материалов
- Высокая ответственность

www.lab-test.ru



Исследовательские потенциостаты-гальваностаты с опциями измерения импеданса;
Внешние усилители тока и напряжения;
Измерители импеданса;
Тестирование материалов;
Промышленные и исследовательские станции тестирования батарей;
Станции тестирования топливных элементов;
Сканирующие системы;
Устройства вращающегося электрода;
Устройства кварцевого микробаланса;
Аксессуары для тестирования батарей и ХИТ;
Широкий спектр ячеек, электродов и т.д.
Спектрометры кругового дихроизма.



Официальный представитель в РФ
ООО "АКА-ЛОДЖИК"

г. Красногорск, Ильинское ш, дом № 1А, пом 14.2
+7 (969) 077-72-72;

www.ilpa-tech.ru, www.aka-logic.ru

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА

ШИРОКИЙ СПЕКТР ОБОРУДОВАНИЯ И УСЛУГ

**ТЕРМО
ТЕХНО**
ГРУППА КОМПАНИЙ



КОМПЛЕКСНЫЕ РЕШЕНИЯ

- ➔ Оснащение лабораторий «под ключ»
- ➔ Ведение курсов повышения квалификации персонала лабораторий и ОТК по индивидуальным программам
- ➔ Разработка, аттестация и внедрение методик выполнения измерений в рамках исследовательских и производственных задач
- ➔ Комплексная сервисная поддержка
- ➔ Экспертиза и оптимизация организации процессов контроля качества различных производств
- ➔ Подбор оптимальных параметров и автоматизация аналитического контроля
- ➔ Автоматизация рутинных методик мокрой химии, экология и безопасность

ThermoFisher
SCIENTIFIC

HERZOG

nucomat

FURNACE
TECHNOLOGIES

PXR
PROCON X-RAY

**LAM
PLAN**

FRITSCH

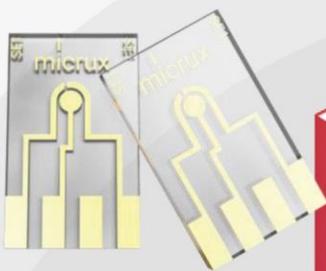
INNOVATEST
Advanced Materials Testing Solutions

Formulation
Smart scientific analysis

JOH. MÜLLER
KUNSTSTOFF GMBH



OhmLiberScience



микро-
флюидика

кварцевый
микробаланс
QCM-D, eQCM



электро-
ХИМИЯ

материало-
ведение



электро-
аналитика

ХИМИЧЕСКИЕ
ИСТОЧНИКИ
ТОКА



СЕРВИС И КОНСУЛЬТАЦИИ

ГАРАНТИЯ ОТ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ

ПУСКО-НАЛАДОЧНЫЕ РАБОТЫ

ВОЗМОЖНОСТЬ ПОСТОПЛАТЫ



+79111659550

+79111659434



sales@olsci.com

marketing@olsci.com



190005, г. Санкт-Петербург, Набережная Обводного канала, дом 118А,
литера Х, офис 328, БЦ "Малевич"



Компания «ЭЛЕМЕНТ» 20 лет работает на рынке аналитического оборудования и предлагает своим клиентам:

- помощь в выборе аналитического оборудования
- установку и запуск оборудования в лаборатории
- обучение пользователей работе на приборе
- консультирование по техническим и эксплуатационным вопросам, помощь в постановке методик
- гарантийное и послегарантийное обслуживание
- проведение углубленных тренингов для пользователей по эксплуатации и обслуживанию оборудования



Skalar

CEM

**SHOWA
DENKO
EUROPE**

Shodex™

HPLC Columns

MS major
science

 **magritek**

 **AXELSEMRAU**

 **YOUNG IN
Chromass**

www.element-msc.ru

Москва
+7 (495)514-00-47

Екатеринбург
+7 (343) 278-34-64 (65-69)

Новосибирск
+7 (383) 202-07-26

Rigaku Oxford Diffraction

Широкий спектр высокотехнологичных решений для монокристалльных рентгеноструктурных исследований



TechnoInfo

Rigaku
oxford diffraction

В современном мире, бросающем исследователям всё новые вызовы, качественные, быстрые и точные исследовательские инструменты важны как никогда прежде.

Rigaku Oxford Diffraction предлагает целый ряд монокристалльных дифрактометров: от настольных систем с рентгеновским источником на базе запаянной трубки до multifunctional diffractometers с высокомоощным источником излучения на основе вращающимся анодом. Выбор именно тех технологии и производительности, которые лучше всего подходит для ваших исследований, зависит только от вас. Стандартная комплектация всех дифрактометров включает в себя один из детекторов семейства HyPix, построенных на базе технологии HPC.

Компания **Техноинфо**, эксклюзивный представитель **Rigaku Oxford Diffraction** на территории России и ближнего зарубежья, основана в 1999 году, является дистрибьютором ведущих производителей аналитического, лабораторного, испытательного и технологического оборудования, а также обеспечивает сервисное обслуживание и методическую поддержку.

xrd.sales@technoinfo.ru



PlasmaQuant MS
Elite

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ БЕЗ КОМПРОМИССОВ



Классические атомно-абсорбционные спектрометры **AnalytikJena** представлены двумя линейками: компактная **novAA 800** с пламенной, электротермической и комбинированной атомизацией (коррекция фона - дейтериевая и тандемные спектрометры с пламенным, графитовым и гидридным методами атомизации с коррекцией фона Зеемана **ZEEnit 700**.

Инновационные ААС со сплошным источником спектра **contraAA 800** с пламенной, электротермической или тандемным методами атомизации объединяют в себе расширенные аналитические возможности метода ИСП-ОЭС с простотой и надежностью метода ААС. Спектрометры **contraAA 800** позволяют проводить последовательный мультиэлементный анализ 30-40 элементов в одной пробе всего за 5 минут и являются оптимальным решением для анализа проб со сложной матрицей.

Новая серия ИСП-ОЭС спектрометров **AnalytikJena PlasmaQuant 9100** с двойным обзором нового поколения 2+2 (радиальный, радиальный+, аксиальный, аксиальный+), обеспечивающим расширенный динамический диапазон. Уникальная конструкция факела с 4 витками катушки гарантирует самый стабильный факел плазмы для беспрецедентно низких пределов обнаружения (Cd - 0,029 мкг/л, Li - 0,005 мкг/л, Zn - 0,042 мкг/л)

Единственные в мире квадрупольные ИСП-МС **AnalytikJena PlasmaQuant MS** с гигагерцовой чувствительностью сочетают в себе лучшие аналитические характеристики (высокая чувствительность при минимальном уровне шума), высочайшую производительность и минимальный расход газов.



Элементные анализаторы **AnalytikJena multiEA** и **multi N/C** для определения C, N, S, Cl и суммарных параметров TOC, EOX, AOX/TOX в твердых, жидких и газообразных образцах. Модульная конструкция под конкретную аналитическую задачу с возможностью устанавливать дополнительные модули. Детекторы работают в широком диапазоне концентраций: от ppb до %. Технология стабилизации газовых потоков гарантирует высокую воспроизводимость результатов и стабильность калибровки во времени.

AnalytikJena - авторизованный дистрибьютер и сервисный центр на территории РФ и Казахстана



000 «Си Си Эс Сервис» - центральный офис
121351 Москва, ул. Ивана Франко, д. 48Г, стр.4,
тел. (495) 626 59 43, факс (495) 564 80 52
<http://www.ccsservices.ru>, info@ccsservices.ru

analytikjena
An Endress+Hauser Company

ВЫСОКОЕ ИСКУССТВО ПОДГОТОВКИ ПРОБ



MILESTONE
HELPING
CHEMISTS

сделано в Италии



Микроволновые автоклавные системы значительно сокращают время подготовки проб к элементному анализу методами ААС, ИСП-ОЭС и ИСП-МС (минерализация в кислотах) и хроматографическому анализу (экстракция). Являясь закрытыми системами, они позволяют избежать потерь летучих элементов, перекрёстного загрязнения проб, уменьшить расход кислот/экстрагентов и значение "холостого опыта", способствуют максимальной безопасности и автоматизации пробоподготовки.



классическая система Milestone Ethos UP
до 41 образца в одном цикле



реакторная система Milestone UltraWAVE
до 22 разнотипных образцов в цикле

Микроволновые системы **MILESTONE** (Италия) – оптимальное решение для подготовки во всех отраслях производства и контроля: пищевые производства, экологические лаборатории, клинические исследования, геология и металлургия, фармацевтика, нефтехимия и энергетика, производство полимеров, керамики, наноматериалов, огнеупоров и т.д.

Модели **Ethos UP, Ethos Easy и Ethos LEAN** – классические автоклавные системы с 2 магнетронами высокой мощности и высокой равномерностью излучения внутри камеры, что гарантирует максимально равные условия разложения для проб во всех автоклавах. Русифицированное ПО на удобном сенсорном управляющем терминале. Максимальный выбор датчиков контроля температуры и давления (прямой контроль в контрольном автоклаве или бесконтактный ИК-сенсор для измерения температуры во всех автоклавах).

Большой выбор роторов для различных задач: высокого (до 100 атм) давления на 8 или 15 автоклавов и высокой производительности (до 44 проб в цикле).

Реакторные модели **UltraWAVE** (настольная модель до 22 проб) и **UltraCLAVE** (напольная модель до 77 проб в загрузке) – лучший выбор для контрактных и многозадачных лабораторий. Возможно разлагать в одном цикле пробы разного типа в разных реакционных смесях при максимально возможных температуре и давлении (до 280°C и до 200 атм).

CCS Services также предоставляет специальные цены на комплекты оборудования для элементного анализа, включающие в себя систему микроволновой пробоподготовки **Milestone** и спектрометр (ААС / ИСП-ОЭС/ ИСП-МС) **AnalytikJena**.

Осуществляем подбор оптимальной комплектации под задачу, полное сопровождение поставки, запуск, обучение, гарантийное и постгарантийное сервисное обслуживание, методическую поддержку и поставку расходных материалов.

CCS Services - эксклюзивный дистрибьютер и сервисный центр оборудования Milestone на территории РФ и стран СНГ



000 «Си Си Эс Сервис» - центральный офис
121351 Москва, ул. Ивана Франко, д. 48Г, стр.4,
тел. (495) 626 59 43, факс (495) 564 80 52
<http://www.ccsservices.ru>, info@ccsservices.ru



MILESTONE
HELPING
CHEMISTS

Оглавление

ПЛЕНАРНЫЕ ЛЕКЦИИ	7
Пл-0 Сапрыкин А.И. КОМПЛЕКС МЕТОДОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ДЛЯ РЕШЕНИЯ АКТУАЛЬНЫХ НАУЧНЫХ ЗАДАЧ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ ИНХ СО РАН	8
Пл-1 Золотов Ю.А. ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	9
Пл-2 Большов М.А. ЛАЗЕРЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	10
Пл-3 Захаров Ю.А. МЕТОДЫ АТОМНО-СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА	11
Пл-4 Кубракова И.В. НОВЫЕ МАГНИТНЫЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ И БИМЕДИЦИНСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ	12
Пл-5 Папина Т.С. ПРОБЛЕМЫ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ПРИРОДНЫХ ВОД	13
Пл-6 Буряк А.К. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИИ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ	14
Пл-7 Бухбиндер Г.Л. ИСТОРИЯ РАЗВИТИЯ И СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА АЭС-ИСП	15
Пл-8 Громилов С.А. СОВРЕМЕННЫЕ РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ	16
Пл-9 Эйрих С.С. ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	17
Пл-10 Камнев А.А. МЕТОДЫ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ В АНАЛИЗЕ	18
КЛЮЧЕВЫЕ ЛЕКЦИИ	19
Кл-1 Патрушев Ю.В. СОЗДАНИЕ НОВЫХ НЕПОДВИЖНЫХ ФАЗ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИИ ПУТЕМ СИНТЕЗА ВНУТРИ КОЛОНКИ	20
Кл-2 Шашков М. В. НЕПОДВИЖНЫЕ ФАЗЫ НА ОСНОВЕ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ В КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	21
Кл-3 Медведев Н.С. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ ПРОБ ПРИ ИСП-МС И ИСП-АЭС АНАЛИЗЕ ВЕЩЕСТВ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ	22
Кл-4 Николаева И.В. АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ГРАДУИРОВКИ	23
Кл-5 Вайнер Б.Г. ИЗУЧЕНИЕ ГИДРОФИЛЬНЫХ И ГИДРОФОБНЫХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ МЕТОДОМ ТЕПЛОВИДЕНИЯ	24
Кл-6 Карманов Н.С. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВЫЙ МИРОАНАЛИЗ НА ЭНЕРГО-ДИСПЕРСИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРАХ: ПРОБЛЕМЫ И РЕШЕНИЯ	25
Кл-7 Журавлева Н.В. КОМПЛЕКСНЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ПРОЦЕССОВ ДОБЫЧИ И ПЕРЕРАБОТКИ УГЛЕЙ КУЗБАССА НА ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ	26
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	27
СЕКЦИЯ I	28
УД-1-1 Ефремова С.Ю. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ В ТВЕРДОМ ТОПЛИВЕ МЕТОДОМ АЭС-ИСП	29
УД-1-2 Лабусов В.А. ОПТИЧЕСКАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ С АНАЛИЗАТОРАМИ МАЭС НА ОСНОВЕ НОВЫХ ЛИНЕЕК ФОТОДЕТЕКТОРОВ	30
УД-1-3 Гусельникова Т.Я. КОМПЛЕКС АЭС ИСП МЕТОДИК ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКИХ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТОМ ГЕРМАНИИ И ЕГО ОКСИДЕ	31
УД-1-4 Коротков В.А. АНАЛИЗ КОНЦЕНТРАТОВ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ МАРКИ КМСП И КПП МЕТОДОМ АЭС-ИСП	32
УД-1-5 Зайцева П.В. ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ ДВУХАТОМНЫХ МОЛЕКУЛ ПРИ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГАЛОГЕНОВ И СЕРЫ	33
УД-1-6 Пелипасов О. В. АТОМНО-ЭМИССИОННЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ «ГРАНД-ИСП» И «ГРАНД-СВЧ» ДЛЯ АНАЛИЗА РАСТВОРОВ	34
УД-1-7 Каримова Т.А. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АЭС-ИСП С ГРАДУИРОВКОЙ ПО ОТНОШЕНИЯМ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДЛЯ АНАЛИЗА ГЕОЛОГИЧЕСКИХ И ТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, РУД И КОНЦЕНТРАТОВ	35
УД-1-8 Шабанова Е.В. МНОГОМЕРНАЯ ОБРАБОТКА АНАЛИТИЧЕСКИХ СИГНАЛОВ – ПОЛЬЗА ИЛИ ЛИШНИЕ ХЛОПОТЫ?	36
УД-1-9 Полякова Е.В. МАТРИЧНЫЕ ВЛИЯНИЯ В АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ АЗОТНОЙ ПЛАЗМОЙ	37
УД-1-10 Пославская Е.С. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В НИКЕЛЕ МЕТОДАМИ АЭС-ИСП И МС-ИСП	38

СЕКЦИЯ II	39
<i>УД-II-1</i> Володин А.М. ПРИМЕНЕНИЕ ИК ТЕРМОГРАФИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ В ПРОЦЕССАХ ГИДРАТАЦИИ-ДЕГИДРАТАЦИИ ОКСИ АЛЮМИНИЯ РАЗНОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА И МОРФОЛОГИИ.....	40
<i>УД-II-2</i> Шакирова О.Г. ЭЛЕКТРОННАЯ И ИНФРАКРАСНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ КАК ЭФФЕКТИВНЫЙ ИНСТРУМЕНТ В ИЗУЧЕНИИ СПИН-КРОССОВЕРА В КОМПЛЕКСАХ ЖЕЛЕЗА(II) С ТРИС(ПИРАЗОЛ-1-ИЛ) МЕТАНАМИ.....	41
СЕКЦИЯ III	42
<i>УД-III-1</i> Колпакова Н.А. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ В БИНАРНОМ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ ОСАДКЕ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	43
<i>УД-III-2</i> Поповецкий П.С. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОКИНЕТИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА В НЕПОЛЯРНЫХ СРЕДАХ.....	44
<i>УД-III-3</i> Сурсякова В.В. СОВРЕМЕННЫЕ АСПЕКТЫ ПРИМЕНЕНИЯ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНСТАНТ РАВНОВЕСИЯ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ.....	45
СЕКЦИЯ IV	46
<i>УД-IV-1</i> Лаврентьев Ю.Г. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА ПОРОДООБРАЗУЮЩИХ МИНЕРАЛОВ.....	47
<i>УД-IV-2</i> Мальцев А.С. ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРИ АРХЕОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ДРЕВНЕЙ КЕРАМИКИ (ОБЗОР).....	48
<i>УД-IV-3</i> Чубаров В.М. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАЛЕНТНОГО СОСТОЯНИЯ ЖЕЛЕЗА И СЕРЫ В ЗОЛАХ И КОНЦЕНТРАТАХ УГЛЕЙ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА.....	49
<i>УД-IV-4</i> Сергиенко А.П. ПРИМЕНЕНИЕ ИЗОГНУТЫХ ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ДЕТЕКТОРОВ ДЛЯ ЭКСПРЕССНОГО РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА.....	50
<i>УД-IV-5</i> Зиньковская И. НЕЙТРОННЫЙ АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ КАК ИНСТРУМЕНТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА РАЗЛИЧНОГО ТИПА ОБРАЗЦОВ.....	51
СЕКЦИЯ V	52
<i>УД-V-1</i> Гавриленко Н.А. НОВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ СРЕДА НА ОСНОВЕ ПРОЗРАЧНОЙ ПОЛИМЕТИЛМЕТАКРИЛАТНОЙ МАТРИЦЫ ДЛЯ ТВЁРДОФАЗНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ.....	53
<i>УД-V-2</i> Левченко Л.М. АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ДЕМЕРКУРИЗАЦИИ ТВЕРДЫХ ОТХОДОВ.....	54
<i>УД-V-3</i> Темерев С.В. ЛЕГКОПЛАВКИЕ РАСПЛАВЫ С КАТИОНАМИ ПИРАЗОЛОНИЯ В ЭКСТРАКЦИОННО-ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДАХ АНАЛИЗА.....	55
<i>УД-V-4</i> Дроков В.В. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА УСТОЙЧИВОСТИ РЕЙТИНГОВ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ СВЧ ПЛАЗМЕННОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В ПРОБАХ МАСЕЛ.....	56
<i>УД-V-5</i> Лапташ Н.М. ГИДРОДИФТОРИД АММОНИЯ (NH ₄ NF ₂) В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.....	57
СЕКЦИЯ VI	58
<i>УД-VI-2</i> Алексеенко А.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1-ГИДРОКСИПИРЕНА В МОЧЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С МАСС-СЕЛЕКТИВНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.....	59
<i>УД-VI-3</i> Родин И.А. ИЗУЧЕНИЕ НАКОПЛЕНИЯ МАРКЕРОВ ПРИМЕНЕНИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС.....	60
<i>УД-VI-4</i> Сотникова Ю.С. АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ МОНОЛИТНЫХ КОЛОНОК ДЛЯ ВЭЖХ С ОРГАНИЧЕСКИМИ ПОЛИМЕРНЫМИ СОРБЕНТАМИ.....	61
<i>УД-VI-5</i> Суховерхов С.В. РЕШЕНИЕ ЗАДАЧ НЕФТЕПРОМЫСЛОВОЙ ХИМИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ.....	62
<i>УД-VI-6</i> Корягина Н.Л. ПРИМЕНЕНИЕ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ПРОДУКТОВ ГИДРОЛИЗА ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ОТРАВЛЯЮЩИХ СОЕДИНЕНИЙ.....	63
<i>УД-VI-7</i> Томилова Е.В. ВЛИЯНИЕ БОЛЬШИХ ДОБАВОК СОЛИ НА ВЭЖХ РАЗДЕЛЕНИЕ ГОМОЛОГОВ.....	64
<i>УД-VI-8</i> Тивилёва М.И. СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ: ТВЁРДЫХ ЛИДАРОМ И ПАРА ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ.....	65
<i>УД-VI-9</i> Яковлева Е.Ю. АНАЛИЗ ЛЕГКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ И СЕРНИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ПОРИСТОСЛОЙНЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ С НЕПОЛЯРНОЙ ФАЗОЙ.....	66
<i>УД-VI-10</i> Грузнов В.М. ВКЛАД АНАЛИТИКИ СИБИРИ В РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ.....	67
СЕКЦИЯ VII	68
<i>УД-VII-2</i> Колотов В.П. НЕКОТОРЫЕ СТРАТЕГИИ ПОЛУЧЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ НОВОГО КАЧЕСТВА ПРИ АНАЛИЗЕ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ МС-ИСП.....	69
<i>УД-VII-3</i> Гребнева-Балюк О.Н. ПРОБЛЕМЫ, ВОЗМОЖНОСТИ И ОГРАНИЧЕНИЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭПГ В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ ИСП-МС.....	70
<i>УД-VII-4</i> Гречников А.А. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С ИОНИЗАЦИЕЙ ИЗЛУЧЕНИЕМ	

ЛАЗЕРНОЙ ПЛАЗМЫ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ	71
УД-VII-5 Шевень Д.Г. РАЗВИТИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ ИОНИЗАЦИИ АЭРОДИНАМИЧЕСКИМ/ТЕРМИЧЕСКИМ РАСПАДОМ КАПЕЛЬ ПРИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ	72
УД-VII-6 Макасы А.Л. ВНЕЛАБОРАТОРНЫЙ ГХ/МС АНАЛИЗ В ЦЕЛЯХ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ	73
УД-VII-7 Кудрявцев А.С. КОНТРОЛЬ ЭМИССИИ ПОЛУЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ В РЕАЛЬНОМ ВРЕМЕНИ С ПОМОЩЬЮ МС ХИАД	74
СЕКЦИЯ VIII	75
УД-VIII-1 Шуваева О.В. НОВЫЕ ПОДХОДЫ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА ОБЪЕКТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГИБРИДНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА	76
УД-VIII-2 Коковкин В.В. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ АНТРОПОГЕННЫХ ИСТОЧНИКОВ НА ПРИРОДНЫЕ СРЕДЫ	77
УД-VIII-3 Васильева И.Е. ТВЕРДЫЕ МАТРИЧНЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ГЕОАНАЛИЗА	78
УД-VIII-4 Садагов Ю.М. КОРРЕКЦИЯ МАТРИЧНЫХ ВЛИЯНИЙ ПРИ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОДНОЙ СТАНДАРТНОЙ ДОБАВКИ	79
УД-VIII-6 Вторушина Э.А. ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ОТЛОЖЕНИЙ БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ	80
УД-VIII-7 Ларина Т.В. ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА УФ-ВИД СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ ДЛЯ АНАЛИЗА НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ И НАНОСИСТЕМ	81
УД-VIII-8 Цыганкова А.Р. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА, РАЗМЕРОВ И МОРФОЛОГИИ ТВЕРДЫХ НАНОЧАСТИЦ В ВОЗДУХЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ	82
УД-VIII-9 Садагов А.Ю. СОВМЕСТНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРНЫХ ПАРАМЕТРОВ И СЧЁТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА	83
УД-VIII-10 Шевченко В.Г. МЕТОД ДИАГНОСТИКИ ПРИ РАЗРАБОТКЕ СОСТАВОВ И СПОСОБОВ МОДИФИКАЦИИ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ	84
УД-VIII-11 Почтарь А.А. МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕДЬ-ЖЕЛЕЗО СМЕШАННОГО ОКСИДА СО СТРУКТУРОЙ КУБИЧЕСКОЙ ШПИНЕЛИ	85
УД-VIII-12 Купцов А.В. ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ НА ДВУХСТРУЙНОМ ДУГОВОМ ПЛАЗМОТРОНЕ С ИСКРОВОМ ПРОБООТБОРОМ	86
УД-VIII-13 Ластовка А.В. КОНТРОЛЬ ЧИСТОТЫ И БЕЗОПАСНОСТИ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ НА ПРИМЕРЕ ПРОИЗВОДНОГО (-)-ИЗОПУЛЕГОЛА, ОБЛАДАЮЩЕГО АНАЛЬГЕТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТЬЮ	87
УД-VIII-14 Путилова В.П. СИНТЕЗ, ИЗУЧЕНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ, РАЗРАБОТКА И ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДИК КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ В КРОВИ КРЫС НОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ МОНОТЕРПЕНОВ, ОБЛАДАЮЩИХ АНТИФИЛОВИРУСНОЙ АКТИВНОСТЬЮ	88
УД-VIII-15 Морозов С.В. МЕТОД ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭПИКУТИКУЛЯРНЫХ ЛИПИДОВ НАСЕКОМЫХ	89
УД-VIII-16 Вершинин В.И. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛЬНЫХАНТИОКСИДАНТОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ: МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПРОБЛЕМЫ	90
УД-VIII-17 Дерябина Ю.М. ОСНОВЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ БАЗЫ ДАННЫХ ГУМИНОВЫХ КИСЛОТ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ ИК-ЭКСПЕРТ	91
УД-VIII-18 Сайко А.В. АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ НАРАБОТКИ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОЙ ПАРТИИ КАТАЛИЗАТОРА ГИДРООЧИСТКИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА	92
УД-VIII-19 Ларина Н.С. ВОЗМОЖНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ ИЗУЧЕНИИ ТРАНСФОРМАЦИИ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ТОРФЯНЫХ ЗАЛЕЖАХ	93
УД-VIII-20 Павлов И.А. ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ СУЛЬФИДНО-ИЛОВОЙ ГРЯЗИ ОЗ. БОРМАШОВОЕ	94
УД-VIII-21 Конев В.Н. НОВЫЕ ХИРАЛЬНЫЕ АЗА-МАКРОЦИКЛЫ ИЗ ЛЕВОПИМАРОВОЙ КИСЛОТЫ	95
СЕКЦИЯ IX	96
УД-IX-1 Бабайлов С.П. ПРИМЕНЕНИЕ ЯМР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОЕНИЯ ПАРАМАГНИТНЫХ КОМПЛЕКСОВ И ОЦЕНКИ РАДИОЧАСТОТНОГО ЛОКАЛЬНОГО НАГРЕВА С ПОМОЩЬЮ ЗОНДОВ НА ОСНОВЕ КОМПЛЕКСОВ 3d- И 4f-ЭЛЕМЕНТОВ	97
МАСТЕР-КЛАСС	98
МК МАТВЕЕВ А.В. АНАЛИЗ ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ ИСКУССТВЕННОГО ИНТЕЛЛЕКТА	99
ШКОЛА МОЛОДЫХ УЧЁНЫХ	100
СМУ-1. ГАНИНА М.Д. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ЭПИКУТИКУЛЯРНОГО СЛОЯ КОЛОРАДСКОГО ЖУКА (LEPTINOTARSA DECEMLINEATA) НА РАЗНЫХ СТАДИЯХ ОНТОГЕНЕЗА МЕТОДОМ ГХ/МС	101

СМУ-2. Долгушев П. А. РАСШИРЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ДВУМЕРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ АНАЛИЗА СЛОЖНЫХ ВЫСОКОКИПЯЩИХ СМЕСЕЙ.....	102
СМУ-3. КАЛАШНИКОВА Д.А. ИЗОТОПНЫЙ СОСТАВ УГЛЕРОДА ПЧЕЛ И ПРОДУКТОВ ИХ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ	103
СМУ-4. ЗУБРИЧЕВА Д.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНЫХ ПРИМЕСЕЙ В ПРОИЗВОДНОМ (–) - ИЗОПУЛЕГОЛА, ОБЛАДАЮЩЕМ ВЫСОКОЙ АНАЛЬГЕТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТЬЮ, МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ.....	104
СМУ-5. ЖУРАВЛЕВА Е.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В УГЛЯХ КУЗНЕЦКОГО УГОЛЬНОГО БАССЕЙНА МЕТОДОМ ГХ-МС	105
СМУ-6. ЛУНДОВСКАЯ О.В. ИНСТРУМЕНТАЛЬНАЯ АЭС ИСП МЕТОДИКА АНАЛИЗА ТЕЛЛУРА	106
СМУ-7. ЗАК А.А. МЕТОДИКА ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ Na, K, Li, Rb и Cs В ГЕОХИМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ.....	107
СМУ-8. ЮЩЕНКО Д.Ю. ИК-СПЕКТРОМЕТРИЯ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ГЛИФОСАТА	108
СМУ-9. ВОЛЖЕНИН А. В. ВОЗМОЖНОСТИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ	109
СМУ-10. УПЫРЕНКО Е.В. РАЗРАБОТКА РЕЖИМА ХРОМАТОГРАФИИ ГИДРОФИЛЬНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ С ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ <i>n</i>-СЕЛЕКТИВНОСТЬЮ	110
СМУ-11. СОЛОМОНЕНКО А.Н. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОФУРАНА В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ТРАВАХ	111
СМУ-12. КАРАСЕВА Е.Н. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ВЕЛИЧИНЫ ПОГРЕШНОСТИ, СВЯЗАННОЙ С НЕОДНОРОДНОСТЬЮ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЧАСТИЦ В ПРОБЕ МАСЛА ПРИ СВЧ ПЛАЗМЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЯХ ...	112
СМУ-13. ТУМСКАЯ А.В. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЦИФРОВОЙ ЦВЕТОМЕТРИИ ПРИ ЭКСПРЕСС-ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ <i>v</i>-ЛАКТАМНЫХ АНТИБИОТИКОВ	113
СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ.....	114
СД-1. АМОСОВА А.А. ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПРОБ ТОРФЯНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ПРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМ АНАЛИЗЕ	115
СД-2. АСЕЕВА Н.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОНА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ	116
СД-3. НОРБОВА Б.С. ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОЛЕННЫХ ОЗЕР БАЙКАЛЬСКОЙ РИФТОВОЙ ЗОНЫ ...	117
СД-4. БУЛАТОВА Е.В. СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ КВЕРЦЕТИНА МОЛЕКУЛЯРНО- ИМПРИНТИРОВАННЫМ ПОЛИМЕРОМ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМА	118
СД-5. БУШЕЕВА Г.А. ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПРИ ПОИСКЕ, РАЗВЕДКЕ И РАЗРАБОТКЕ МЕСТОРОЖДЕНИЙ НЕФТИ И ГАЗА НА ПРИМЕРЕ РЕКИ УЛАХАН-ВАВА	119
СД-6. ВЕРШИНИН В.И. ОЦЕНКА СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕВОДОРОДОВ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ОМСКОЙ ОБЛАСТИ	120
СД-7. ГЕРАСКЕВИЧ А.В. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СЕНСОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОН-РАДИКАЛОВ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ	121
СД-8. ГРАЖДАННИКОВ А.Е. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ В ПРОИЗВОДСТВЕ ПРЕПАРАТА БЕТАМИД С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДОВ ВЭЖХ И ВЭЖХ-МС	122
СД-9. ГРЕБНЕВА-БАЛЮК О.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА НЕФТИ МЕТОДАМИ АЭС-ИСП И МС-ИСП	123
СД-10. ЕЛОХОВ А.М. КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ МЕТАЛЛОВ В СИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ КАТИОННОГО ПАВ ХЛОРИДА АЛКИЛБЕНЗИЛДИМЕТИЛАММОНИЯ	124
СД-11. ЖИЛИЧЕВА А.Н. СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ ПОДГОТОВКИ СУЛЬФИДНЫХ МЕДНО-НИКЕЛЕВЫХ РУД К РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМУ АНАЛИЗУ С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ	125
СД-12. ЗАХАРОВ Ю.А. ЭФФЕКТИВНОСТЬ МОДИФИКАТОРА ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ С ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ В ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ	126
СД-13. ИВАНОВА Н.В. ТВЕРДОФАЗНЫЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ ПОДГРУППЫ ЖЕЛЕЗА	127
СД-14. КАППО Д. ДНК-СЕНСОР НА ОСНОВЕ ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗОВАННЫХ НЕЙТРАЛЬНОГО КРАСНОГО И МЕТИЛЕНОВОГО СИНЕГО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ, ВЗАИМОДЕЙСТВУЮЩИХ С ДНК	128
СД-15. КАПУСТЯНСКАЯ П. А. ПОДБОР ОПТИМАЛЬНОГО СПОСОБА ПРОБОПОДГОТОВКИ ГОРНЫХ ПОРОД БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ И РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ, УЧИТЫВАЮЩИХ МАТРИЦУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОМПОНЕНТОВ МЕТОДОМ АЭС-ИСП	129
СД-16. КИСЕЛЕВА М.С. ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО МАГНИТНОГО СОРБЦИОННОГО МАТЕРИАЛА С МЕЗОПОРИСТОЙ ОБОЛОЧКОЙ.....	130
СД-17. КРАВЧЕНКО А.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ МИКРОВОЛНОВОГО КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ДЛЯ	

ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ	131
СД-18. КАЛАШНИКОВА Д.А. ИЗОТОПНЫЕ ВАРИАЦИИ МЕТЕОРНЫХ ВОД ГОРОДА ТОМСКА	132
СД-19. КУБРАКОВА И.В. КОМПЛЕКС МЕТОДОВ АТОМНО-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ	133
СД-20. КУЗЬМЕНКО О.С. СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ ПРОБОПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ КЕРНА БАЖЕНОВСКОЙ СВИТЫ ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА	134
СД-21. КУКЛИНА В.М. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПРИМЕСЕЙ В ИЗОЛЯЦИОННОМ МАСЛЕ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС СПЕКТРОМЕТРИИ	135
СД-22. ЛАВРЕНТЬЕВ Ю.Г. РОЛЬ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ПРИ МИКРОЗОНДОВОМ АНАЛИЗЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ	136
СД-23. КУЛИКОВА Т.Н. ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗАЦИЯ НОВЫХ ФОРМ ФЕНОТИАЗИНОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ДНК-СЕНСОРАХ	137
СД-24. МАЛАНИНА А.Н. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНОЙ ЧЕРНИ И АКРИДИНОВОГО ЖЕЛТОГО И ИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ С ДНК	138
СД-25. МИХЕЕВА Е.Е. ОСОБЕННОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ Fe И Mn В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕР	139
СД-26. ЛЕВАШОВА Е.А. УСКОРЕННАЯ ПОДГОТОВКА ЖИРОСОДЕРЖАЩИХ ПРОБ В АНАЛИЗЕ ДИОКСИНОВ И ПХБ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	140
СД-27. ШАЧНЕВА М.Д. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС/МС	141
СД-28. МАЛЯР Ю.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ УРАВНЕНИЯ МАРКА-КУНА-ХАУВИНКА ДРЕВЕСНЫХ ГЕМИЦЕЛЛЮЛОЗ МЕТОДОМ ГЕЛЬ-ПРОНИКАЮЩЕЙ ХРОМАТОГРАФИИ	142
СД-29. МУХАМЕДОВА М.М. ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ НАСТОЛЬНОГО ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО СПЕКТРОМЕТРА ДЛЯ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО АНАЛИЗА КАМЕННЫХ АРХЕОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ	143
СД-30. НИКУЛИЧЕВА О.Н. ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА, БРОМА И ФТОРА В ПОЛИФТОРАРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИОНΟΣЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ	144
СД-31. НУРПЕЙИС Е. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА В БИОЛОГИЧЕСКОЙ АКТИВНОЙ ДОБАВКЕ	145
СД-32. СЕВАСТЬЯНОВА Е.В. СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ГЛУТАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОДУКТОВ ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ СЛОИСТЫХ ДВОЙНЫХ ГИДРОКСИДОВ ...	146
СД-33. ПОЗДНЯК А.А. РАЗРАБОТКА ЭЛЕКТРОДА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ВОССТАНОВЛЕННЫМ ОКСИДОМ ГРАФЕНА, ПОКРЫТЫМ ПОЛИФОЛИЕВОЙ ПЛЕНКОЙ И ЕГО ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДЛЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ И АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ДЕТЕКТИРОВАНИЯ АЦИКЛОВИРА И ВАЛАЦИКЛОВИРА	147
СД-34. ПОНАРИН Н.В. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ 1,4-БИС(2-ГИДРОКСИЭТИЛ) ПИПЕРАЗИНА ИЗ ДИЭТАНОЛАМИНА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	148
СД-35. БРАУН А.В. ИДЕНТИФИКАЦИЯ БИОМАРКЕРОВ V-ГАЗОВ В БИОЖИДКОСТЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	149
СД-36. ПОЛЕЖАЕВА И.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОЦИАНАТОВ И СВОБОДНЫХ, СЛАБОКИСЛОТНЫХ ДИССОЦИИРУЮЩИХ, ОБЩИХ ЦИАНИДОВ В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОТОЧНОГО АНАЛИЗАТОРА «SKALAR SAN++»	150
СД-37. САДАГОВ А.Ю. ААС С БАЛЛАСТОМ В БЫСТРОНАГРЕВАЕМОЙ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ	151
СД-38. СТАРЫГИНА А.Ю. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛОТА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ МЕТОДОМ АЭС-ИСП (ФР.1.31.2020.36078)	152
СД-39. СТОЙКОВ Д.И. ПЕЧАТНАЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА СО СМЕННЫМ РЕАКТОРОМ ДЛЯ ПРОТОЧНОГО АНАЛИЗА МЕТАБОЛИТОВ	153
СД-40. ТУМСКАЯ А.В. ВИЗУАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ПРЕДЕЛА ОБНАРУЖЕНИЯ ПРИ ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ v-ЛАКТАМОВ	154
СД-41. ТЮТЮННИК О.А. ИСП-МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ СОДЕРЖАНИЙ ЭПГ И ЗОЛОТА В УЛЬТРАОСНОВНЫХ ПОРОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТАДИЙНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ	155
СД-42. ФАЗЫЛЗЯНОВ А.Р. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ГЕЛЬ-ПРОНИКАЮЩЕЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ИССЛЕДОВАНИИ ПОЛИМЕРОВ В ПАО «КАЗАНЬОРГСИНТЕЗ»	156
СД-43. ФАЗЫЛЗЯНОВ А.Р. КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ДОБАВОК В ПОЛИЭТИЛЕНЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	157
СД-44. ЧУБАРОВ В.М. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФАЗОВОГО СОСТАВА ЖЕЛЕЗНЫХ РУД	158
СД-45. ШАЧНЕВА М.Д. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНИСТОГО ИПРИТА, РЕГЕНЕРИРОВАННОГО ИЗ СОСТАВА АДДУКТОВ С БЕЛКАМИ ПЛАЗМЫ КРОВИ, МЕТОДОМ ГХ-МС/МС	159

ЗАОЧНЫЕ ДОКЛАДЫ	160
ЗД-1 АБАКУМОВ А.Г. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОРТОВОЙ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ ВИН ПО КОНЦЕНТРАЦИЯМ МЕТАЛЛОВ И ЛЕТУЧИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДАМИ ДЕРЕВЬЕВ РЕШЕНИЙ И НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ	161
ЗД-2 АБАКУМОВА Д.Д. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА В МОРСКОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ИСП-АЭС С ТЕХНИКОЙ ГЕНЕРАЦИИ ГИДРИДОВ	162
ЗД-3 АЛЕКСЕЕВА Н.А. ИНВЕРСИОННАЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ НА ТВЕРДОМ ИНДИКАТОРНОМ ЭЛЕКТРОДЕ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ВАЛЕНТНЫХ ФОРМ ТОКСИКАНТОВ	163
ЗД-4 АРОНБАЕВ Д.М. ЙОДОМЕТРИЯ С АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНДИКАЦИЕЙ.....	164
ЗД-5 АРОНБАЕВ С.Д. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С НА УГОЛЬНОМ ЭЛЕКТРОДЕ, МОДИФИЦИРОВАННОМ $n\text{C}/\text{MnO}_2$	165
ЗД-6 БАЛДИН М.Н. ПРИНЦИП ГАЗОДИНАМИЧЕСКОЙ ИЗОЛЯЦИИ УСТРОЙСТВА ВВОДА ОТ ПОЛИКАПИЛЛЯРНОЙ КОЛОНКИ ПРИ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОМ ВВОДЕ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С КОНЦЕНТРАТОРА В КОЛОНКУ	166
ЗД-7 БОЛЬШАКОВ Е.С. КОНТРОЛЬ ПАРОВ ЛЕТУЧИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В РАБОЧЕЙ ЗОНЕ СЕНСОРНЫМИ МАТРИЦАМИ НА ОСНОВЕ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ	167
ЗД-8 БОЛЬШАКОВ Е.С. ХРОМАТИЧЕСКИЕ ДИАГРАММЫ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ УГЛЕВОДОРОДОВ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИМИ СЕНСОРАМИ	168
ЗД-9 ГАЛАЙ Е.Ф. ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЖЕЛЕЗО- И КОБАЛЬТСОДЕРЖАЩИХ ХИМИЧЕСКИХ МОДИФИКАТОРОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ As, Hg и Cd В МОРСКОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСТОЧНИКОМ СПЛОШНОГО СПЕКТРА И ГРАФИТОВОЙ ПЕЧЬЮ	169
ЗД-10 ВАЛИЕВА Э.Ф., САФАРОВА В.И., ХАТМУЛЛИНА Р.М. ПРОБЛЕМЫ МОНИТОРИНГА АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА	170
ЗД-11 САЛЮЛЕВ А.Б. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КРС <i>IN SITU</i> В СРЕДЕ ЖИДКОГО ХЛОРА ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ХЛОРИДОВ ПОЛИВАЛЕНТНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И СЕРЫ	171
ЗД-12 ВЛАСОВА И.В. ОЦЕНКА ОКИСЛЕННОСТИ РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА МЕТОДОМ МНОГОВОЛНОВОЙ УФ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ	172
ЗД-13 ВОЛКОВ А.И. ИЗУЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО И ФАЗОВОГО СОСТАВА ПРОДУКТОВ ПЕРЕРАБОТКИ НЕФТИ И БИТУМА	173
ЗД-14 ДЖЕНЛОДА Р.Х. СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ В УЛЬТРАЗВУКОВОМ ПОЛЕ.....	174
ЗД-15 МЕЛЬНИКОВА Н.В. СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СОВРЕМЕННОГО АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА	175
ЗД-16 ЕРМАКОВА Н.А. ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ПОДЗЕМНЫХ ВОД ИСТОЧНИКОВ НЕЦЕНТРАЛИЗОВАННОГО ВОДОСНАБЖЕНИЯ	176
ЗД-17 ЖЕСТОВСКАЯ Е.С. РАЗРАБОТКА СПОСОБА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ КЛАССА ПОЛИИНОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЭКСТРАКТАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В СОЧЕТАНИИ С СТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЕЙ ...	177
ЗД-18 ЗЮСЬКИНА В.А. КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ СУРЬМЫ ЛЕГКОПЛАВКИМ ЭКСТРАГЕНТОМ ИЗ КИСЛЫХ ХЛОРИДНЫХ РАСТВОРОВ	178
ЗД-19 КАЛИНИН Б.Д. СПОСОБ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ ПОПРАВКИ В РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫХ УРАВНЕНИЯХ СВЯЗИ	179
ЗД-20 КАЛИНИН Б.Д. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРАХ ПО РАССЕЯННОМУ ИЗЛУЧЕНИЮ, ДИФРАКЦИОННЫМ ЛИНИЯМ И ФОРМАМ СПЕКТРАЛЬНЫХ ЛИНИЙ	180
ЗД-21 КАЛИНИН Б.Д. СПОСОБ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ АБСОРБЦИОННЫХ ФАКТОРОВ НА РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРАХ СЕРИЙ СПЕКТРОСКАН, БРА, СРМ	181
ЗД-22 КИЗИМ Н.Ф. КИНЕТИКА ЭКСТРАКЦИИ РЗЭ РАСТВОРАМИ ДЭЭГФК В СТАТИЧНОЙ И ПРОТОЧНОЙ СИСТЕМАХ.....	182
ЗД-23 КАРТАШОВ С.Ю. СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОТБОРА ПРОБ ОТ СЛИТКОВ ЛИГАТУРНОГО ЗОЛОТА	183
ЗД-24 КОЛЕСНИКОВА Т.И. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ Г. БАРНАУЛА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ	186
ЗД-25 КОМОВА Н.С. МЕМБРАННЫЕ ТЕСТ-СИСТЕМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОЧАСТИЦ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ АПТАМЕРАМИ, ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ СВИНЦА И РУТИ В ВОДЕ	187
ЗД-26 КРАЙНИК В.В. СОДЕРЖАНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ЛИСТЬЯХ РАСТЕНИЙ, ВЫРАЩЕННЫХ НА ГИДРОПОННЫХ УСТАНОВКАХ	188
ЗД-27 ВОЛКОВА Н.В. ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ПРОДУКТОВ КОРРОЗИИ В ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫХ КОНСТРУКЦИЯХ ПРИ ПОМОЩИ СПЕКТРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА	189
ЗД-28 ЛЕВИТ Р.Л. ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ В ПРИБРЕЖНЫХ ДОННЫХ ОСАДКАХ И ВОДОРОСЛЯХ ВОСТОЧНОЙ ЧАСТИ ФИНСКОГО ЗАЛИВА	190
ЗД-29 ЛЕЙТЕС Е.А. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА МЕТОДОМ КАТОДНОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	191
ЗД-30 ЛИПСКИХ О.И. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛИЗАРИНА КРАСНОГО S	192

ЗД-31 Лопунова К.Я. Влияние степени сульфэтилирования полиаллиламина на скорость достижения равновесия сорбции хлоридных комплексов ионов благородных металлов	193
ЗД-32 Максимова В.В. Магнитная твердофазная экстракция платиновых металлов	194
ЗД-33 Максютова Э.И. Вольтамперометрическое распознавание сортов меда на основе мГК-анализа временных рядов токов	195
ЗД-34 Мальцев А.С. Особенности количественного анализа алкогольных и безалкогольных напитков методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии с полным внешним отражением	196
ЗД-35 Мельник Е.А. Сорбционно-спектроскопическое определение благородных металлов с применением модифицированного полисилоксана	197
ЗД-36 Мироненко Н.В. Анализ водных растворов природных гликозидов в-амирина – mukorossi и quillaia saronaria методом тонкослойной хроматографии	198
ЗД-37 Мироненко Н.В., Смушева С.О., Калмыкова А.С., Селеменев В.Ф. Применение метода динамического рассеивания света (фотонной корреляционной спектроскопии) для определения радиуса ассоциатов поверхностно-активных соединений –тритерпеновых сапонинов в водном растворе	199
ЗД-38 Моходоева О.Б. Селективное извлечение ионов палладия(II), платины(IV) и родия(III) из растворов сложного состава	200
ЗД-39 Новикова Г.В. Спектрофотометрическое определение цефуроксима и цефоперазона в соединениях с металлами	201
ЗД-40 Новикова (Нефедова) Т.Н. Особенности свойств органо-неорганических композитов на основе мезопористого и слоистого диоксида кремния	202
ЗД-41 Образовский Е.Г. Сравнение характеристик Ge и Si полупроводниковых детекторов в рентгенофлуоресцентном энергодисперсионном анализе	203
ЗД-42 Островская В.М. Сравнение определения эпоксидных групп в твердофазных матрицах для индикаторных экспресс-тестов	204
ЗД-43 Панюкова Д.И. Гармонизация хроматографических методов определения группового углеводородного состава тяжелой нефти	205
ЗД-44 Петрова Ю.С. Разделение и концентрирование ионов благородных металлов сорбентами на основе сульфэтилированных аминополимеров	206
ЗД-45 Петрунина А.Р. Динамическое газоэкстракционное генерирование стандартных газовых смесей высокотоксичных летучих органических соединений на уровне ПДК для анализа воздуха	207
ЗД-46 Платонов И.А. Хромато-десорбционные системы для получения стандартных жидких сред с известным содержанием аналита	208
ЗД-47 Проценко А.Н. Взаимосвязь структурных и спектральных характеристик в координационном полиэдре $[MnAl_4]^{2-}$	209
ЗД-48 Подолина Е.А. Анализ экстрактов василька синего	210
ЗД-49 Рамазанова Г.О. Сопоставительный анализ парфюмерной продукции и секрета потовых желез человека методами ВЭЖХ и ГХ-МС	211
ЗД-50 Рахимова О.В. Анализ отходов литейного производства, содержащих пластификатор на основе меламиноформальдегидной смолы, методом ИК-спектроскопии	212
ЗД-51 Решетняк Е.А. Визуальное бинарное тестирование сероводорода, растворенного в возвратных попутно-пластовых подземных водах нефтегазоконденсатных месторождений	213
ЗД-52 Родинков О.В. Хроматографические методы со стационарной газовой фазой: жидкостно-газовая и жидкостно-газоадсорбционная хроматография	214
ЗД-53 Петрунина А.Р. Выбор углеродных сорбционно-активных материалов и схем сорбционного концентрирования легко- и среднелетучих органических соединений из потока влажного воздуха	215
ЗД-54 Рудик И.С. Селективное разделение Pt(IV), Pd(II) и Rh(III) во вращающейся спиральной колонке с применением градиента концентрации реагента в органической фазе	216
ЗД-55 Савонина Е.Ю. Изучение возможности селективного экстракционного извлечения сераорганических соединений из нефтей	217
ЗД-56 Сидельников В.С. Идентификация алкалоида аконита бородатого, обладающего уникальной энцефалопротекторной активностью	218
ЗД-57 Сироткин Р.Г. Микроэкстракционное концентрирование хлоруксусных кислот метил-трет-бутиловым эфиром с флотационным отделением экстракта	219
ЗД-58 Тищенко Е.А. Применение стэкинга с большим объемом образца в капиллярном зонном электрофорезе для определения веществ-маркеров качества кофе и чая	220

ЗД-59 ТРОЕГЛАЗОВА А.В. ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ РАЗЛОЖЕНИЯ СУРЬМАСОДЕРЖАЩИХ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ	221
ЗД-60 ТУРОВ Ю.П. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКА НЕФТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ВАРИАЦИЙ СОСТАВА ИЗВЛЕКАЕМОЙ НЕФТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ АНАЛИЗА ИЗОМЕРНОГО СОСТАВА УГЛЕВОДОРОДОВ	222
ЗД-61 ТУРОВ Ю.П. СОПОСТАВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДИК ДЛЯ АНАЛИЗА НЕФТЯНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВЫ	223
ЗД-62 ТХОРИК О.В. ЭПР-СПЕКТРОМЕТРИЯ КАК МЕТОД АНАЛИЗА ОБРАБОТАННОЙ ИОНИЗИРУЮЩИМ ИЗЛУЧЕНИЕМ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ	224
ЗД-63 ХУМОНИНА О.В. ЭКСТРАКЦИОННО - ХИМИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ И РАЗВИТИЯ КРУПНЫХ ВОДНЫХ СИСТЕМ	225
ЗД-64 ЦЫРО Л.В. ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРНОВ МЕСТОРОЖДЕНИЙ ТОМСКОЙ ОБЛАСТИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА	226
ЗД-65 ШАУЛИНА Л.П. ИЗВЛЕЧЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩИМ СОРБЕНТОМ НА ОСНОВЕ ВИНИЛТРИАЗОЛА	227
ЗД-66 ЯРЦЕВ И.Т. ЛЕКАРСТВЕННОЕ СРЕДСТВО «ЙОДАНТИПИРИН» КАК АНАЛИТИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ	228
ЗД-67 ЯЦЕНКО Е.С. ВЛИЯНИЕ pH СРЕДЫ НА ДИНАМИКУ ПРОРАСТАНИЯ СПОР <i>VACILLUS SUBTILIS</i>	229
О СПОНСОРАХ	230