

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

ПЛЕНАРНЫЕ

ДОКЛАДЫ

П-1.

**ЭКСТРАКЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
В ВОРОНЕЖЕ: 35 ЛЕТ ПУТИ**

П. Т. Суханов, Я. И. Коренман

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, ximfak@vgta.vrn.ru

Тридцать пять лет на кафедре аналитической химии ВГТА ведутся исследования в области экстракции органических соединений. В основном реализуются два направления:

- установление закономерностей экстракции (в т. ч. экстракционная хроматография и микроэкстракция);
- определение органических токсикантов в объектах окружающей среды и пищевых продуктах после экстракционного (сорбционного) концентрирования.

Начиная с 1985 г., тематика кафедры включается в Координационные планы АН СССР и РФ (направления "Аналитическая химия", "Экстракция", "Хроматография").

За 35 лет опубликованы сотни статей и обзоров в академических журналах. Получено около 200 авторских свидетельств и патентов, ряд изобретений используется химико-аналитическими службами. Издан справочник, содержащий десятки тысяч коэффициентов распределения органических веществ. Рефераты почти 700 работ занесены в банк данных Американского химического общества и имеются в университетах США.

Широкую известность работы воронежцев получили, в частности, благодаря выступлениям на многочисленных конференциях различного статуса – от кафедрального семинара до международных форумов. Первый доклад на конференции высокого уровня (II Всесоюзное совещание по анализу природных и сточных вод, Москва, апрель 1977 г.) готовился большим коллективом авторов и обобщал итоги двухлетней работы. Затем последовали доклады на конференциях по методам концентрирования, проблемам сольватации и комплексообразования в растворах, термодинамике органических соединений, ана-

литической химии органических соединений, анализу объектов окружающей среды, применению органических реагентов в аналитической химии.

С 1984 г. на кафедре открыта аспирантура. Диссертационные работы посвящены созданию теоретических основ экстракции ароматических соединений, аминокислот, витаминов.

Исследования в области экстракции послужили основой для развития научного направления, связанного с распределением органических соединений в системах газ – пленка сорбента, нанесенная на поверхность пьезокварцевого резонатора.

Выпускники воронежской школы аналитиков-органиков работают в Москве, Санкт-Петербурге, Нижнем Новгороде, Одессе, Туле, Липецке, Тольятти, Сыктывкаре. Диссертационные работы, дополненные результатами последующих исследований, послужили основой для написания ряда монографий.

Успешно развиваются контакты с научными центрами и известными школами, до 1985 г они практически отсутствовали. Первый доклад на Международной конференции сделан в 1988 г. (Москва, ISEC), первая публикация в зарубежном издании появилась в 1989 г. С тех пор сделаны доклады в США, Югославии, Турции, Чехии, Словакии, Швейцарии, Польше, Германии, во всех странах Прибалтики и СНГ.

Новым этапом в развитии научной школы явилось открытие докторантуры. С 1999 г. защищены 6 докторских диссертаций.

Воронежцы – организаторы крупных научных конференций. На Всесоюзной конференции по экстракции органических соединений (1989 г.) сделано 150 докладов, участвовало 200 специалистов. Международная конференция по экстракции органических соединений (ISECOS, 1992 г.) – одна из первых конференций с международным статусом, проведенных в Центрально-Черноземном регионе. В 2005 г. в Воронеже состоялась III конференция, в 2010 г. – IV конференция по экстракции органических соединений, в ее программе – около 400 докладов.

В 2010 г. решением ВАК РФ на базе ВГТА открыт совет по защите докторских и кандидатских диссертаций по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

П-2.

**SOLID PHASE EXTRACTION FOR PRECONCENTRATION
AND SELECTIVE DETERMINATION OF ORGANIC SPECIES
OF ARSENIC IN WATER**

Ljubinka Rajaković

University of Belgrade, Faculty of Technology and Metallurgy,
Belgrade, Serbia, ljubinka@tmf.bg.ac.rs

Arsenic occurs naturally in the environment, and in organisms, in a range of different inorganic and organic forms. Depending on the chemical forms, arsenic species can be essential, innocuous, or highly toxic. This lecture will present the issues dealing with:

- review of arsenic compounds in water,
- arsenic speciation analysis,
- solid phase extraction, and
- concrete research results obtained in last few years.

Arsenite, As^{III} , arsenate, As^{V} , monomethylarsonic acid, MMAA^{V} and dimethylarsinic acid, DMAA^{III} are commonly known in the natural waters. Arsenobetaine, AsB^{III} , arsenocholine, AsC^{III} , tetramethylarsonium ion, $\text{TETRA}^{\text{III}}$, are present in marine organisms. To distinguish and determine arsenic species is not a simple analytical task.

Speciation analysis is a relatively new field of analytical chemistry that can provide quantitative data on the various forms of an element in a sample. Such data for arsenic are essential for a realistic assessment of the relevance to human health.

Solid phase extraction (SPE) for separation of organic and inorganic arsenic species in natural and drinking water was investigated. Two types of solid phase were investigated: a strong base anion exchange (SBAE) resin and hybrid (HY) resin.

The SPE efficiency was determined by measuring arsenic concentration before and after extraction. ICP-MS method was applied as an analytical method for the determination of arsenic concentration in water.

The governing factors for SPE efficiency were analysed and compared. It was concluded that the acidity of water plays an important role in prevailing forms of the ionic or molecular, organic and inorganic arsenic species.

It was concluded that at neutral pH, As^{V} ($\text{p}K_{\text{a}}=2.2$), MMAA^{V} ($\text{p}K_{\text{a}}=3.6$), DMAA^{III} ($\text{p}K_{\text{a}}=6.2$) can be separated from water by SPE based on anion-exchange resin due to their anionic forms. AsC^{III} , AsB^{III} and $\text{TETRA}^{\text{III}}$ could be separated from water by SPE based on cation-exchange resin due to their cationic forms. As^{III} ($\text{p}K_{\text{a}}=9.4$) as an uncharged species will pass through both cation- and anion-exchange resin and retain in water. In our latest investigations, HY resin was successfully used for the separation of all arsenic species, inorganic and organic in the molecular or ionic form.

The HY resin covers a wide range of pH values and bonds arsenic species thanks to its excellent hybrid feature (integrated anion exchange with sorption function is based on the activity of hydrated iron oxides). In that way, by combination of SPE type arsenic species can be separated and preconcentrated for sensitive arsenic determination.

Keywords: arsenic; speciation; separation; preconcentration; solid phase extraction

References

- [1] V.L.Vukašinović-Pešić, M. Đikanović, N.Z. Blagojević, Lj.V.Rajaković, *Chem. Ind. Chem. Eng. Q.* 11 (1) (2005) 44-48.
- [2] N.B.Issa, V.N.Rajaković-Ognjanović, B.M.Jovanović, Lj.V. Rajaković, Determination of Inorganic Arsenic Species in Natural Waters-Benefits of Separation and Preconcentration on Ion Exchange and Hybrid Resins, *Analytica Chimica Acta*, on revision
- [3] D. M.Crnković, N. S Crnković, A.J.Filipović, Lj.V.Rajaković, A.A.Perić-Grujić, M.Ristić, *J. Environ. Sci. Health. Part A* 43 (12) (2008) 1353-1360.
- [4] V.N.Rajaković-Ognjanović, G.Aleksić, Lj.V.Rajaković, *J. Hazard. Mater.*, 154 (2008) 558-563.
- [5] D. Žarković, Ž.Todorović, M.Krgović, Lj.V.Rajaković, *J. Serb. Chem. Soc.*, 74 (3) (2009) 301-310.

П-3.

**ЖИДКИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ СРЕДЫ.
НОВЫЕ ПОДХОДЫ К ИЗВЛЕЧЕНИЮ ВЕЩЕСТВ**

Е.В. Юртов, Н.М. Мурашова

Российский химико-технологический университет
им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия, nanomaterial@mail.ru

В последнее время внимание исследователей привлекает возможность использования наночастиц и наноструктур для решения задач химической технологии, в том числе для выделения и разделения веществ. Образование в экстракционных системах дисперсных структур влияет на коэффициенты распределения и разделения веществ, скорость экстракции и скорость разделения фаз, дает возможность разрабатывать новые экстракционные технологии с участием наночастиц и наноструктур.

Особенности вещества в наноструктурированном состоянии (высокая удельная поверхность, высокая реакционная способность) позволяют создавать новые, нетрадиционные системы и материалы для разделения веществ.

Использование наночастиц и наноструктур, в том числе микроэмульсий, даст возможность разрабатывать новые эффективные энерго- и ресурсосберегающие технологии выделения и разделения веществ, что будет способствовать выпуску конкурентноспособной продукции в данной отрасли.

Жидкие наноструктурированные среды можно получить как путем диспергирования («сверху вниз»), так и путем самоассоциации («снизу вверх»). Многие из известных экстрагентов являются поверхностно-активными веществами и способны сами или в присутствии других веществ самопроизвольно ассоциировать с образованием жидких наноструктурированных сред.

Для извлечения и разделения веществ могут применяться прямые и обратные мицеллярные системы, прямые, обратные и бинепрерывные микроэмульсии, жидкие мембраны с нанодисперсией, жидкие кристаллы и пленки Ленгмюра-Блоджетт.

Примером использования жидких наноструктурированных сред для выделения веществ является метод извлечения металлов экстрагент-содержащей микроэмульсией из частиц твердой фазы (микроэмульсионное выщелачивание). Метод микроэмульсионного выщелачивания предполагает извлечение металлов из техногенного сырья (концентратов, шламов, зол, пылей и т.д.) путем его контакта с экстрагент-содержащей микроэмульсией. После выщелачивания твердая фаза отделяется и целевые компоненты из микроэмульсии реэкстрагируются. Органическая фаза после реэкстракции возвращается для приготовления микроэмульсии.

Главным достоинством микроэмульсионного выщелачивания является селективное извлечение целевых компонентов и их включение в капли микроэмульсии (экстракция) уже на стадии обработки твердой фазы (выщелачивание), то есть совмещение выщелачивания и экстракции в одном процессе.

Возможности и особенности применения экстрагент-содержащих микроэмульсий для извлечения металлов из вторичного и первичного техногенного сырья продемонстрированы на примере микроэмульсии Д2ЭГФNa, содержащей известный экстрагент Д2ЭГФК. Показано, что скорость микроэмульсионного выщелачивания возрастает с повышением температуры, с увеличением дисперсности твердой фазы и концентрации экстрагента в микроэмульсии. На примере меди показано практически полное извлечение целевого компонента из образцов гальванических шламов и летучей золы мусоросжигательного завода.

П-4.

**ДИФРАКЦИЯ БЫСТРЫХ ЭЛЕКТРОНОВ
И ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ
В ИССЛЕДОВАНИИ НАНОСТРУКТУР**

В.М. Иевлев

Государственный университет, Воронеж, Россия,
ievlev@chem.vsu.ru

В ряду традиционных факторов, определяющих свойства наноматериалов (элементный и химический состав, способ и кинетика процессов формирования, температура, среда, эффект субструктура и другие) основным является размерный эффект (фазовый, структурный, субструктурный, морфологический, ориентационный).

Размерный эффект проявляется в существенных качественных и количественных изменениях физико-химических свойств наноматериалов. Поэтому аттестация наноматериалов представляет собой одну из ключевых проблем нанотехнологий.

В докладе обсуждаются возможности методов ДБЭ и ПЭМ в исследовании и аттестации дискретных и компактных наноструктур (нанопорошки, тонкие пленки, наноструктурная керамика, нанокompозиты):

- определение размеров и формы нанокристаллов;
- исследование морфологических превращений;
- анализ фазового состава нанокристаллических материалов;
- выявление пространственного распределения фаз в компактных и агломерированных наноструктурах, кристаллических и аморфно-кристаллических материалах;
- выявление фазового и структурного размерного эффекта;
- анализ субструктуры наночастиц;
- исследование структуры и субструктуры поверхностей раздела (свободная поверхность, межзеренные и межфазные границы).

П-5.

ЭКСТРАКЦИОННАЯ ХИМИЯ ГАЗИРОВАННОЙ ВОДЫ С СИРОПОМ

А.М. Чекмарев, С.И. Степанов

Российский химико-технологический университет
им. Д.И.Менделеева, Москва, Россия,
chekmar@phychu.ac.ru, chao_step@mail.ru

Традиционная жидкостная экстракция представляет собой распределение целевого компонента между двумя несмешивающимися жидкостями. Однако в карбонатных экстракционных системах одним из реагентов, принимающим участие в химических реакциях, является углекислый газ. В этом случае двухфазная жидкостная система переходит в трехфазную: жидкость – жидкость – газ.

Введение углекислого газа в такую систему может быть осуществлено путем его барботажа через слой двух жидкостей. В таком варианте углекислый газ выступает не только как компонент реагирующей химической системы, но и как «перемешивающее устройство». При этом насыщаемая углекислым газом водная фаза представляет собой «газированную воду», а экстрагент выполняет функцию «сиропа», поэтому химия таких систем была названа нами «экстракционной химией газированной воды с сиропом».

При взаимодействии воды, в том числе соэкстрагированной в органическую фазу, с углекислым газом образуется угольная кислота, которая является донором протонов H^+ . А значит, в жидких фазах могут протекать реакции, катализируемые протонами. Примером таких процессов является полимеризация или точнее поликонденсация, т.к. в процессе выделяется вода, оксианионов Cr (VI), Mo (VI), W (VI) в органической фазе в присутствии H^+ с образованием полиоксианионов. Особенностью такой экстракционной системы является образование полиоксианионов в органической фазе, т.к. концентрация воды в ней несоизмеримо меньше, чем в исходном водном растворе. Образую-

щиеся полимерные анионы практически не гидратированы и не распределяются обратимо в водную фазу. Создаются условия, при которых распределение оксианионов указанных выше металлов протекает необратимо в органическую фазу, а сама экстракционная система работает как «химический насос», извлекая металл из водной фазы до равновесных концентраций ниже предельно допустимых.

При экстракции в системах жидкость-жидкость-газ коэффициенты распределения металлов могут достигать величин в несколько десятков тысяч. В то же время, их равновесные концентрации в водной фазе могут оказаться выше, чем следует из коэффициентов распределения. Такое положение обусловлено распределением органического экстракта, содержащего металл в форме полиоксианиона, связанного четвертичным аммониевым катионом, в водную фазу за счет микроэмульгирования.

Для удаления микроэмульсии, насыщенной металлом органической фазы, достаточно проводить сорбционную очистку на твердых сорбентах. Другой особенностью трехфазных экстракционных систем, является использование в качестве экстрагента одноименной анионной формы четвертичной соли для экстракции оксианиона металла. Например, для экстракции Cr (VI) используют монохромат четвертичной соли состава $(R_4N)_2CrO_4$, где R_4N^+ – четвертичный аммониевый катион.

Резэкстракция полиоксианионов из органической фазы может быть проведена только за счет деполимеризации, которая протекает в присутствии OH^- – анионов. Чем выше степень полимеризации при экстракции, тем выше степень резэкстракции в процессах деполимеризации, т.к. конечной формой экстрагента остается моноформа оксианиона, например монохромата для Cr (VI).

Жидкостная экстракция в трехфазных системах жидкость-жидкость-газ может быть использована для глубокой очистки водных растворов от тяжелых металлов, в процессах твердофазной резэкстракции поливалентных металлов, а также для проведения процессов межфазного катализа протонами или оксианионами металлов в органическом синтезе.

П-6.

**ЭКСТРАКЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В СИСТЕМАХ
С ВОДОРАСТВОРИМЫМИ ПОЛИМЕРАМИ**

**Н.Я. Мокшина¹, В.М. Шкинев², Б.Я. Спиваков²,
Я.И. Коренман³**

¹Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия, moksнад@mail.ru

²Институт геохимии и аналитической химии
им. В.И. Вернадского РАН, Москва, Россия, vshkinev@mail.ru

³Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Экстракция органических соединений широко применяется в аналитической химии, биотехнологии, фармацевтической, пищевой промышленности и медицине. При выборе экстракционных систем необходимо учитывать, что гидрофильные органические соединения слабо экстрагируются в условиях традиционных жидкость–жидкостных экстракционных систем, включающих органические растворители.

Для экстракции органических соединений разных классов (в том числе биологически активных веществ) нами применены экологически безопасные водные растворы полимеров. Подробно изучены условия получения и существования гетерогенных систем жидкость–жидкость. В докладе отмечено решающее значение воды при образовании двухфазных водных систем, приведены данные об активности воды в равновесных фазах и значения межфазного потенциала.

Установлены условия проведения и количественные характеристики экстракции органических веществ (коэффициенты распределения, степень извлечения, факторы разделения). Рекомендованы эффективные системы для практически полного извлечения органических соединений из водно-солевых сред. Среди экстрагируемых органических соединений подробно изучены разнообразные красители и их комплексы с металлами, фенолы, аминокислоты и другие мономерные вещества.

В докладе обсуждается также экстракция высокомолекулярных природных органических соединений (гуминовых веществ, ферментов, энзимов, нуклеиновых кислот и других). Приведены примеры использования систем с водорастворимыми полимерами для структурированных природных образований, таких как вирусы, вирусоподобные частицы, клетки.

Приводится обзор различных вариантов аппаратного оформления процессов экстракции в двухфазных водных системах. В частности, отмечены успехи в переводе экстракционных систем, особенно с двумя полимерами, в вариант планарной или колоночной хроматографии.

Обсуждаются достижения в использовании двухфазных водных систем при проведении и сочетании биосинтеза и одновременного разделения полезных компонентов.

Дан библиографический анализ литературных источников и отмечены тенденции в выборе двухфазных водных систем для решения биотехнологических задач.

Водорастворимые полимеры поли-N-виниламидного ряда применены для эффективного извлечения разнохарактерных аминокислот и витаминов из водных сред. Установлено влияние структуры и молекулярной массы поли-N-винилпирролидона, поли-N-винилкапролактама и поли-N-винил-N-метилацетамида на степень извлечения биологически активных веществ.

Для экстракции аминокислот и витаминов применены также полиэтиленгликоли с разной молекулярной массой (ПЭГ-2000 и ПЭГ-5000). Применение растворов полимеров в качестве экстрагентов позволило эффективно извлекать компоненты, которые невозможно экстрагировать традиционными органическими растворителями (например, триптофан).

Отдельно отмечено появление новых сенсорных систем, основанных на закономерностях, характерных для экстракционных процессов.

Сделан вывод о перспективности применения двухфазных водных систем в препаративной и аналитической химии для решения широкого круга актуальных задач.

П-7.

**МИЦЕЛЛЯРНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ГИДРОФОБНЫХ
АНАЛИТИЧЕСКИХ ФОРМ КАК АЛЬТЕРНАТИВА
ОРГАНИЧЕСКИМ РАСТВОРИТЕЛЯМ
В ФОТОМЕТРИИ**

Р.К. Чернова, Е.И. Селифонова, И.В. Косырева

Государственный университет, Саратов, Россия,
chernov-ia@yandex. ru

Одним из распространенных гибридных методов анализа является экстракционно–фотометрический. Гидрофобные аналитические формы, плохо растворимые в воде, обычно растворяют в подходящих органических растворителях.

В докладе представлен другой подход к выбору экстрагентов для гидрофобных аналитических форм – мицеллярная псевдофазная экстракция на основе поверхностно-активных веществ (ПАВ). Такой подход имеет определенные преимущества: упрощается процедура анализа (устраняется операция разделения фаз), не требуются токсичные органические растворители, фотометрируемые растворы устойчивы длительное время.

Известно, что существенные затруднения в фотометрическом анализе вызывает плохая растворимость аналитических форм: хелатов меди, ртути, кадмия, цинка, индия, РЗЭ, никеля и других с такими реагентами, как дитизон, рубановодородная кислота, фенилфлуороны, 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол, борнопирокатехинфиолетовый комплекс, 8-меркаптохинолин, 2.4-динитрофенилгидразин; ионных пар хелатов металлов (например, тиоцианатов, порфиринов) с противоионами.

Перечисленные соединения относятся к органическим неэлектролитам и способны к сопряженному растворению в мицеллярных растворах ПАВ. Особенностью процесса является самопроизвольное поглощение молекул неэлектролитов мицеллами ПАВ с локализацией солубилизаторов на поверхности,

внутри мицелл или с образованием смешанных мицелл. Процесс сопровождается уменьшением свободной энергии системы и приводит к образованию термодинамически устойчивых равновесных систем.

Рассмотрена связь растворимости аналитической формы от концентрации соответствующего ПАВ ниже ККМ (эффект всаливания) и переход к солюбилизации в виде функции концентрации ПАВ выше ККМ. В последнем случае растворимость почти линейно связана с концентрацией ПАВ. Проверена прогнозирующая сила уравнений простой модели распределения и ее варианта – модели, рассматривающей солюбилизацию как химическое равновесие.

Обсуждается также иная модель процесса солюбилизации, основанная на присутствии в мицелле специфических реакционных центров. При этом возможны различные типы взаимодействий, приводящие к изменению спектральных характеристик солюбилизаторов (бато-, гипсо- и гиперхромные эффекты). Последние отмечены для локализованных в мицеллах ПАВ хелатов металлов с дитизоном, фенилфлуороном, 8-меркаптохинолином и другими реагентами.

Проведена оценка растворяющей способности ПАВ на примерах 8-меркаптохинолина и 2,4-динитрофенилгидразина. При оптимальных концентрациях ОП-10 ($4,5 \cdot 10^{-2}$ М) растворимость 8-меркаптохинолина возрастает в 15,8 раз, 2,4-динитрофенилгидразина при экстракции цетилпиридиний хлоридом – в 60 раз. Псевдофазная экстракция возможна всеми видами ПАВ – катионными, анионными, неионными.

В докладе сообщаются сведения о влиянии посторонних электролитов на процессы мицеллярной экстракции. Даны прогнозные оценки выбора ПАВ – экстрагента.

Приводятся примеры практического применения в фотометрии псевдофазных мицеллярно – экстракционных систем при определении неорганических и органических веществ.

П-8.

SUPERCRITICAL FLUIDS IN DIFFERENT SEPARATION PROCESSES: MODELLING OF EXTRACTION, THE PRESENT AND FUTURE APPLICATION

Dejan Skala

University of Belgrade, Faculty of Technology and Metallurgy,
Belgrade, Serbia, skala@tmf.bg.ac.rs

The supercritical fluid extraction (SFE) has been widely used method for isolation of different compounds mainly present in natural sources.

Application of carbon dioxide at supercritical condition has many advantages over traditional extraction processes based on use of organic solvents: the extraction is realized under very low or moderate temperature (usually 40-60°C): obtained extract does not contain presence of organic solvents: solvent is safe, readily available and has a low cost.

The fractionation of extract could be also realized by changing the pressure in extractor as well as in separation units with aim to improve the SFE process selectivity. Other solvents were also studied as potential solvents for supercritical extraction e.g.: light hydrocarbons (ethane, propane, butane), nitrous oxide, fluorinated hydrocarbons but carbon dioxide is the most popular solvents applied in different processes.

The only serious disadvantage of supercritical extraction is a relatively high investment costs if compared SFE to other in many cases industrially applied extraction processes. Many results were published in a literature in the last several decades but this review will be focused to data reported in the last 10 years and mainly to the original experimental data of SFE from solid materials.

All these experiments were realized in laboratory at University of Belgrade (SFE CO₂ extraction of different

compounds from garlic, clove, oregano, carrot, marigold, sage and others).

Different models were applied for interpretation the kinetic of SFE process. Three models were discussed and analyzed in this lecture. Models proposed by Sovova [1], Hong et al [2] and finally the model derived by own experimental work which is based on structural characteristics of plant materials reported 2005 and 2008 [3, 4].

All of these models are based on different assumptions and according to the experimental extraction curve which represents the yield of extract *versus* time of extraction one can calculate and analyze the influence of operating conditions on derived parameters used in definition of these models.

Comparison of above mentioned models was done in the case of SF CO₂ extraction from clove and oregano as well as from their mixture.

In some cases the starting material for extraction was in a liquid phase like in a process of supercritical re-refining of waste oil using pure supercritical CO₂ or mixture of CO₂ and propane under supercritical condition.

This and some other processes were analyzed as acceptable alternative regarding environmentally complicate and followed by different wastes industrial processes of used motor oil re-refining.

References:

- [1] H. Sovová, *Chem. Eng. Sci.* 1994 V. 49. № 3. P. 409-414.
- [2] I. K. Hong, S. W. Rho, K. S. Lee, W. H. Lee, K. P. Yoo, *Korean Journal of Chemical Engineering*. 1990. V. 7. P. 40-46.
- [3] I. Zizovic, M. Stamenic, A. Orlovic, D. Skala, *Chem. Eng. Sci.* 2005. V. 60. P. 747-756.
- [4] M. Stamenic, I. Zizovic, A Orlovic, D. Skala, *J. of Supercritical Fluids*. 2008 V. 46. P. 285-292.

П-9.

**ТРАДИЦИОННОЕ И ПЕРСПЕКТИВНОЕ СЫРЬЕ
ДЛЯ ВЫДЕЛЕНИЯ ЦЕННЫХ ПРИРОДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ЭКСТРАКЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ И ПРИЕМЫ
ИХ ИНТЕНСИФИКАЦИИ**

Н.Л. Егуткин^{1,2}, Ю.И. Муринов¹, Г.Р. Кудоярова²

¹Институт органической химии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

egutkin@anrb.ru

В докладе проведен системный анализ запасов, распределения и характеристик традиционных и перспективных природных ресурсов, а также вторичного сырья (ВС) – отходов различных производств. Обсуждаются также возможности получения на их основе с использованием экстракционных методов ценных органических веществ, биологически активных соединений и их синтонов.

Чрезвычайно важно то обстоятельство, что вовлечение в технологический передел ВС, кроме получения ценной продукции, направлено на решение ряда экологических проблем. Наиболее масштабны задачи по переработке лигнина и других отходов целлюлозно-бумажных комбинатов, производств сланцев, углей и торфа, кожевенных предприятий, заводов по переработке шерсти, химической переработки древесины, использования окорки и опила деревообрабатывающих предприятий, лиственного и хвойного опада.

Особое место занимает решение задач по переработке ВС для сельского хозяйства и предприятий пищевой промышленности. Это отходы животноводческих комплексов, мелькомбинатов, производств по переработки рыбы и морепродуктов, мясокомбинатов, предприятий по производству сахара и растительных масел, молочных, винных и пивзаводов, пчеловодческих организаций. При этом ассортимент возможной продукции чаще всего включает пищевые продукты и кормовые премиксы, биологически активные добавки и медицинские

препараты, косметические средства, регуляторы роста и средства защиты растений.

Часто при переработке ВС, особенно многотоннажного, целесообразно получать продукцию технического назначения: строительные материалы и их компоненты, добавки к буровым растворам, адсорбенты, дубители, ингибиторы коррозии, антидетационные и антиокислительные добавки к топливам, специальные смазки и смазывающие-охлаждающие жидкости, бактерицидные добавки к древесине, другие ценные продукты.

Основные проблемы эффективной переработки ВС связаны со сложностью его длительного хранения, низкой концентрацией ценных компонентов, энергоемкостью используемых технологических процессов.

В докладе приводятся примеры перспективных отечественных разработок по комплексной переработке различного возобновляемого природного сырья с получением конкурентно-способных и высокодоходных препаратов, включая: арабиногалактан, дигидрокверцетин, кверцетин, бетулин, хитозан, а также противоопухолевые средства на основе производных хлорина.

Предполагается проанализировать особенности технологических операций, связанных с предварительной подготовкой растительного сырья и вторичных отходов: сушка, размол, механохимическая активация, стерилизация, использование ферментных препаратов, гидролитических и окислительных процессов, а также применение специального оборудования и методов парового взрыва, СВЧ-генераторов, кавитационных и электроимпульсных, электромагнитных и радиационных воздействий, обеспечивающих интенсификацию процесса экстрагирования и, как правило, снижающих энергозатраты.

Обсуждаются состояние, целесообразность и перспективы расширения объемов интродукции лекарственных растений, а также приемы биотехнологического культивирования калюса методом культуры тканей.

П-10.

**ЖИДКОСТНАЯ И ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ
В АНАЛИЗЕ ДИОКСИНОВ И ДИОКСИНОПОДОБНЫХ
ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ В ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТАХ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

В.Д. Чмиль, Д.Ю. Выдрин, М.В. Швец

Институт экогигиены и токсикологии им. Л.И. Медведя,
Киев, Украина, cvd@medved.kiev.ua

Наибольшую опасность для человека и окружающей среды среди стойких органических загрязнителей представляют химические соединения, которые объединены общим термином – диоксины. К диоксидам относятся полихлорированные дибензопарадиоксины (ПХДД) и дибензофураны (ПХДФ) – хлорированные трициклические кислородсодержащие ароматические соединения. В настоящее время они идентифицированы как загрязнители почти в каждом компоненте глобальной экосистемы, включая воздух, почву, речные, озерные и морские донные осадки, рыбу, жировые ткани человека, домашних и диких животных, молоко и кровь.

К диоксидам примыкает группа полихлорированных бифенилов (ПХБ) – хлорированных бициклических ароматических соединений, некоторые из которых проявляют токсические свойства, подобные диоксидам, и которые поэтому часто называются диоксинподобными ПХБ.

Пробоподготовка – основная стадия при определении диоксинов и диоксинподобных ПХБ. Имеются методики определения различных агентств (EPA US № 613,1613,8280,8290) и ведомств, с применением которых можно определять содержание диоксинов в различных матрицах, основанных на разных схемах пробоподготовки. Независимо от методики определения пробоподготовка обязательно должна содержать три стадии – экстракцию, очистку полученного экстракта и концентрирование.

Вследствие высокой гидрофобности диоксинов они, как правило, накапливаются и находятся в основном в липофильных матрицах или в липофильных частях матриц, в связи с чем для их извлечения могут быть применены практически любые органические растворители (или их смеси), которые не смешиваются с водой. Например, для извлечения этих соединений из жиросодержащих пищевых продуктов животного происхождения (свинина, говядина, домашняя птица) применяют н-гексан, для извлечения из рыбы – смесь н-гексана с хлористым метиленом, для извлечения из почвы, донных отложений и летучей золы – толуол, для извлечения из воды – хлористый метилен.

Стадия очистки полученных экстрактов включает:

1) жидкостную экстракцию, которая заключается в перераспределении целевых компонентов между различными растворителями;

2) многоступенчатую последовательную очистку с использованием твердофазной экстракции при различных механизмах сорбции.

Для этой цели применяют стеклянные колонки, заполненные силикагелем (в том числе и модифицированным серной кислотой), оксидом алюминия, флоризилом, активированным углем и сорбентами для гель-проникающей хроматографии. На этой стадии анализа одновременно достигается и частичное фракционирование аналитов и их предварительное концентрирование.

В докладе обсуждаются методы пробоподготовки в анализе ПХДД, ПХДФ и ПХБ, основанные на различных видах экстракции, и рассматривается опыт работы Диоксинового центра Института экогигиены и токсикологии им.Л.И.Медведя по использованию автоматических систем для экстракции диоксинов и диоксинподобных ПХБ (PLE, Power-PrepTM, FMS, США) из пищевых продуктов, кормов для сельскохозяйственных животных и биологических сред.

СЕКЦИЯ 1

*ТЕОРИЯ И МОДЕЛИРОВАНИЕ
ЭКСТРАКЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ*

1-У1.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ЗАВИСИМОСТИ СТРУКТУРА-СВОЙСТВО
ДЛЯ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДВУХФАЗНЫХ
И УЛЬТРАМИКРОГЕТЕРОГЕННЫХ
ЭКСТРАКЦИОННЫХ СИСТЕМ**

А.П. Бойченко, В.В. Марков, Л.П. Логинова

Национальный университет им. В.Н. Каразина,
Харьков, Украина, boichenko@univer.kharkov.ua

Прогнозирование возможностей концентрирования и экстракционного разделения органических соединений представляет особое значение при оптимизации условий жидкостной и мицеллярной экстракции, а также хроматографического разделения.

В докладе обсуждается применение количественных зависимостей структура–свойство для прогнозирования характеристик распределения в истинных двухфазных и микрогетерогенных системах, а также для описания процессов хроматографического разделения.

В качестве модельных соединений применяли ряд производных бензола, полиароматических углеводов и парабе-нов. Для описания зависимостей константа распределения – структура вещества применяли линейные зависимости энергий сольватации, модели Калижана и модели, построенные с использованием рассчитанных по программе Dragon, Talete srl. дескрипторов.

Установлены критерии оценки прогнозирующей способности моделей распределение/хроматографическое удерживание – структура вещества, представлен хемометрический алгоритм выбора расчетных дескрипторов.

Разработанные модели позволяют устанавливать различия в свойствах экстракционных систем, априори оценивать эффективность экстракционного разделения, а также возможности разделения смесей методами обращенно-фазовой и мицеллярной жидкостной хроматографии.

1-У2.

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА АНТИБИОТИКОВ
ШИРОКОГО СПЕКТРА ДЕЙСТВИЯ**

**Е.В. Владимирова, Е.В. Шипуло, А.А. Дунаева,
О.М. Петрухин**

Российский химико-технологический университет
им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия, velv@list.ru

Реакции, протекающие на границе раздела двух несмешивающихся жидких фаз, широко применяют в различных аналитических методах. Прежде всего к ним относится жидкостная экстракция. В то же время реакции, используемые в равновесных электрохимических методах анализа [ионометрия с жидкостными мембранами, вольтамперометрия на границе раздела двух несмешивающихся растворов электролитов (ГРДНРЭ)], имеют много общего с экстракционными методами.

Соответственно, такой современный метод анализа, как вольтамперометрия на ГРДНРЭ, можно рассматривать как логическое продолжение использования подходов, применяемых для экстракционных методов анализа.

В докладе обсуждаются вопросы комплексообразования некоторых макролидов, широко применяемых в медицине, с ионами щелочных и щелочноземельных металлов методом вольтамперометрии на ГРДНРЭ. Предложено применять этот метод для количественного определения макролидов.

Изучено комплексообразование аминогликозидных антибиотиков с нейтральным макроциклическим лигандом дибензо-18-краун-6 и стехиометрия образующегося комплекса, рассчитана стандартная энергия переноса. Установлены оптимальные условия вольтамперометрического определения антибиотиков аминогликозидного ряда в водных растворах. Метод вольтамперометрии на ГРДНРЭ с использованием дибензо-18-краун-6 рекомендуется для определения антибиотиков амино-гликозидного ряда в водных растворах.

1-УЗ.

**ВЛИЯНИЕ СТРОЕНИЯ МЕТИЛ- α -АЛКИЛАКРИЛАТОВ
НА ИХ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЖДУ ВОДНОЙ И МОНОМЕРНЫМИ
ФАЗАМИ В ПРОЦЕССЕ ЭМУЛЬСИОННОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ**

В.А. Волошинец, О.И. Маршалок

Национальный университет “Львівська політехніка”,
Львов, Украина, vladyslav.voloshynets@gmail.com

Бромит-броматным методом исследована растворимость в воде метилакрилата, метилэтилакрилата, метилпропилакрилата, метилбутилакрилата. В результате анализа этих данных, а также известной водорастворимости метилметилакрилата и метилэтилакрилата установлено, что увеличение алкильного заместителя в α -положении по отношению к двойной связи в спиртовом радикале на группу CH_2 уменьшает растворимость в воде мономера в 3,43 раза.

Полученные данные по водорастворимости метил- α -алкилакрилатов позволили рассчитать состав и долю мономерных смесей, полимеризующихся в водной фазе и в полимерно-мономерных частицах при их эмульсионной сополимеризации с метилакрилатом.

Согласно расчетам доля мономерных смесей метилакрилатметил- α -алкилакрилат (7:3), полимеризующихся в водной фазе, составляет 8,5–9,1 % при соотношении объемов водная фаза : мономерная фаза $r = 3 : 2$, 22,8–24,4 % при $r = 4 : 1$ и определяется в основном водорастворимостью метилакрилата. Содержание метил- α -алкил-акрилатов в полимерно-мономерных частицах и в водной фазе составляет соответственно 37–39 % и 0,7–7,3 %.

Полученные результаты способствуют объяснению большего ингибирующего влияния метилэтилакрилата в сравнении с метилпропилакрилатом на эмульсионную сополимеризацию с метилакрилатом при использовании водорастворимого инициатора – персульфата аммония.

1-У4.

МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАДЕЖНЫХ ДАННЫХ О КОНСТАНТАХ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И МЕХАНИЗМЕ ЭКСТРАКЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Н.Л. Егуткин

Институт органической химии и институт биологии Уральского
научного центра РАН, Уфа, Россия,
egutkin@anrb.ru

Известные данные о константах распределения P_0 многих органических веществ носят противоречивый характер, а иногда отличаются не только в несколько раз, но даже на порядок и более. Это характерно для соединений, имеющих очень низкие, либо достаточно высокие константы распределения ($0.01 < P_0 < 100$), или при экстракции лабильных соединений, независимо от величины P_0 . Для увеличения достоверности получаемых экспериментальных данных предлагается ряд операций. В их числе тестирование распределяемых соединений на экстракционную чистоту, обеспечение снижения инактивации лабильных БАВ за счет использования «щадящих» рН_i и низких температур, применение метода равновесной реэкстракции, «подкисленных» экстрагентов при извлечении пенициллинов.

Накопление в экстрагенте даже небольшого количества реакционно способных примесей также может привести к существенному искажению величин P_0 (образование пероксидов в простых эфирах, карбенов в хлороформе на свету или в щелочных средах, гидролиз сложных эфиров).

Особенно тщательно следует изучать системы, для которых возможно образование высокосольватированных экстрагируемых комплексов. При этом важное значение имеют чистота экстрагентов и точность термостатирования, т.к. незначительное количество примесей компонентов и дрейф температуры могут заметно исказить истинное значение константы распределения.

1-У5.

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ МОНОКАРБОНОВЫХ
КИСЛОТ В СИСТЕМЕ С ДИ(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)ФОСФАТОМ
ТРИОКТИЛМЕТИЛАММОНИЯ**

**Ю.А. Заходяева, А.А. Вошкин, В.В. Белова,
А.И. Холькин**

Институт общей и неорганической химии
им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия, belova@igic.ras.ru

До настоящего времени экстракция монокарбонových кислот изучалась в основном нейтральными экстрагентами, высокомолекулярными алифатическими аминами и солями четвертичных аммониевых оснований (ЧАО) с минеральными анионами. Данная работа посвящена исследованию закономерностей межфазного распределения монокарбонových кислот в системе с бинарным экстрагентом - ди(2-этилгексил)фосфатом триоктилметиламмония.

Получены изотермы экстракции монокарбонových кислот 0.2М раствором ди(2-этилгексил)фосфата триоктилметил-аммония в толуоле и показано, что они имеют прямолинейный характер. Экстрагируемость кислот уменьшается в ряду: масляная > пропионовая > муравьиная > уксусная > молочная, который соответствует анионообменному ряду для исходных солей ЧАО. Предположены механизмы распределения монокарбонových кислот и рассчитаны концентрационные константы экстракции.

Изучена зависимость экстракции уксусной и пропионовой кислот от кислотности водной фазы и показано, что наиболее эффективно кислоты извлекаются из кислых растворов. При увеличении рН водной фазы наблюдается уменьшение коэффициентов распределения, что указывает на возможность эффективной реэкстракции кислот из органических растворов.

Полученные данные показывают возможность эффективного разделения монокарбонových кислот в системах с ди(2-этилгексил)фосфатом триоктилметиламмония и реэкстракции.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 10-03-00188).

1-У6.

**ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ АСПЕКТ РАЗРАБОТКИ
ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИХ ЭКСТРАКТОРОВ**

Н.Ф. Кизим, Е.Н. Голубина

Новомосковский институт РХТУ им. Д.И. Менделеева,
Новомосковск, Россия, nphk@mail.ru

В современных экстракторах перемешивание и транспортировка фаз осуществляются при непосредственном воздействии механически движущихся внутренних устройств. Это приводит к тому, что значительная часть подводимой к системе энергии расходуется не на полезный процесс, а сначала на диспергирование жидкости с целью получения развитой поверхности, затем – на коалесценцию.

Сущность предлагаемого нами метода заключается в том, что на границе раздела двух несмешивающихся жидкостей помещается вибрирующий элемент, который колеблется с определенной (резонансной) частотой. Установлено, что локальный подвод энергии в динамический межфазный слой (ДМС) экстракционной системы позволяет значительно повысить скорость извлечения по сравнению со скоростью в отсутствие принудительного перемешивания фаз.

Эффективность метода проверена на примере извлечения РЗЭ растворами ДЭГФК в органических растворителях. Локальный подвод энергии в динамический межфазный слой в виде механических колебаний одновременно влияет на два процесса – скорость извлечения РЗЭ и скорость их накопления в ДМС. Влияние механических колебаний обусловлено изменением гидродинамической обстановки в межфазной области и в приповерхностных слоях и не является постоянной во всем исследуемом временном диапазоне. Эффективность влияния механических колебаний на скорость извлечения РЗЭ зависит от природы растворителя и экстрагируемого соединения, концентрации экстракционного реагента и экстрагируемого РЗЭ, кислотности среды. Полученные результаты могут найти применение при разработке новой экстракционной аппаратуры.

1-У7.

ТРЕХФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМЕСЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

В.В. Коковкин

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Научно-исследовательский государственный университет,
Новосибирск, Россия, basil@niic.nsc.ru

В докладе обсуждаются вопросы применения трехфазной системы водный раствор NaCl – ацетонитрил – гексан для экстракции из водной фазы, разделения и определения ряда смесей органических веществ (ОВ).

Исследована взаимная растворимость фаз. Показано, что оптимальным является соотношение объемов фаз 1 : 1 : 1. Изучено индивидуальное распределение в системе следующих веществ и смесей: неионогенных поверхностно-активных веществ (ПАВ), глицеридов жирных кислот, смесей алканов (стандартная смесь нефтепродуктов), анионных ПАВ (АПАВ).

Для детектирования ОВ применяли метод ИК-спектрометрии. Показано, что ПАВ и АПАВ переходят из водной фазы в фазу ацетонитрила, жиры и углеводороды – в фазу гексана. Однако используемая методика с применением такой трехфазной системы и ИК-спектрометрическим анализом экстрактов не позволяет экспериментировать с изученными смесями ОВ при концентрациях на уровне ПДК.

Предложено разделить процесс на две стадии: 1) экстракция гексаном; 2) раздельное определение смесей ОВ с применением трехфазной экстракции. По такой схеме нами разработаны методики определения ряда смесей ОВ. Одна из них успешно прошла метрологическую аттестацию и рекомендована для применения в анализе вод различного состава [1].

[1] МВИ массовой концентрации НПВАВ в питьевых, природных и сточных водах на основе экстракции и последующего разделения в трехфазной системе методом ИК-спектрометрии на концентратомере КН-2м. ПНД Ф 14.1:2:4.256-09. М. 2009.

1-У8.

**НОВЫЕ ПОДХОДЫ К РАЗРАБОТКЕ ПРОЦЕССОВ
РАЗДЕЛЕНИЯ МЕТОДАМИ ЖИДКОСТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ**

А.Е. Костянян, А.А. Вошкин, Н.В. Козин

Институт общей и неорганической химии
им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия, aav@igic.ras.ru

В настоящее время интенсивно разрабатываются новые методы жидкостной хроматографии без твердого носителя неподвижной фазы. Ряд зарубежных фирм выпускают центробежные экстракционно-хроматографические аппараты, которые применяются как в аналитической химии, так и в препаративных целях для очистки и разделения фармацевтических продуктов в полупромышленных и промышленных масштабах. Новые методы имеют ряд достоинств. Однако их недостатком является сложность технологического оформления и обусловленная этим высокая стоимость оборудования.

Нами предложены два подхода для усовершенствования рассматриваемых процессов: 1) циклические режимы движения фаз; 2) пульсационные методы перемешивания фаз. На основе объединения обоих подходов можно создать новые высокоэффективные экстракционно-хроматографические процессы разделения, сочетающие преимущества циклического (дискретного) режима подачи и пульсационного механизма контактирования фаз. Разработаны пульсационно-циклический способ и аппараты для экстракционно-хроматографического разделения жидкой смеси компонентов. Созданы научные основы нового метода, проведен теоретический анализ циклического режима хроматографии с учетом влияния различных факторов. Сконструированы и изготовлены лабораторные установки для реализации предложенного метода.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта по Программе Президиума РАН № 20 «Создание и совершенствование методов химического анализа и исследования структуры веществ и материалов», проект: «Пульсационно-циклическая жидкость-жидкостная хроматография».

1-У9.

**ПРИМЕНЕНИЕ СИСТЕМЫ ПЕРФТОРДЕКАЛИН–ОКТАН
В ХРОМАТО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОМ МЕТОДЕ**

А.С. Кушакова, И.А. Меркушева, И.Г. Зенкевич

Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
saby1@yandex.ru

Хромато-распределительный метод основан на распределении аналитов в гетерофазных системах органических растворителей и последующем хроматографическом анализе каждого слоя. Это позволяет характеризовать аналиты одновременно индексами удерживания (RI) и коэффициентами распределения (K_p), а также дифференциальными параметрами j , являющимися инвариантами гомологических рядов [1]: $j = aRI - \lg K_p$, где коэффициент a характеризует селективность системы к разным рядам. Для системы перфтордекалин октан $a = (0.8 \pm 0.1) \times 10^{-3}$. Это характеризует систему как “мягкую”, пригодную для идентификации гомологических рядов даже сильнополярных соединений.

Отличием системы перфтордекалин (ПФД) – октан от большинства известных в настоящее время является то, что оба растворителя неполярны. Для этой системы определены взаимная растворимость образующих ее компонентов, температурная зависимость и параметры j нескольких гомологических рядов. Взаимная растворимость компонентов гетерофазной системы перфтордекалин/октан:

система	мас. %
C ₈ H ₁₈ в ПФД	4.8 ± 0.4
ПФД в C ₈ H ₁₈	27.8 ± 2.1

В качестве примера применения такой гетерофазной системы для идентификации гомологических рядов приводится определение примеси в 2,3-диметилбутадиене.

[1]. Зенкевич И.Г., Васильев А.В. ЖАХ, 1993. Т. 48. С. 473.

**МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ
ОДНООСНОВНОЙ КИСЛОТЫ**

А.В. Очкин, Д.Ю. Гладилов, С.Ю. Нехаевский

Российский химико-технологический университет
им. Д.И.Менделеева, Москва, Россия, ochkin@rctu.ru

Моделирование процесса распределения одноосновной кислоты обсуждается на примере системы $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}$ в отсутствие и присутствии разбавителя. Различий между HNO_3 и сильной органической кислотой, например, пикриновой нет.

Особенности моделирования:

- в качестве концентрационной шкалы применены мольные доли x ;
- в системе без разбавителя предполагается образование и распределение ионной пары, моносольвата, дисольвата, полусольвата, к которым может присоединяться неограниченное количество молекул кислоты; в системе с разбавителем для описания равновесия достаточно постулировать образование моносольвата, дисольвата и полусольвата; равновесие подчиняется закону действия масс;
- образование гидратов и сольватов учитывается в соответствии с концепцией нестехиометрической гидратации;
- для расчета мольной доли воды применяется выведенное ранее уравнение.
- оптимизация набора констант проводится в два этапа: а) минимизация суммы квадратов отклонений $(\sum x_i - 1)^2$; б) минимизация суммы квадратов относительных отклонений рассчитанных молярных концентраций кислоты, воды и ТБФ от экспериментальных.

Требования к базе данных: не менее 20 точек и примерно одинаковая точность данных во всем диапазоне расчетов. Для системы $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}$ расчет позволил определить молярные концентрации всех компонентов со средней относительной погрешностью по кислоте $\delta_a = 2.35 \%$, воде $\delta_w = 2.19 \%$, ТБФ $\delta_t = 0.364 \%$; $\Delta x = 0.020$.

**ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ
ДЛЯ МОДЕЛИРОВАНИЯ ЭКСТРАКЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ**

А.В. Очкин, Д.Ю. Гладилов, С.Ю. Нехаевский

Российский химико-технологический университет
им. Д.И.Менделеева, Москва, Россия, ochkin@rctu.ru

Оценка погрешности экспериментальных данных обсуждается на примере систем $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}$ [1] и $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}-\text{додекан}$ [2].

Для системы $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}$ [1] получены 56 экспериментальных точек. Это позволяет проверить по критерию Кохрена однородность дисперсий и оценить по параллельным данным среднюю погрешность определения кислоты в органической фазе в 1,2 %. Однако обычно для расчетов используются сглаженные данные, точность которых оценить весьма непросто. В первом приближении можно считать, что их точность равна точности экспериментальных данных, взятых за основу. Но тогда надо исключить точки, относящиеся к концентрациям кислоты в водной фазе 0,1 и 14,0 моль/дм³, которые выходят за пределы диапазона экспериментальных концентраций.

Для системы $\text{H}_2\text{O}-\text{HNO}_3-\text{ТБФ}-\text{додекан}$ [2] проведены 3 серии экспериментов и получена 41 точка для 30 % ТБФ, 36 – для 12 % и 17 – для 5 % ТБФ. Оценку погрешности для первых двух серий проводили тремя методами: а) по параллельным измерениям; б) по триадам (к параллельным измерениям добавляли третье значение, чтобы различие концентраций не превышало 10 %); в) по разбросу точек относительно регрессионной прямой. Получены следующие значения: 1,7, 2,2 и 2,0 для 30 % ТБФ; 1,9, 2,6 и 2,7 для 12 %. Для 5 % ТБФ оценку проводили только третьим методом.

[1] Davis W., Mrochek J., Hardy C.J./J. Inorg. Nucl. Chem. 1966. V. 28. P. 2001.

[2] Очкин А.В., Афолина М.А., Меркушкин А.О., Нехаевский С.Ю. Ж. физ. химии. 2010. Т. 84. № 9.

**ЭКСТРАКЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ:
АНТИБИОТИКИ**

**О.М. Петрухин, А.А. Дунаева, Е.В. Шипуло,
Е.В. Владимирова**

Российский химико-технологический университет
им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия, opetrukhin@muctr.ru

Для концентрирования органических соединений в настоящее время широко используются процессы распределения в гидрофильно–липофильных системах. Среди органических биоактивных веществ есть чрезвычайно перспективный и необычный класс соединений – антибиотики. Они продуцируются микробами как оружие в микромире и успешно используются в медицине и в ветеринарии. В то же время антибиотики представляют собой сравнительно низкомолекулярные органические соединения.

Особенность антибиотиков состоит в том, что в их структуре имеется большое число азот- и кислородсодержащих группировок. Широкое использование антибиотиков непосредственно связано с развитием и успехами аналитической химии, в частности, органического анализа. В настоящее время для определения антибиотиков, прежде всего, применяются различные варианты хроматографических методов, которые весьма эффективны, однако по экономическим причинам не всегда доступны широкому кругу практических лабораторий.

В последние годы все чаще применяются электрофоретические методы, среди них метод капиллярного зонного электрофореза привлекает коммерчески доступной аппаратурой. Нами в течение ряда лет разрабатываются электрохимические методы определения антибиотиков, основанные на электрохимических реакциях на границе вода–органический растворитель. Результаты этих исследований важны как для развития экстракционных методов разделения органических соединений, так и для аналитической химии антибиотиков.

МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕЖФАЗНОГО ПЕРЕХОДНОГО СЛОЯ

Я.С. Семенов¹, С.К. Попова²

¹Государственный университет, Якутск, Россия

²Институт геологии алмаза и благородных металлов СО РАН,
Якутск, Россия, yansemenov@mail.ru

Цель исследования. Разработка методов и методик изучения фазового состава, распределения химических элементов и оценки величин химических связей в переходном (межфазном) слое.

Методы и методика эксперимента. Для моделирования переходного слоя на подложку наносили покрытие, затем оплавляли газопламенным, плазменным и лазерными способами.

Рентгеновский фазовый анализ. Структура и фазовый состав покрытий *Ni-Cr-Si-B* изучали с применением рентгеновского дифрактометра ДРОН-3. Рентгеноструктурный анализ показывает, что напыленное покрытие состоит из твердого раствора на основе *Ni* с упрочняющими фазами *CrB* и *Cr₇C₃*.

Химический состав в переходном слое исследовали с применением электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализатора «КАМЕБАКС». В качестве эталонов для количественных определений применяли стандарты *BN* (нитрид бора) и *Ti*.

Химический состав напыленных покрытий показывает неравномерность распределения химических элементов.

Диффузионная зона с равномерным распределением элементов свидетельствует об упрочнении сцепления напыленного слоя с подложкой.

Таким образом, в докладе показано, что проведенный нами рентгеноструктурный и рентгеноспектральный анализ позволяет определять фазовый и элементный составы. При необходимости возможна корректировка технологических режимов процесса с целью последующего повышения адгезионных свойств.

О СВОБОДНОМ ОБЪЕМЕ В ПОЛИМЕРАХ

Ю.Ф. Шутилин

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, shutilinyurii@mail.ru

Физико-химические процессы, в том числе межфазное распределение (экстракция), определяются в полимерах свободным объемом (V_C) и его суммой: геометрический + термический и/или термофлуктуационный, которые обусловлены термофлуктуационным движением элементов структуры цепей.

Для полибутадиена и полиизопрена рассчитаны коэффициенты молекулярной упаковки – 0,688 и 0,664 соответственно. Возможность осуществления физико-химических процессов в свободном объеме полиизопрена выше по сравнению с полибутадиеном. Этим можно объяснить различие в величине первого (межмономерного) спада характеристической вязкости полимеров при окислении: для полиизопрена он значительно больше.

В докладе предлагается рассматривать свободный объем в полимерах как сумму его геометрической V_E , термической V_T и/или термофлуктуационной V_Φ составляющих. Приведено обоснование термического объема как суммы вкладов термофлуктуационных колебаний различных фрагментов макромолекул. Представлены доказательства эквивалентности термического свободного объема сумме релаксационно-кинетических (термофлуктуационных) объемов, в которых происходит движение i -фрагментов основной цепи полимера. Рассчитано, что при T_c средние значения V_T равны 8 % от объема полимера, а также, что $V_T \equiv V_\Phi = \sum f_i$, где f_i – доля термофлуктуационных объемов i -элементов макромолекул.

Предложены формулы расчета $V_T \equiv V_\Phi$ для различных физических состояний полимеров и условий диффузии НМС.

Работа выполнена в рамках реализации Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 г.г.

**АКУСТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КОНЦЕНТРАЦИИ ПОЛИМЕРОВ
В РАСТВОРЕ ПРИ ИХ ЭКСТРАКЦИИ**

В.К. Битюков, С.Г. Тихомиров, А.А. Хвостов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, khvtol1974@yandex.ru

В процессах растворной полимеризации диенов актуальная задача состоит в оперативном контроле концентрации образующегося при синтезе полимера. Известные методы относятся в основном к лабораторным и характеризуются продолжительностью анализа. Использование акустических методов контроля позволяет бесконтактно, оперативно и с приемлемой точностью оценивать концентрацию полимеров в растворе при их экстракции в режиме реального времени.

Экспериментальные исследования показали, что оценка концентрации полимера в растворе возможна с применением «прозвучивания» раствора полимера акустическими импульсами. Регистрируемые сигналы моделировались в соответствии с уравнением, описывающим колебания материальной точки в вязкой среде при отсутствии теплообмена:

$$\frac{d^2 x(t)}{dt^2} + 2\lambda \frac{dx(t)}{dt} + \omega_0^2 x(t) = \frac{V_s \cdot t}{m} e^{-D_s \cdot t} \sin(\gamma t)$$
$$x(t)|_{t=0} = 0, \quad \left. \frac{dx(t)}{dt} \right|_{t=0} = 0.$$

где $x(t)$ – координата точки во времени, м; λ – коэффициент вязкости, 1/с; ω_0 – частота собственных колебаний, 1/с; m – масса, кг, V_s , D_s – параметры возмущающего сигнала; t – время, с; γ – частота акустических колебаний, Гц.

Параметр m характеризует массу вовлекаемых в колебательное движение частиц, следовательно, он пропорционален концентрации полимера в растворе.

Установлено, что коэффициент парной корреляции m с концентрацией полимера в растворе 0.988, относительная погрешность 4.88 %.

1-С2.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ
ЭКСТРАКЦИЯ ГИДРОКСИБЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ**

В.Н. Данилов, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, r_dan@mail.ru

Экстракция широко применяется для разработки способов выделения, концентрирования, разделения для последующего определения микроколичеств ($10^{-3} - 10^{-2}$ мг/дм³) гидроксибензойных кислот в водных средах. Актуальным является исследование влияния направленных воздействий повышающих количественные характеристики межфазного распределения кислот.

Систематически изучена экстракция моно- и полигидроксибензойных кислот смесями растворителей в присутствии высаливающих и сольвотропных реагентов при различных температурах в широком диапазоне рН. Установлено, что наибольшие коэффициенты распределения гидроксибензойных кислот характерны для систем с бинарными смесями экстрагентов на основе фосфорорганических растворителей, в частности, триалкилфосфатов с углеводородами.

При экстракции кислот смесями растворителей на основе диалкилфталов с повышением их молекулярной массы в гомологическом ряду происходит закономерное снижение положительных отклонений коэффициентов распределения от аддитивных значений и трансформация синергизма в антагонизм. Наиболее эффективными высаливателями являются сульфат и хлорид натрия. Введение сольвотропного реагента (камфоры) в экстрагенты в большей степени повышает коэффициенты распределения полигидроксибензойных кислот. Экстракцию кислот активными растворителями следует проводить при пониженных температурах. Исследуемые направленные воздействия применимы в комбинированном сочетании, что способствует максимальному возрастанию коэффициентов распределения гидроксибензойных кислот.

1-С3.

**ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ ЭКСТРАКЦИИ
ПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В УСЛОВИЯХ
НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР**

Е.В. Дорохина, А.В. Колядо, И.К. Гаркушин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, baschem@samgtu.ru

Изучены процессы извлечения предельных углеводородов из смесей (в том числе отходов нефтяных производств) с применением экстракции различными растворителями.

Для оценки возможности экстракции предельных углеводородов тетрахлорэтиленом в области отрицательных температур нами изучены фазовые равновесия в двухкомпонентных системах тетрахлорэтилен – *n*-декан, тетра-хлорэтилен – *n*-додекан, тетрахлорэтилен – *n*-тетрадекан, тетрахлорэтилен – *n*-гексадекан методом дифференциального термического анализа (ДТА).

По данным ДТА построены *t*-*x* - диаграммы, определены характеристики эвтектических составов и максимальное содержание углеводородов в изученных системах.

Анализ полученных *t*-*x* – диаграмм приводит к выводу о том, что с увеличением температуры плавления *n*-алкана возрастает ветвь кристаллизации *n*-алкана, повышается температура эвтектики и уменьшается содержание *n*-алкана в двойной эвтектике систем $C_2Cl_4 - n-C_nH_{2n+2}$ ($n = 10, 12, 14, 16$). Минимальная температура плавления эвтектического сплава -42.8 °С, максимальное содержание *n*-алкана ($C_{10}H_{22}$) – 33.6 мас. % в эвтектике системы $C_2Cl_4 - n-C_{10}H_{22}$.

На основании *t*-*x* - диаграмм сделан вывод о возрастании степени экстракции тетрахлорэтиленом предельных углеводородов нормального строения в области отрицательных температур с уменьшением числа атомов углерода в молекуле *n*-алкана.

1-С4.

**МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ
ОРГАНИЧЕСКОЙ КИСЛОТЫ В НЕВОДНОЙ ФАЗЕ
ПРИ ЭКСТРАКЦИИ**

И.И. Желтвай, О.И. Желтвай

Физико-химический институт им. А.В.Богатского НАНУ,
Одесса, Украина, zseltvay@mail.ru

Экстрагирующиеся в органическую фазу комплексы металлов с органическими реагентами (H_nR) применимы как аналитические формы для фотометрического определения центрального иона (прямые задачи) и лиганда (обратные задачи). При решении обратных задач стремятся к полному связыванию H_nR в органической фазе в комплекс с металлом, присутствующим в избытке (по отношению к H_nR) в водной фазе. Определение констант экстракции аналитической формы связано с учетом ряда параметров K_x , характеризующих распределение и состояние в растворах комплексообразующих компонентов.

Проведено компьютерное моделирование влияния различных параметров K_x на характер линеаризированной функции константы экстракции в условиях избытка иона металла. Показано, что в системах с H_nR , где возможно образование комплексов $M(H_{n-1})_z$ с различным соотношением металл – лиганд, пренебрежение константами гидролиза M^{z+} и показателями констант ионизации H_nR приводит к искривлениям линеаризированных зависимостей в щелочной области. Установлены границы применимости упрощенных формул (координат), при которых возможна оценка констант экстракции. Игнорирование константы распределения H_nR приводит к сдвигу всех точек линеаризированной кривой, что исключает возможность достоверного определения константы экстракции. Проанализирована зависимость степени связывания H_nR в комплекс от изменения всех параметров K_x , включая константу экстракции. Приоритетным параметром, влияющим на эффективность образования комплекса при избытке металла, является коэффициент межфазного распределения H_nR .

1-С5.

**ГИДРОДИНАМИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ПРОТИВОТОЧНОГО
ЭКСТРАКЦИОННОГО РЕАКТОРА ВЫТЕСНЕНИЯ**

Ю.Н. Зуева, Н.Г. Самойленко, Г.Б. Манелис

Институт проблем химической физики РАН,

Черноголовка, Россия, sam@icp.ac.ru

Стационарная теория массообмена экстракционных процессов, основанная на законе химического равновесия и на простейшей записи закона сохранения массы, послужила основой для разработки эмпирических методов расчета основных параметров реактора при заданной степени экстракции.

В основе разработанных нами моделей находятся понятия о теоретической ступени контакта и флегмового отношения. Математические модели стационарной теории экстракции отличаются от гидродинамического описания процесса. Но остается вопрос: влияет ли и как течение фаз на эффективность экстракционного процесса?

В докладе обсуждается простая математическая модель противоточного экстракционного реактора идеального вытеснения, которая учитывает гидродинамику течения фаз в ламинарном приближении. Получено аналитическое решение математической модели. Физическая модель проста. В реактор заданной высоты сверху подают раствор вещества *A* (фаза 1) и задают линейную скорость этой фазы. Экстрагент *B* (фаза 2) всплывает в фазе 1 в виде капель одинакового и постоянного размера. Скорость движения этой фазы известна.

Пространственное распределение концентрации кислоты существенно зависит от скорости течения исходного раствора. При малых скоростях движения фазы 1 работает верхняя часть реактора, при больших скоростях – нижняя. Существует интервал скоростей, когда работает длина реактора полностью.

Показано, что при заданной степени экстракции не при всех скоростях движения фазы 1 реализуются стационарные режимы.

1-С6.

**СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ
ОСНОВНЫХ АМИНОКИСЛОТ**

И.В. Ковальчук, З.И. Куваева, Л.А. Водопьянова

Институт физико-органической химии НАН РБ,
Минск, Беларусь, lie@ifoch.bas-net.by

В широком диапазоне рН изучена экстракция из водно-солевых растворов основных аминокислот аргинина (Arg) и лизина (Lys) растворами динонилнафталинсульфокислоты (HD). Установлено, что HD проявляет большую селективность по отношению к Arg, отличающемуся наличием в боковой цепи гуанидиновой группы, которая сохраняет положительный заряд во всем изученном диапазоне рН.

Показано, что при равновесной водной концентрации Arg, превышающей 15 ммоль/дм³, зависимость мольной доли Arg в фазе экстрагента от рН практически постоянна в диапазоне рН 0,8÷9,0, в то время, как для Lys аналогичная зависимость имеет ярко выраженный максимум.

Одной из возможных причин различия в экстрагируемости аргинина и лизина может быть способность гуанидиновой группы Arg вступать с сульфоекстрагентом в дополнительное взаимодействие, что приводит к повышению селективности HD по отношению к Arg, а также к образованию мицелл с более плотной упаковкой. Подтверждением такого предположения может быть значительно более низкая сорбция воды комплексами HD с Arg по сравнению с комплексами HD с Lys.

При рН=2,3 рассчитан вклад двух- и однозарядных катионов Arg и Lys в экстрагируемость аминокислот. Показано, что несмотря на доминирование при данном значении рН в водном растворе для обеих аминокислот однозарядных катионов, в фазе экстрагента превалирует двухзарядная форма аминокислот.

1-С7.

**ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ
НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ЭКСТРАКЦИИ УГЛЕВОДОРОДОВ
ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫМ УГЛЕРОДОМ**

А.В. Колядо, Е.В. Дорохина, И.К. Гаркушин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, baschem@samgtu.ru

Изучена экстракция предельных углеводородов четыреххлористым углеродом. Физико-химические свойства этого растворителя позволяют проводить экстракцию при низких температурах. Исследованы фазовые равновесия в двухкомпонентных системах с участием четыреххлористого углерода, *n*-декана, *n*-додекана, *n*-тетрадекана и *n*-гексадекана методом диффузионно-термического анализа (ДТА.).

Построены *t*-*x* - диаграммы и рассчитаны характеристики эвтектик двойных систем $\text{CCl}_4 - n\text{-C}_n\text{H}_{2n+2}$ ($n = 10, 12, 14, 16$):

$$n = 10, t_e = -51.9 \text{ }^\circ\text{C}, x_e (\text{C}_{10}\text{H}_{22}) = 16.3 \text{ мас. } \%;$$

$$n = 12, t_e = -41.2 \text{ }^\circ\text{C}, x_e (\text{C}_{12}\text{H}_{26}) = 11.5 \text{ мас. } \%;$$

$$n = 14, t_e = -34.1 \text{ }^\circ\text{C}, x_e (\text{C}_{14}\text{H}_{30}) = 6.6 \text{ мас. } \%;$$

$$n = 16, t_e = -26.9 \text{ }^\circ\text{C}, x_e (\text{C}_{16}\text{H}_{34}) = 4.2 \text{ мас. } \%.$$

Для двухкомпонентных систем $\text{CCl}_4 - n\text{-C}_n\text{H}_{2n+2}$ установлены систематические изменения температуры эвтектики (t_e) и содержания *n*-алкана в двойной эвтектике [$x_e (\text{C}_n\text{H}_{2n+2})$] от числа атомов углерода в молекуле *n*-алкана. Эта закономерность связана с тем, что с увеличением числа атомов углерода в молекуле алкана возрастает его температура плавления, уменьшается энтальпия фазового перехода «т → ж» и, как следствие, возрастает ветвь кристаллизации *n*-алкана.

На основании *t*-*x* - диаграмм сделан вывод, что степень экстракции четыреххлористым углеродом предельных углеводородов нормального строения в области отрицательных температур с уменьшением числа атомов углерода в молекуле *n*-алкана $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ возрастает.

1-С8.

**ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ
ДЛЯ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ КОЭФФИЦИЕНТОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ АРОМАТИЧЕСКОГО РЯДА В СИСТЕМАХ
С ГИДРОФИЛЬНЫМИ ЭКСТРАГЕНТАМИ**

Н.А. Константинова¹, Я.И. Коренман², С.И. Нифталиев²

¹ООО «Водные технологии Атомэнергопрома»,
Москва, Россия, konstantinovanat@gmail.com

²Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Эффективными экстрагентами карбоновых кислот ароматического ряда из водных растворов являются гидрофильные растворители – спирты, кетоны, сложные эфиры. Трудно априори количественно оценить эффективность экстрагента по отношению к определенной кислоте. Для решения данной задачи применяются математические модели специального вида – искусственные нейронные сети (ИНС).

С целью прогнозирования коэффициентов распределения на примере бензойных кислот в системах с гидрофильными растворителями применена однонаправленная нейронная сеть, обученная по алгоритму обратного распространения ошибок (программа NeuroPro).

Работа любой ИНС состоит из трех последовательных операций – обучение, тестирование, прогноз. Нами построены три ИНС, обученные на нормированных физико-химических свойствах: экстрагентов – тип 1; кислот – тип 2; экстрагентов и кислот – тип 3. Показано, что для надежного прогнозирования коэффициентов распределения необходимо создание универсальной математической модели, учитывающей физико-химические свойства бензойных кислот и экстрагентов – ИНС третьего типа.

Предложенный подход показывает принципиальную возможность априорной количественной оценки коэффициентов распределения карбоновых кислот в неизвестных системах с применением математических моделей, построенных по экспериментальным данным.

**СОЛЬВАТАЦИЯ МОЛЕКУЛ И КОНСТАНТЫ ДИМЕРИЗАЦИИ
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ**

О.М. Кузьмина, Е.И. Семина, В.А. Михайлов

Государственная академия тонкой химической технологии
им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия, vamikh312@bk.ru

В органических фазах карбоновые кислоты (КК) частично димеризованы. Изучены закономерности изменения констант димеризации K_{2ij} в зависимости от природы кислоты (индекс i) и растворителя (j). Цикл Измайлова (десольватация мономера, димеризация в газовой фазе, сольватация димера) приводит к $\Delta G^0_{ij} = RT \ln K_{2ij} = -\Delta G^0_i(\text{г.ф.}) + 2\Delta G^{0m}_{ij}(\text{sol}) - \Delta G^{0d}_{ij}(\text{sol})$, где $\Delta G^0_i(\text{г.ф.})$ – стандартное изменение энергии Гиббса при димеризации в газовой фазе, следующие слагаемые – стандартные энергии Гиббса сольватации двух молекул мономера и одной молекулы димера.

Экстратермодинамическое предположение об энергии Гиббса сольватации как сумме вкладов от фрагментов молекулы вследствие сокращения вкладов от углеводородных радикалов приводит к $RT \ln K_{2ij} = -\Delta G^0_i(\text{г.ф.}) + S_j$, где S_j – разность вкладов от сольватации двух карбоксильных групп мономеров и образующейся из них функциональной группы димера. В ряду родственных КК величина S_j не зависит от природы кислот. Последнему соотношению можно придать вид: $\lg K_{2ij} = a_i + M_j$, где a_i и M_j зависят соответственно только от i и j . Это означает, что $\|K_{2ij}\|$ является матрицей Мейера, в которой разность любых двух строк (столбцов) постоянна (подробнее см. [1,2]).

Показано, что матрицы $\|K_{2ij}\|$ для гомологического ряда карбоновых кислот и некоторых их замещенных представляют собой матрицу Мейера.

- [1] В.А. Михайлов, Н.М. Логачева. Каталог докладов ЭОС-2005, Воронеж. 2005. С. 9–10.
[2] V.A. Mikhailov, N.M. Logatcheva. *J. of Molec. Liq.* 2007. V. 135. P. 57–64.

1-C10.

**РАСЧЕТ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ
СОЛЬВАТАЦИИ АЛКАНОВ В НЕПОЛЯРНЫХ
РАСТВОРИТЕЛЯХ. СВЯЗЬ С КОЭФФИЦИЕНТАМИ
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ**

А.С. Лекомцев

Кооперативный институт Российского университета кооперации,
Волгоград, Россия, a-lek@mail.ru

Изучена связь коэффициентов распределения в системе октиловый спирт–вода, используемых при описании экстракционных процессов, с расчетными величинами энергии сольватационного взаимодействия молекул ряда алканов. Применены предложенный ранее расчет сглаженной поверхности молекулы солюта, локального потенциала элемента молекулярной поверхности и величины посадочной площадки молекул растворителя на искривленной поверхности молекулы растворенного вещества. Это позволило перейти к оценке эффективной энергии взаимодействия солюта с окружающим растворителем, учитывающей динамику движения молекул сольвента.

Рассчитана величина E_s – усредненная энергия взаимодействия молекул солюта с модельным растворителем – циклогексаном (для 7 n-алканов и 14 изо-алканов).

Показано, что применение этой величины позволяет получить единую зависимость коэффициентов распределения от E_s (кДж/моль) для нормальных и разветвленных алканов:

$$\lg P_{\text{oct}} = -0,35 \cdot E_s - 1,40, \quad n = 21, \quad R^2 = 0,979.$$

Установленная зависимость демонстрирует связь между коэффициентами распределения и расчетной термодинамической величиной, характеризующей энергию межмолекулярного взаимодействия сольват – сольвент, а также позволяет рассчитать коэффициенты распределения соединений, исходя только из геометрических параметров структуры участвующих во взаимодействии молекул.

1-C11.

**ФАКТОРЫ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИЕ ПЕРЕХОД КАРБОНОВЫХ
КИСЛОТ ИЗ ВОДЫ В ОРГАНИЧЕСКУЮ ФАЗУ**

Р.Г. Макитра¹, Г.Г. Мидяна¹, Е.Я. Пальчикова²

¹Институт физико-органической химии и углехимии
им. Л.М. Литвиненко НАНУ, Львов, Украина,
gmidyana@gmail.com

²Институт геологии и геохимии горючих ископаемых НАНУ,
Львов, Украина

В докладе обсуждаются зависимости между константами распределения (K_p) карбоновых кислот и физико-химическими характеристиками экстрагентов. Установлены надежные корреляции, полученные с применением расширенного шести-параметрового уравнения Коппеля-Пальма (1):

$$\lg K_p = a_0 + a_1 \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} + a_2 \frac{\varepsilon - 1}{2\varepsilon + 1} + a_3 E_T + a_4 B + a_5 \delta^2 + a_6 V_m, \quad (1)$$

где n – показатель преломления света, ε – диэлектрическая постоянная органической жидкости, B – основность по Пальму, E_T – электрофильность по Райхардту, δ – параметр растворимости Гильдебранда, V_m – мольный объем.

Как правило, определяющим является влияние всего 2–3 факторов, надежную корреляцию можно получить уже по двух-параметровым уравнениям, учитывающим влияние только основности и полярности экстрагентов.

Независимо от природы кислот и экстрагентов определяющим фактором является основность экстрагентов B , фактор полярности растворителя оценивают по двухпараметрическому уравнению (2):

$$\lg K_p = a_0 + a_1 B + a_2 f(\varepsilon) \quad (2)$$

Коэффициент корреляции 0.95–0.99.

Определяющее влияние основности экстрагентов подтверждено обобщением значений K_p с использованием шкал Камлета-Тафта-Абрагама.

1-C12.

**СОСТАВ И УСТОЙЧИВОСТЬ ЭКСТРАГИРУЕМЫХ
КОМПЛЕКСОВ ОКСИБЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ
С СУЛЬФОКСИДАМИ**

И.П. Малая¹, Н.Л. Егуткин^{1,2},

¹Институт органической химии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

egutkin@anrb.ru

На основании данных по межфазному распределению *o*-, *m*- и *p*-оксибензойных кислот (ОБК) между водной фазой и нефтяными сульфоксидами (НСО), диалкил-, алкиларил- и диарилсульфоксидами в «инертных» органических разбавителях билогарифмическим методом определен состав экстрагируемых комплексов. Установлено преимущественное образование моносольватов для *o*-изомера (HSal) и дисольватов для *m*- и *p*-ОБК. Рассчитаны концентрационные константы экстракции и устойчивости образующихся сольватов. Экстракционная способность сульфоксидов по отношению к ОБК изменяется в ряду: $\text{НСО} > (\text{C}_5\text{H}_{11})_2\text{SO} = (\text{C}_6\text{H}_{13})_2\text{SO} > \text{C}_6\text{H}_5\text{SOC}_6\text{H}_{13} > (\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SO}$.

Для HSal методом ИК-спектроскопии показана возможность бидентатного связывания атома кислорода сульфоксидов одновременно с гидроксильной и карбоксильной группами, что является ключевым фактором, обуславливающим существенное возрастание констант экстракции HSal ($K_{\text{ex}}=1260$)* и устойчивости образующихся комплексов ($K_{\text{об}}=14800$) по сравнению не только с *m*- и *p*- ОБК, но также с фенолом и бензойной кислотой. Конечно, определенный вклад в увеличении K_{ex} при этом оказывает и снижение гидратации за счет внутримолекулярной водородной связи в молекуле HSal.

Высокую экстрагирующую способность по отношению к HSal ($P_0 > 400$) проявляет и фракция окисленного дизельного топлива высокосернистой Арланской нефти, содержащая 0.3 М сульфоксидной серы. Она рекомендуется для экстракционной очистки локальных стоков от салициловой кислоты.

*-экстракция HSal в $(\text{C}_6\text{H}_{13})_2\text{SO}$ - C_6H_{14} при 25°C.

ОПЫТ ПАТЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРОЦЕССОВ ЭКСТРАКЦИИ

В.А. Михайлов

Чувашский государственный университет,
Чебоксары, Россия, mikhailov30@mail.ru

По базам данных о применении химических эффектов в патентах и НИР по химии и экологии (фрагмент этой БД ХЭ представлен в www.dace.ru – в виде 1700 рефератов) обсуждаются основные тенденции развития этих исследований в 1960 – 2009 гг. в технологиях и методах химического анализа. В докладе представлены тенденции широко и интенсивно развиваемых научных направлений, в частности в области различных способов экстракции.

Для патентного поиска необходимо установить и конкретизировать противоречия в известных способах извлечения и разделения, в частности органических веществ. Сравнение этих исследований с общими тенденциями развития методов химического анализа позволяет оценить их вклад в общие тенденции: в одних направлениях он возрастает, в других – убывает. Приводятся 100 патентов в качестве примеров.

В экологической аналитике постоянно увеличивается количество органических веществ, которые нужно выделять из сложных проб. Для решения таких задач все чаще применяются методы экстракции. Термин «экстракция» в патентах используют для обозначения процессов извлечения биологически активных веществ (БАВ) из растений (29 %), других объектов (6 %) как водой (35 %), так и спиртами (20 %), другими органическими растворителями (40 %). Примеры – отделение водорастворимых веществ из углеводов (6 %), экстракция БАВ жидким CO₂ (6 %), сжатым газом (1 %).

В трех патентах для ускорения экстракции действуют на систему ультразвуком (3 %), в двух – применены водорастворимые полимеры (2 %), изменения растворителей в 2–3 стадии (6 %), иногда используют смеси растворителей (11 %), последовательную замену двух и более растворителей (14 %).

1-С14.

**ПОЛИСИЛОКСАН, ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫЙ
NH₂-ГРУППАМИ: СИНТЕЗ И СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА**

**Л.К. Неудачина¹, Н.В. Лакиза¹, А.В. Пестов²,
В.А. Осипова², Т.А. Редькина¹, Е.С. Быкова¹**

¹Уральский государственный университет,
Екатеринбург, Россия, Natalya_Lakiza@mail.ru

²Институт органического синтеза УрО РАН
им. И.Я. Пастовского, Екатеринбург, Россия

Изучены функционализированные полисилоксаны – сорбенты на основе соединений кремния как комплексообразующие ионообменники.

Полисилоксаны, модифицированные аминогруппами, синтезированы золь-гель методом двумя способами. Согласно первому способу аминированный полисилоксан (АПС-1) получают по реакции сополиконденсации тетраэтоксисилана и γ -аминопропилтриэтоксисилана. По второму способу (АПС-2) – модифицированием γ -аминопропилтриэтоксисиланом продукта, полученного в результате гидролиза ТЭС.

Селективные свойства синтезированных сорбентов по отношению к переходным металлам [медь (II), никель (II), кобальт (II), кадмий (II), цинк (II), свинец (II)] изучены в зависимости от кислотности буферных растворов – аммиачного, аммиачно-ацетатного и ацетатного.

Наибольшая сорбируемость достигается из аммиачно-ацетатных растворов, установлены следующие сорбционные ряды:

Ni~Co>Zn>Pb~Cu>Cd (АПС-1, pH 7.5),
Zn~Co~Ni>Pb>Cd~Cu (АПС-2, pH 7.5).

Исследование выполнено при поддержке Федерального агентства по образованию в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (ГК от 02 сентября 2009 г., № П1361).

1-C15.

**МЕХАНИЗМ МИКРОЭКСТРАКЦИИ ЭФИРОВ
НА ТОНКИХ ПЛЕНКАХ МАСС-СЕНСОРОВ**

С.И. Нифталиев¹, С.Е. Плотникова¹, Н.Я. Мокшина²

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, burkovasweta@yandex.ru

²Военный авиационный инженерный институт,
Воронеж, Россия, moksnad@mail.ru

В статических условиях проанализированы пары равновесных газовых фаз алкилацетатов C₁-C₄ и диэтилового эфира методом пьезокварцевого микровзвешивания с применением мультисенсорной ячейки с девятью модифицированными резонаторами.

В качестве модификаторов электродов сенсора применяли динонилфталат (ДНФ), тритон X-305, tween-40, трифенилфосфат, стеариновую кислоту, эфиры полиэтиленгликоля – себацат (ПЭГСб) и фталат (ПЭГФ), тетрабензоатпентаэритрит (ТБПЭ).

В системах с ПЭГСб, ПЭГФ, ТБПЭ и тритоном X-305 происходит увеличение времени максимальной микроэкстракции в ряду гомологов с увеличением числа СН₂-групп, так как лимитирующей стадией процесса является ориентация молекул у поверхности модификатора. Гомологи имеют близкие значения τ_{\max} , исключение составляет метилацетат, что объясняется влиянием эффекта сверхсопряжения на кинетику процесса.

Микроэкстракция алкилацетатов и диэтилового эфира на пленках ДНФ, трифенилфосфата и стеариновой кислоты характеризуется малыми значениями τ_{\max} и имеет оригинальный кинетический профиль. Это связано с тем, что оптимальная масса пленок модификаторов составляет 4–7 мкг. При нанесении пленок с большей массой происходит срыв автогенерации колебаний. Для других пленок с большей массой возможна диффузия эфиров в объем пленки, что замедляет процесс микроэкстракции.

1-C16.

**ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ
В СИСТЕМЕ ТВЕРДОЕ ТЕЛО – ЖИДКОСТЬ**

**С.Ю. Плюха, Ю.И. Шишацкий,
С.В. Лавров, Н.Н. Яковлев**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, pluh_atp@mail.ru

Во многих материалах растительного происхождения целевой компонент находится в твердом теле – носителе в виде раствора.

Скорость экстрагирования, как показали наши исследования, зависит от характера взаимодействия инертного твердого носителя с извлекаемым компонентом, структуры пористого материала, а также от условий равновесия и кинетики процесса. Условия равновесия существенно зависят от физико-химических свойств растворителя и извлекаемого компонента, а также от параметров процесса (температуры, давления) и гидродинамической обстановки. Условия равновесия характеризуются достижением равновесной концентрации в растворе.

Основными стадиями, лимитирующими процесс экстрагирования в системе твердое тело – жидкость, являются: внутридиффузионная – скорость процесса определяется скоростью диффузии в капиллярно - пористом теле; внешнедиффузионная – скорость процесса определяется скоростью диффузии в объеме при условии, что концентрация растворителя в порах и на поверхности твердого тела меньше его концентрации в объеме; внутренняя кинетическая – при условии, что пористый материал обладает относительно низкой химической активностью, а концентрация растворителя в порах равна концентрации в объеме.

Внутридиффузионный механизм, в основном лимитирующий массоперенос, частично заменен на конвективный. Последний обеспечивается физическими методами воздействия на твердое тело и является в настоящее время основным гидромеханическим направлением интенсификации процесса экстрагирования.

**ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ ЭКСТРАКЦИОННОГО
ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПАРОВ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ
В ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ПОЛИМЕРОВ**

Н.Н. Попова, Т.А. Кучменко, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, smaginan@bk.ru

В изотермических условиях с применением метода пьезокварцевого микровзвешивания изучена кинетика сорбционно-десорбционных процессов моно-, двух- и трехкомпонентных газовых смесей карбоновых кислот $C_1 - C_3$ на пленках различной природы и состава. Пленки сформированы на электродах пьезокварцевых резонаторов из растворов полиэтиленгликоль адипината, тритона ТХ-100, полистирола (ПС) в смеси с β -аланином, ПС в смеси с дициклогексан-18-краун-6 и нанесенными послойно ПС с 4'-диметиламино-4-азобензолсульфонатом натрия. Исследования проводили на анализаторе газов "МАГ-8" с методологией "электронный нос" (ООО "Сенсорные технологии", Воронеж).

Кинетические и количественные параметры сорбции изучали по хроночастотограммам $\Delta F_c = f(\tau_c)$. В результате исследований с применением графического дифференциального метода получены уравнения кинетики вида $\ln \omega_0 = \ln k + n \ln c_0$, где ω_0 – скорость сорбции, мкг/с; k – константа скорости реакции, c^{-1} , n – порядок реакции, c_0 – концентрация кислоты в начальный момент времени, mg/m^3 . Установлен порядок реакции в системах газовая фаза – тонкая пленка. Данные коррелируют с рассчитанными константами скорости экстракционного извлечения паров аналитов при их одинаковой концентрации в пленки полимеров, а также с зависимостями продолжительности сорбции от концентрации сорбата в газовой фазе. Для расчета концентраций карбоновых кислот $C_1 - C_3$ в смесях применен алгоритм обработки результатов экстракционного концентрирования кислот в пленки сорбентов путем решения системы линейных уравнений.

1-C18.

ВЫСАЛИВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В СИСТЕМАХ С ГИДРОФОБНЫМИ И ГИДРОФИЛЬНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ

Н.Ю. Санникова, Р.Н. Бортникова, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, snu@inbox.ru

Экстракция фенольных соединений из водных растворов в присутствии солей изучена достаточно обстоятельно. Введение в водную фазу солей повышает коэффициенты распределения фенолов в некоторых системах на порядок и более.

Установлены коэффициенты высаливания («всаливания») фенольных соединений галогенидами, нитратами, сульфатами и перхлоратами щелочных металлов. Наибольшим высаливающим действием характеризуются LiCl и CsF. Однако применение солей лития и цезия для решения практических задач ограничено.

Присутствие в фазе гидрофобного экстрагента легко растворимых в ней органических веществ повышает растворимость фенолов в экстрагентах («всаливание»). При экстракции бутил-ацетатом в присутствии NaCl из водной фазы извлекается до 80 % фенола. Введение в фазу экстрагента 0,2 мол.доли трибутил-фосфата повышает степень извлечения фенола до 96 %.

Результаты этих работ согласуются с исследованиями экстракции органических веществ гидрофильными растворителями. Такие экстракционные системы с успехом применяются для концентрирования, например, синтетических красителей из водных сред. Введение высаливателей – основное условие образования двухфазных систем с гидрофильными растворителями.

Установлено, что наибольшее высаливающее действие при экстракции органических веществ различных классов оказывает сульфат аммония. Это объясняется тем, что вода в фазе, содержащей $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, практически полностью переходит в сольватные сферы иона аммония. В результате распределяемые вещества образуют прочные комплексы с гидрофильными растворителями и практически полностью извлекаются из водных сред.

1-С19.

**СОЛЬВАТАЦИЯ МОЛЕКУЛ МОНОМЕРОВ И ДИМЕРОВ
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

Е.И. Семина, О.М. Кузьмина, В.А. Михайлов

Государственная академия тонкой химической технологии
им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия, vamikh312@bk.ru

Представление изотермы экстракции карбоновых кислот (КК) в форме $D = K_1 + 2K_1^2K_2c_w$, где D и c_w – коэффициент распределения КК и ее концентрация в водной фазе, позволяет установить K_1 – коэффициент распределения мономера кислоты и K_2 – константу димеризации кислоты в органической фазе. Величина K_1 определяет стандартную энергию Гиббса переноса мономера из водной фазы в органическую:

$$\Delta_{tr}G_m^0 = -RT \ln K_1.$$

В гомологическом ряду КК величина $\Delta_{tr}G_m^0$ в соответствии с правилом групповой аддитивности линейно зависит от n_c – числа С-атомов в углеводородной цепи. Это позволяет рассчитать энергию Гиббса при переносе метиленовой и карбоксильной групп. Для мономера уксусной кислоты стандартная энергия Гиббса гидратации известна, что позволяет вычислить стандартные энергии Гиббса сольватации ее мономера в различных органических растворителях. С привлечением данных о гидратации n-алканов возможен также расчет энергий Гиббса сольватации других КК. Для димеров расчет энергий Гиббса сольватации возможен по уравнению Н.А. Измайлова для уксусной и пропионовой кислот. Для них известны константы димеризации в газовой фазе, что с привлечением представлений о групповой аддитивности позволяет распространить этот расчет на димеры других КК. Постоянство S_j – разности удвоенной энергии Гиббса сольватации мономера и такой же величины для димера в гомологическом ряду КК находится в соответствии с правилом Мейера.

Обсуждается также возможность расчета энергии Гиббса для гидратации димеров КК и констант их димеризации в водной фазе.

**МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗОТЕРМ
ЭКСТРАКЦИИ СИНЕРГЕТНЫМИ СМЕСЯМИ ОРГАНИЧЕСКИХ
РАСТВОРИТЕЛЕЙ**

С.И.Степанов, К.А.Славинский

Российский химико-технологический университет
им. Д.И.Менделеева, Москва, Россия, chao_step@mail.ru

Математическое моделирование изотерм экстракции является эффективным методом определения числа и состава экстрагируемых соединений, расчета термодинамических параметров – констант экстракции, констант распределения, активностей компонентов, гидратных чисел и т.д. Эффективность этого «инструмента» исследования экстракционных равновесий обусловлена разработкой нового программного обеспечения, мощностью и быстродействием современной компьютерной техники.

Синергетная жидкостная экстракция смесями двух и более экстрагентов представляет собой сложную многокомпонентную термодинамическую систему, в которой протекают межфазный перенос и разнообразные химические реакции. Для термодинамического описания таких систем принято использовать уравнения ЗДМ, записанные в терминах активностей всех компонентов системы.

Для моделирования химических реакций, протекающих в экстракционной системе, содержащей два экстрагента и один распределяемый компонент, разработана экспертная система EXTREQ-2. Система позволяет на основе экспериментальных данных о распределении определять число и состав экстрагируемых соединений, рассчитывать термодинамические константы экстракции, гидратные параметры, учитывающие неидеальность компонентов органической фазы, обусловленную процессами, не связанными с уравнениями основной реакции синергетной экстракции. Описаны алгоритмы, на которых основаны расчеты по системе EXTREQ-2. Приведены примеры математического моделирования изотерм синергетной экстракции и результаты расчетов.

1-C21.

FACTORIAL OPTIMIZATION OF THE ISOCRATIC ION CHROMATOGRAPHIC SEPARATION OF ANIONS

**Žaklina Todorović¹, Đuro Čokeša¹, Antonije Onjia¹,
Ljubinka Rajaković²**

¹ Vinča Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia

² Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade,
Serbia, zaklina@anahem.org

Finding an optimal mobile phase composition is usually the most difficult and time-consuming task in ion chromatographic (IC) separations. The traditional approach to this task is to perform an experiment by “trial-and error” or by changing one control variable at time while holding the rest constant. Such methods require a very large number of experiments to identify the optimal condition. Recently, the computer-assisted IC separation has addressed this problem. Factorial design optimization strategy was utilized to predict the isocratic ion chromatographic separation of the nine anions commonly present in environmental samples, using the carbonate-bicarbonate eluent.

The combined effects of two mobile phase factors, the total eluent concentration and pH, on the separation were studied. Since this optimization approach requires a clear understanding of retention mechanism, the multiple species analyte/eluent model that takes into account ion-exchange equilibria of the eluent and sample anions was employed. A non-linear fitting of the retention data, obtained at two-factor three-level experimental design, was applied to estimate the parameters in the model. Over a wide range in the factor space, the resolution is limited by the separation of the early eluted peak pair, acetate and formate.

Key words: factorial design, anions, optimization, retention modeling

References

- [1] A. Onjia, T. Vasiljević, Đ. Čokeša, M. Laušević, J. Serb. Chem. Soc. 2002. V. 67. P. 745.
- [2] S. Sremac, A. Popović, Ž. Todorović, Đ. Čokeša, A. Onjia, Talanta. 2008. V. 76 P. 66.

**ВЛИЯНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ –
ЭКСТРАГЕНТОВ НА ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
НЕКОТОРЫХ ХАЛЬКОГЕНПИРИЛОЦИАНИНОВЫХ РЕАГЕНТОВ**

Р.К. Чернова¹, Н.И. Ястребова²

¹Государственный университет, Саратов, Россия,
Chernov-ia@yandex.ru

²Государственный аграрный университет, Саратов, Россия,
Yastrebovani@mail.ru

В аналитической практике широко распространены экстракционно-фотометрические методы определения ассоциатов неорганических анионов с халькогенпирилоцианиновыми реагентами. Хромофорные свойства экстракта определяются типом реагента и электронным состоянием в органической фазе. Нами изучено влияние параметров органических растворителей на хромофорные свойства указанных реагентов.

Исследованы спектральные характеристики хлоридных солей 2,6-дифенил-4-(4-диметиламиностирил)пирилия и –тиапирилия в среде 16 растворителей, отличающихся диэлектрической проницаемостью и нуклеофильностью. Все растворители по характеру воздействия на электронные спектры поглощения реагентов разделены на 3 группы. В растворителях I группы (хлороформ, уксусная кислота, ацетон, ацетонитрил, вода) реагенты имеют 2 полосы поглощения (400 и 600–650 нм). Длинноволновая полоса отнесена к катиону красителя и обусловлена электронным переходом с внутримолекулярным переносом заряда. Во II группе (ДМФА, циклогексанон, этанол) в спектрах появляется новая коротковолновая полоса в области 460 нм (ассоциация реагентов с растворителем или противоионом). В III группе (пиридин, ДМСО) с высокой нуклеофильностью появляется интенсивная полоса в области 450 нм.

Объяснена идентичность аналитических эффектов в сильно нуклеофильных растворителях и при избытке неорганических ионов.

1-C23.

**CHEMOMETRY AND METROLOGY TOOLS FOR EXTRACTING
IMPORTANT INFORMATION OF WATER PURIFICATION UNITS**

**Dragana Z. Živojinović,
Aleksandra Perić-Grujić, Slavka Stanković, Nataša Lukić,
Ljubinka V. Rajaković**

Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade,
Serbia, ljubinka@tmf.bg.ac.rs

Chemometrics is the science of extracting information from chemical systems by data-driven means. It is a highly interfacial discipline, using methods frequently employed in core data-analytic disciplines such as multivariate statistics, applied mathematics, and computer-science, but to investigate and address problems in chemistry, biochemistry and chemical engineering. Metrology is the science of measurements. Analytical chemistry deals with the development and application of instrumentation and methodology capable of providing information on the chemical composition of matter in space and time. In this work the key parameters of water quality and of various purification processes were evaluated and optimized by several statistical methods.

This study presents the application of selected chemometric techniques: cluster analysis (CA), principal component analysis (PCA), factor analysis (FA) to classify a river water quality and evaluation of the pollution data. This study demonstrated that chemometric method is effective for river water classification, and for rapid assessment of water qualities, using the representative sites; it could serve to optimize cost and time without losing any significance of the outcome.

Keywords: chemometry, metrology, water quality, PCA, CA.

References

- [1] De Juan, A., Tauler, R., *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 2006. V. 36. P. 163–176.
- [2] P.R. Kannel, S.L. Sushil, R. Kanel, S.P. Khanc, *Analytica Chimica Acta*. 2007. V. 582. P. 390–399.

**КИНЕТИКА ЭКСТРАГИРОВАНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ
АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ПЛОДОВ РЯБИНЫ**

Ю.И. Шишацкий, Н.Н. Яковлев, С.В. Лавров

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, yakovlev_nn@mail.ru

Исследование кинетики процесса экстрагирования биологически активных веществ сушеных плодов рябины проводилось на опытно-промышленном экстракторе с псевдооживленным слоем.

Известно, что на количество и качество веществ, экстрагируемых из растительного сырья, влияют многие факторы. В докладе обсуждается влияние характеристик экстрагента, температуры, размера плодов рябины, а также продолжительности процесса экстрагирования.

Установлено, что наибольший выход экстрактивных веществ (63 % в пересчете на абсолютно сухое вещество) и меньшая продолжительность процесса (5,5 ч) достигаются при температуре 80 °С и экстрагировании 30 %-ным этанолом; скорость подачи экстрагента 0,5 м/с.

Заметное влияние оказывают температура и концентрация этанола на выход и сохранность биологически активных веществ – витаминов С, Р, дубильных веществ, флавоноидов, антоцианов. Этому соответствуют параметры: температура 50 °С и экстрагирование 50 %-ным этанолом.

В разработанных нами условиях обеспечиваются наибольшая сохранность и степень извлечения биологически активных веществ, но при этом уменьшается содержание экстрактивных веществ (до 50 %) и возрастает продолжительность экстрагирования до 6 ч.

Учитывая, что сохранность биологически активных веществ является важным показателем качества экстракта, установленные параметры процесса, обеспечивающие этот эффект, следует считать определяющими.

СЕКЦИЯ 2

**НОВЫЕ ЭКСТРАКЦИОННЫЕ
СИСТЕМЫ,
ПРИМЕНЕНИЕ НАНО-
И СУБМОЛЕКУЛЯРНЫХ
ТЕХНОЛОГИЙ В ЭКСТРАКЦИИ.
СУБКРИТИЧЕСКАЯ
И СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ
ЭКСТРАКЦИЯ**

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫМОРАЖИВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ
ВЕЩЕСТВ**

В.Н. Бехтерев

Научно-исследовательский Центр курортологии и реабилитации,
Сочи, Россия, vic-bekhterev@yandex.ru

В докладе обсуждается способ выделения органических веществ из воды [1], сочетающий экстракцию и вымораживание, по эффективности извлечения и концентрирования превосходящий жидкостную экстракцию. Экстракционное вымораживание (ЭВ) позволяет применять гидрофильные экстрагенты без введения высаливателя.

Исследование ЭВ одноосновных карбоновых кислот $C_2 - C_6$, фенолов, ряда гидрофильных и гидрофобных органических соединений показало, что эффективность извлечения аналита зависит от его молекулярного строения и химической природы экстрагента. Избирательностью ЭВ можно также управлять, регулируя pH среды.

Установленные закономерности извлечения целевых компонентов методом ЭВ соответствуют теоретической модели, основанной на сорбционном механизме поведения аналита в условиях формирования межфазной границы [2, 3]. Экспериментальные результаты в подтверждение адекватности выдвинутых теоретических представлений подкреплены аналогиями поведения аналитов при адсорбции из водных растворов, в тонкослойной и жидкостной хроматографии.

Приведены примеры аналитического использования ЭВ в биохимических и фармакологических исследованиях, контроле качества пищевых продуктов. В докладе обсуждаются перспективы развития метода.

[1] Бехтерев В.Н. Патент РФ № 2303476 (2007).

[2] Bekhterev V.N. // Mendeleev Communications. 2007. V. 17. P.241-243.

[3] Бехтерев В.Н. // Журн. аналит. химии. 2008. Т.63. №10. С. 1045-1049.

**МИЦЕЛЛЯРНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ПОВЕРХНО-АКТИВНЫМИ
ВЕЩЕСТВАМИ КАК СПОСОБ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
ОРГАНИЧЕСКИХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ФОРМ**

С.Ю. Доронин, А.А. Бурмистрова

Государственный университет, Саратов, Россия,
DoroninSU@mail.ru

Актуальная аналитическая задача – поиск альтернативных органическим растворителям экстракционных систем, отличающихся меньшей токсичностью, летучестью и не уступающих в экстрагирующей способности. Примером таких экстракционных систем являются супрамолекулярные среды на основе поверхностно-активных веществ (ПАВ). Одно из уникальных свойств этих сред – образование при варьировании pH и температуры двух фаз: водной (обедненной ПАВ) и мицеллярной (насыщенной ПАВ). Концентрирование последних органических аналитических форм – основа методологии экстракции методом «точки помутнения» (Cloud point extraction, CPE).

Проведен сравнительный анализ различных вариантов CPE с применением разных типов ПАВ. Показаны преимущества и недостатки этой методологии и перспективны ее применения для разработки цветометрических тест-определений аналитов как неорганической, так и органической природы.

Например, разработана тест-методика (в виде компаратора) определения нитрит-иона (ПДК – $0,5 \text{ мг/см}^3$, в питьевой воде – 3 мг/дм^3) на уровне тысячных долей ПДК. Методика основана на применении индикаторной системы *n*-нитроанилин – дифениламин, эффективной экстракции 1-(4-дифениламин)-4-нитроазобензола в фазу, насыщенную анионными ПАВ при комнатной температуре.

Преимуществами предлагаемой тест-методики по сравнению с другими вариантами определения нитрит-иона являются высокая чувствительность индикаторной системы, легкость выполнения операций, низкие пределы обнаружения.

2-УЗ.

**СТУПЕНЧАТАЯ ЭКСТРАКЦИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ
ВЕЩЕСТВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ
ПРИ ИЗМЕНЯЮЩИХСЯ ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЯХ CO₂.**

А.А. Запорожский

Кубанский государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, zapro76@mail.ru

Цель исследования – совершенствование технологии и оборудования для CO₂-экстракции биологически активных веществ из лекарственного растительного сырья, а также улучшения качественного состава CO₂-экстрактов.

Разработаны требования к аппаратурному оформлению и определена область оптимальных значений параметров ступенчатой газожидкостной экстракции. После субкритической CO₂-экстракции (давление 6,5–7,0 МПа, температура 18–22 °С, продолжительность 70–100 мин) продукт извлекают из экстрактора, оставшийся субстрат подвергают сверхкритической CO₂-экстракции (давление 35–40 МПа, температура 40 °С, продолжительность экстрагирования 60–65 мин). CO₂-экстрактивные комплексы получают при смешивании суб- и сверхкритических CO₂-экстрактов. Приводим данные о составе CO₂-экстрактов:

CO ₂ -экстракт	сумма каротиноидов, мг %			токоферолы, мг %			ненасыщенные жирные кислоты, мг %		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
китайский лимонник	53	64	117	4	3	7	5	4	9
хвоя кавказской пихты	39	45	84	2,1	1,9	4	0,31	0,26	0,57

Примечание: 1 – субкритический CO₂-экстракт, 2 – сверхкритический CO₂-экстракт, 3 – CO₂-экстрактивный комплекс.

Выход экстрактивных веществ, полученных при последовательной суб- и сверхкритической экстракции, в 1,5 раза превышает выход, полученный традиционным способом. CO₂-экстракты характеризуются высокими антиоксидантными и геропротекторными свойствами.

2-У4.

**РАСПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ЭФИРОВ
4-ГИДРОКСИБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ МЕЖДУ ВОДОЙ
И МИЦЕЛЛЯРНОЙ ПСЕВДОФАЗОЙ
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ**

**Л.П. Логинова, А.П. Бойченко, А.С. Власенко,
О.С. Чернышева, В.В. Марков**

Национальный университет им. В.Н. Каразина,
Харьков, Украина, loginova@univer.kharkov.ua

В мицеллярных растворах поверхностно-активных веществ (ПАВ), которые используются как лиофильные нанодисперсные реакционные среды, экстракционные системы и подвижные фазы в хроматографическом анализе, исследованы кислотно-основные свойства и процессы распределения пропионовой, бутановой, пентановой и гексановой кислот, 2- и 4-гидроксibenзойных кислот, метилового, этилового, пропилового и бутилового эфиров 4-гидроксibenзойной кислоты. На основе псевдофазной модели и зависимостей констант диссоциации протолитов от концентрации ПАВ определены константы распределения (K) молекулярных форм протолитов между водой и мицеллярной псевдофазой ПАВ.

Оценены энергии переноса карбоксильной и метильной групп из воды в мицеллярную псевдофазу. Энергии переноса карбоксильной группы в мицеллярные псевдофазы неионогенного ПАВ Бридж-35 и анионного ПАВ додецилсульфата натрия (ДСН) выше энергии переноса бензольного кольца и меньше энергия переноса гидроксогруппы.

Изучена корреляция между $\lg K$ гомологов в системе вода–мицеллярная псевдофаза (K_{mw}) и в системе вода–1-октанол (K_{ow}). Линейные зависимости $\lg K_{mw}$ от $\lg K_{ow}$ наблюдаются для алифатических кислот в мицеллярных растворах Бридж-35 и ДСН и для парабенов в мицеллярном растворе ДСН, что свидетельствует о близких механизмах распределения веществ в истинной двухфазной системе и лиофильных нанодисперсных системах.

**КОЭФФИЦИЕНТЫ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНИЛИНОВ
В СИСТЕМАХ С ГИДРОФОБНЫМИ И ГИДРОФИЛЬНЫМИ
ОРГАНИЧЕСКИМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ**

Н.В. Маслова¹, Н.Г. Сотникова², Я.И. Коренман¹

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
imbruliya@mail.ru

²Архитектурно-строительный университет,
Нижний Новгород, Россия

Разработаны новые экстракционные системы для извлечения органических веществ, в частности гидроксibenзальдегидов (ванилинов) из водных сред. Для решения задачи методом экстракции традиционно применяются гидрофобные растворители, которые обеспечивают достаточно полное извлечение целевых компонентов, например, из растительного сырья, однако они высокотоксичны.

Гидрофобные растворители (толуол, гексан, пентилацетат), в системах с которыми коэффициенты распределения (D), например, ванилина равны 0,2; 4,1 и 23 соответственно, неэффективны для извлечения ванилина из водных сред. Ранее установлены коэффициенты D некоторых гидроксibenзальдегидов (ванилин, *изо*-ванилин, *орто*-ванилин) в системах с гидрофобными растворителями. Для ванилиновой кислоты и этилванилина такие данные отсутствуют.

Изучена экстракция ванилинов и ванилиновой кислоты из водно-солевых растворов (сульфат аммония) ацетоном, диацетоновым, н. бутиловым, изобутиловым и изопропиловым спиртами, этилацетатом, 1,4-диоксаном и их бинарными смесями. Независимо от гидрофильности растворителей при экстракции ванилинов смесями, содержащими (0,5 – 0,9 мол.доли) ацетона, установлен синергизм, вычислены коэффициенты синергетности.

Полученные результаты позволяют рекомендовать бинарные смеси гидрофильных растворителей для практически полного извлечения ванилинов из водных растворов.

2-У6.

**ПРИМЕНЕНИЕ ВОДНЫХ СИСТЕМ С РАССЛАИВАНИЕМ
НА ОСНОВЕ АНТИПИРИНА, ДИАНТИПИРИЛМЕТАНА
И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ В ЖИДКОСТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ**

С. В. Темерев, Б.И. Петров

Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия,
temerev@mail.ru

В докладе обсуждаются перспективные для экологического мониторинга двухфазные системы без органического растворителя: вода – производное пиразолона – органическая кислота. Системы расслаиваются в результате взаимодействия между реагентами («зеленая химия»). Антипирин, диантипирилметан, органические кислоты (сульфосалициловая, ацетилсалициловая) нетоксичны, достаточно полно извлекают микроколичества нормированных токсикантов из природных объектов, позволяют регистрировать сигнал абсорбции (молекулярной, атомной) и предельные диффузионные токи микроколичеств аналитов на границе индикаторный электрод – органический гидрато-сольватный концентрат.

Органическая фаза в присутствии Fe (III) окрашивается в красный цвет, Ti (IV) – желтый, нитритов – зеленый. Степень извлечения регулируется анионным солевым фоном водной фазы. При изменении соотношения реагент : анионный фон реализуются различные варианты концентрирования из жидких сред (например, фенолов) и твердых объектов (почва, донные осадки, растения, рыбы). Антипирин и его производные применяются для фотометрии неорганических катионов, анионных форм, азота для оценки фенольного индекса поверхностных вод. Замена кислорода на более поляризуемый нуклеофил (сера) повышает эффективность концентрирования аналитов.

Разработан комплекс методик концентрирования неорганических и органических веществ. Методики легковыполнимы, совместимы с традиционными инструментальными методами и могут быть экономически целесообразной альтернативой эмиссионным методам анализа.

**НАНО- И СУБМОЛЕКУЛЯРНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ЭКСТРАКЦИИ
ЛИПИДОВ ИЗ САПРОПЕЛЕЙ**

М.А. Тюнина, Г.Л. Рыжова, К.А. Дычко

Государственный университет, Томск, Россия,

Marinda@rambler.ru

Липиды относятся к наиболее важным синтезируемым природным соединениям, содержание которых в сапропелях достигает 35–44 % в расчете на сухое вещество. Сапропели (донные отложения пресных озер) содержат жирные кислоты, в том числе ненасыщенные. Поэтому задача их выделения из природного сырья является актуальной для практического использования. Особого внимания заслуживает создание нано- и ультрадисперсных технологий переработки природного сырья с целью получения суспензий (высококонцентрированных, разбавленных) и зелей, состоящих из водных коллоидов и водорастворимых БАВ.

В лаборатории переработки и органического анализа природного сырья ТГУ создан многофункциональный вибромагнитный реактор и разработана технология выделения липидов в водной среде. Эта технология позволяет разрушить липидные клеточные оболочки, включает гидролиз жиров и масел и приводит к образованию водных коллоидов жирных карбоновых кислот с субмикронными размерами и водорастворимыми БАВ с наноразмерами.

Методом хромато-масс-спектрометрии изучен молекулярный состав омыляемой и неомыляемой частей липидов в продуктах переработки. Фотодисперсионным анализом определены размеры коллоидных частиц в водной суспензии. Найдена удельная поверхность частиц аморфного детрита методом БЭТ. Методом атомно-эмиссионной спектрометрии проведен качественный и количественный анализ макро- и микроэлементов жидкой и твердой фракций продуктов. Установлена антиоксидантная активность водорастворимых соединений экстракта.

2-У8.

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КУПАЖА, ПОЛУЧЕННОГО
СО₂-ЭКСТРАКЦИЕЙ ИЗ СЕМЯН РАСТОРОПШИ,
ЗАРОДЫШЕЙ ПШЕНИЦЫ И ПЛОДОВ ОБЛЕПИХИ**

**В.Ф. Урьяш¹, А.Е. Груздева², Н.Ю. Кокурина¹,
Л.А. Фаминская¹, И.Н. Калашников¹**

¹НИИ химии государственного университета
им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия,
ltch@ichem.unn.ru

²ООО «Грандэ», Нижний Новгород, Россия, bio_nn@mail.ru

Методом дифференциального термического анализа в области 80–400 К изучены релаксационные (стеклование) и фазовые (кристаллизация, плавление) переходы в СО₂-экстракте купажа семян расторопши (50 %), зародышей пшеницы (30 %) и плодов облепихи (20 %).

Купаж – маслянистая жидкость оранжевого цвета. В СО₂-экстракте купажа содержится 2.4 мас. % лецитина и 39.3 мас. % каротиноидов.

Для образца купажа характерны два релаксационных перехода, затем большой экзотермический пик, относящийся к кристаллизации, и 4 эндотермических пика плавления. $T_{пл1}$, $T_{пл2}$ и $T_{пл4}$ относятся, по-видимому, к плавлению входящих в экстракт компонентов, $T_{пл3} = 273$ К следует отнести к плавлению воды, содержащейся в СО₂-экстракте купажа. После первого прогрева образец в тигле разделяется на три слоя.

Для стандартизации СО₂-экстракта купажа рекомендуются следующие физические и фазовые переходы: $T_{с1} = 175$ К, $T_{кр} = 212$ К, $T_{пл1} = 234.5$ К, $T_{пл2} = 249.5$ К и $T_{пл3} = 268$ К, которые хорошо воспроизводятся в разных партиях купажа.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ по гранту №08-03-97052 р_поволжье_а.

**ПОЛИМЕРНЫЕ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ N-ВИНИЛАМИДОВ
ДЛЯ ЭКСТРАКЦИИ ФЕНОЛОВ
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

**Е.В. Чурилина¹, П.Т. Суханов¹, Я.И. Коренман¹,
А.Н. Ильин¹, Г.В. Шаталов²**

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, cdv2311@yandex.ru

²Государственный университет, Воронеж, Россия

Экстракция гидрофобными и гидрофильными растворителями широко используется для извлечения и концентрирования фенольных соединений из многокомпонентных систем. Применение водорастворимых полимеров, исключающих присутствие органических растворителей, расширяет возможности метода. Для извлечения фенолов из водных растворов нами впервые применены водорастворимые полимеры на основе N-виниламидов (гомо- и сополимеры N-винилпирролидона и N-винилкапролактама).

Двухфазные водно-полимерные системы получали высаливанием полимера из его водных растворов сульфатом аммония. Установлено влияние концентрации и молекулярной массы полимера, состава сополимера, рН водного раствора и температуры на степень извлечения фенола, его метил- и нитрозамещенных. Коэффициенты распределения и степень извлечения зависят от строения фенолов. Так, введение нитрогруппы и метильного радикала независимо от положения заместителя относительно фенольного гидроксила повышает коэффициенты распределения замещенных соединений по сравнению с соответствующими величинами для фенола.

Эффективность экстракционных систем с полимерами на основе N-виниламидов обусловлена их высокой комплексообразующей способностью. Это позволяет рекомендовать такие системы для разработки способов определения микроколичеств фенолов в водных средах.

**ПОЛУЧЕНИЕ ЭКСТРАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ СКОРЛУПЫ
СЕМЯН СОСНЫ СИБИРСКОЙ В ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ
ПОЛЕ СВЧ**

В.Г. Ширеторова¹, А.Г. Хантургаев², А.В. Залуцкий²

¹Байкальский институт природопользования СО РАН,
Улан-Удэ, Россия, vshiretorova@rambler.ru

²Восточно-Сибирский государственный технологический
университет, Улан-Удэ, Россия, aavn@mail.ru

Ежегодно в Сибири заготавливают более 1 млн. тонн семян сосны сибирской *Pinus sibirica du Tour* (кедровые орехи), в местах промышленной переработки накапливаются отходы в виде скорлупы (51–59 % от массы орехов). В кедровой скорлупе содержится 12–20 % дубильных веществ, обладающих дубящими, красящими, антиоксидантными, дезинфицирующими и антисептическими свойствами.

Существующие способы получения экстрактов из растительного сырья являются весьма трудоемкими, длительными и энергозатратными.

Нами изучена экстракция дубильных веществ из скорлупы кедрового ореха водными, водно-спиртовыми и водно-содовыми растворами в электромагнитном поле сверхвысокой частоты (патент №2351641). Предлагаемый способ значительно интенсифицирует процесс экстракции, снижает расход электроэнергии, увеличивает выход экстрактивных веществ.

Методом математического планирования эксперимента установлены оптимальные технологические параметры извлечения экстрактивных веществ из скорлупы ореха. Определен химический состав полученных экстрактов, изучена возможность их применения в пищевой, фармацевтической и кожевенно-меховой промышленности.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых (№ МК-639-2009.4).

**НОВЫЕ ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ
СМЕСЕЙ НЕЙТРАЛЬНЫХ И КАТИОНООБМЕННЫХ
ЭКСТРАГЕНТОВ**

Д.Н. Шишкин, Н.К. Петрова

Радиевый институт им. В.Г. Хлопина, Санкт-Петербург, Россия,
dn.shishkin@mail.ru

Разработаны новые экстракционные системы на основе смесей нейтральных (КМФО и ПЭГ) и катионообменных (ЦС ДБФК, ГС ДБФК, ХДК) экстрагентов в полярном растворителе и водного раствора комплексона и HNO_3 для очистки анализируемых растворов от основного количества долгоживущих осколочных (Cs-137, Sr-90, Y-90, Eu-152,154), актинидных и трансплутониевых (Am-241, Cm-244) элементов. Стабильные и слабоактивные осколочные элементы (Zr, Mo, Mg, Pd, Ru, Rh, Si, Sb, Na, Fe, Cr) после очистки остаются в растворе и могут быть одновременно определены современными аналитическими методами (ИСП АЭС, ИСП-МС спектрометрия). Опасность радиоактивного загрязнения приборов при таком подходе значительно снижается.

Например, за 2–3 операции экстракция – промывка при экстракции смесью $0,005 \text{ моль/дм}^3$ ХДК с добавками ПЭГ и КМФО в смеси ОХНБ - CCl_4 , а в качестве водного раствора – $0,05 \text{ моль/дм}^3$ HNO_3 , 1 г/дм^3 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ суммарная радиоактивность анализируемого водного раствора снижается более, чем на 6 порядков. Потери анализируемых элементов не превышают 5 %.

Аналогичные показатели по очистке анализируемого раствора от радиоактивных элементов получены и при экстракции смесями ХДК, ПЭГ и кислых циркониевой или гафниевой солей дибутилфосфорной кислоты (ЦС ДБФК и ГС ДБФК).

Изученные системы имеют отличия в экстракционном поведении радионуклидов и стабильных элементов, целесообразность применения той или другой системы определяется составом анализируемого раствора.

**МАКРОЦИКЛИЧЕСКИЕ ЛИГАНДЫ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИОННОГО
ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ**

В.В. Якшин, О.М. Вилкова

ОАО «Ведущий научно-исследовательский институт
химической технологии», Москва, Россия, vyakshin@bk.ru

Жидкостная экстракция является перспективным направлением создания процессов извлечения и разделения металлов платиновой группы (МПГ). Развитие этого направления связано с применением принципиально новых супрамолекулярных экстракционных систем.

В соответствии с ионными радиусами и пространственной структурой соли МПГ не образуют соединения включения с известными макроциклическими эндорецепторами и поэтому эти лиганды не рассматривались в качестве экстрагентов МПГ.

В солянокислых растворах МПГ образуют одно- и двухзарядные анионные комплексы, состав которых зависит от концентрации Cl^- , H^+ и МПГ. Одновременно с этим эндорецепторы типа макроциклических полиэфиров образуют органические катионы «гость-хозяин» путем внедрения иона гидроксония в макрополость полиэфирного кольца. В процессах экстракции при подходящих гидрофобно-липофильных свойствах рецептора эти аддукты могут переходить в органическую фазу и захватывать с собой анионы хлорокомплексов МПГ по анионообменному механизму.

Исследованы экстракционные системы дибензо-18-краун-6 (ДБ18К6) и цис-син-цис дициклогексил-18-краун-6 (ДЦГ18К6 «А») в органических растворителях при извлечении МПГ из 3-10 моль/дм³ HCl. Установлено, что 0,005 моль/дм³ ДЦГ18К6 «А» в дихлорэтаноле извлекает МПГ со следующими коэффициентами распределения: Pt 13, Ir 17,5, Pd 40 из 7 моль/дм³ растворов HCl. При этом остальные элементы (исключая Au, Ga, Fe) не экстрагируются в изученных условиях. Это означает, что ДЦГ18К6 «А» является высокоэффективным и селективным лигандом для экстракции Pt, Ir, Pd из солянокислых растворов.

2-С1.

**КОНСТАНТЫ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛА, ДВУХАТОМНЫХ
ФЕНОЛОВ И НИТРОФЕНОЛОВ МЕЖДУ ВОДНОЙ ФАЗОЙ
И ТРИГИДРООКТАФТОРПЕНТАНОЛОМ**

Н.В. Бикбулатова¹, Н.Л. Егуткин^{1,2}

¹Институт органической химии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,
egutkin@anrb.ru

Тригидрооктафторпентанол $\text{H}(\text{CF}_2\text{-CF}_2)_2\text{-CH}_2\text{OH}$ (R) синтезируют в промышленном масштабе по реакции тетрафторэтилена с метанолом. Растворитель не горюч, нетоксичен (IV класс токсичности), нерастворим в воде (температура кипения 141 °С), плотность 1,66 г/см³, используется преимущественно в составе специальных жидкостей для обработки лазерных дисков, а также в процессах экстрактивной ректификации азеотропных смесей.

Впервые установлены константы распределения P_0 в системах с R фенола (4.0), пирокатехина (1.3), резорцина (0.6), гидрохинона (0.1), *o*-нитрофенола (86.7), *m*-нитрофенола (9.7), *n*-нитрофенола (8.9), фенилиден-1,2-этандиола (3.7). Для изученных соединений P_0 в R существенно ниже по сравнению с алифатическими спиртами и эфирами.

Установлено, что при межфазном распределении нитрофенолов экстракционная способность R близка к пентанолу, что позволяет предположить возможность специфической сольватации нитрогруппы фенолов сильным протонодонором – R.

Важно отметить, что коэффициент разделения двухатомных фенолов пирокатехин–гидрохинон и резорцин–гидрохинон в системах с R в несколько раз выше по сравнению с P_0 при использовании алифатических спиртов и эфиров. Это может найти применение при решении практических задач по экстракционному разделению реакционных масс полученных, например, окислением бензола пероксидом водорода.

**ЭКСТРАКЦИЯ РЯДА ЭЛЕКТРОНОДОНОРНЫХ
ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
ТРИГИДРООКТАФТОРПЕНТАНОЛОМ, ПЕНТАНОЛОМ
И ХЛОРОФОРМОМ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

Н.В. Бикбулатова¹, Н.Л. Егуткин^{1,2}

¹Институт органической химии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,
egutkin@anrb.ru

Впервые определены константы распределения (P_o) бензамида (I) [13.9], ацетилацетамида (II) [18.3], бензолсульфамида (III) [5.1], фенолмочевины (IV) [0.1], дифенилмочевины (V) [7.5] и ацетона (VI) [12.9] между водной фазой и тригидрооктафторпентанолом (VII) при 25°C. Проведен сопоставительный анализ P_{oi} (I–VI) в пентанол (VIII) и хлороформ (IX).

Константы распределения I–VI, за исключением (IV) в ряду (VII–IX), снижаются в ряду: VII > VIII > IX. Низкие значения P_o (IV) в $N(CF_2-CF_2)_2CH_2OH$ объясняются существенным уменьшением электронодонорной способности атома кислорода в молекуле фенолмочевины по сравнению с другими изученными соединениями, что существенно уменьшает устойчивость образующихся экстрагируемых Н-комплексов. Вместе с тем, отметим, что, например, фенолмочевина достаточно хорошо экстрагируется пентанолом ($P_o=12.4$), что можно объяснить соизмеримой электроно- и протондонорной способностью этого спирта.

Ацетон, несмотря на его высокую гидрофильность и низкую гидрофобность, эффективно извлекается из водного раствора в $N(CF_2-CF_2)_2CH_2OH$. Можно ожидать, что несопряженная карбоксильная группа в молекулах других органических соединений будет способствовать высоким константам распределения между водной фазой и тригидрооктафторпентанолом и его гомологами.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
НЕКОТОРЫХ АЛИФАТИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ**

А.А. Бурмистрова, С.Ю. Доронин

Государственный университет, Саратов, Россия,
BurmistrovaAA@mail.ru

Алифатические альдегиды (АА) применяются в различных отраслях промышленности – в синтезе лекарственных препаратов и органических реагентов; в парфюмерии; как репелленты.

В связи с низкими ПДК (0,003 – 0,02 мг/м³) актуальной задачей является разработка высокочувствительных и легковыполнимых экспресс-методик определения АА на уровне долей ПДК.

Повышение чувствительности определения АА (например, в виде аци-солей 2,4-динитрофенилгидразонов) достигается применением экстракции на основе «точки помутнения» (cloud point extraction, CPE). Методика включает фазовое разделение ПАВ различной природы, концентрирование органического анализата или аналитической формы с последующей цветометрической обработкой цифрового сигнала. Ранее такой подход применен нами для супрамолекулярных сред преимущественно неионных ПАВ, которые способны к фазовому разделению, но при повышенной температуре (70–90 °С).

В докладе предлагается оригинальный вариант методологии CPE, основанный на применении комбинированных супрамолекулярных сред неионных и катионных ПАВ. Разработаны условия (концентрационные интервалы реагентов, рН, солевой фон), которые способствуют разделению при комнатной температуре фаз сложных систем, включающих органический реагент и алифатический альдегид.

Обсуждается вариант цветометрической методики определения алифатических альдегидов с предварительным CPE концентрированием, основанный на оценке зависимости параметра цветности G от рс.

2-С4.

**ИЗУЧЕНИЕ ЭКСТРАГИРУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ПОЛИМЕРОВ
РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ СПЕКТРАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ**

Д.В.Быковский¹, Н.Я.Мокшина², А.В.Зыков³, Г.В.Шаталов¹

¹Государственный университет, Воронеж, Россия

²Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия, moksнад@mail.ru

³Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Водорастворимые полимеры поли-N-виниламидного ряда применены для экстракции витаминов группы В и аминокислот различной природы. Рассчитаны экстракционные характеристики тирозина, фенилаланина, триптофана, гистидина, метионина и витаминов группы В в системах водно-солевой раствор – полимер (высаливатели – сульфаты натрия и аммония). Концентрацию аналитов в водно-солевой фазе устанавливали методом УФ-спектрофотометрии. Максимальные коэффициенты распределения достигаются в системах на основе поли-N-винилпирролидона и поли-N-винилкапролактама.

Экстрагирующая способность полимеров с разной молекулярной массой по отношению к биологически активным веществам изучена методами УФ- и ИК-спектроскопии. В УФ- и ИК-спектрах чистых веществ и органической фазы после экстракции имеются существенные различия, что позволяет установить механизм закрепления аминокислот и витаминов в фазе полимеров.

Изучены состав и строение комплексов аминокислот и витаминов с полимерами до и после экстракции в водной и органической фазах. Предложен механизм комплексообразования полимеров с аминокислотами и витаминами при разных молярных соотношениях компонентов. Рассчитаны константы устойчивости комплексных соединений полимеров, которые зависят от их молекулярной массы, что обусловлено в первую очередь увеличением числа контактов между частицей и звеньями цепи. Наиболее эффективные экстракционные системы рекомендованы для извлечения аминокислот и витаминов из водных сред.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ СОЛЕЙ
ГЕКСАДЕЦИЛПИРИДИНИЯ ИЗ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ
И БИНАРНЫХ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

О.В. Волювач

Национальный университет им. И.И. Мечникова,
Одесса, Украина, voluvach@mail.ru

В последние годы внимание многих исследователей направлено на решение экологических проблем, связанных с очисткой промышленных и бытовых сточных вод. Разрабатываются новые и совершенствуются известные физико-химические методы их извлечения из водных сред. При извлечении, например, органических загрязнителей, к числу которых относятся и поверхностно-активные вещества (ПАВ), перспективен метод жидкостной экстракции.

Экспериментально установлено, что эффективность экстракционного извлечения катионных ПАВ – солей гексадецилпиридиния (СГДП) из водных растворов определяется способом введения анионного ПАВ в экстракционную систему, рН среды и концентрацией ПАВ. В широком диапазоне значений рН экстрагировать СГДП целесообразнее *n*-пентадеканом из водных растворов в присутствии тридецилкарбоксилата калия (первый способ), чем из индивидуальных водных растворов *n*-пентадеканом с добавкой тридецилкарбоновой кислоты (второй способ).

При экстракции СГДП из бинарных водных растворов с тридецилкарбоксилатом калия в области концентраций ПАВ до критической концентрации мицеллообразования (ККМ) $(2,3-4,6) \cdot 10^{-5}$ М коэффициент распределения между водной и органической фазами уменьшается с 38,0 до 33,4, в мицеллярной $(7,0-9,3) \cdot 10^{-5}$ М – соответственно с 31,4 до 24,6.

В щелочной среде (рН 10) экстракция СГДП по первому способу достаточно эффективна (87–95 %-ное извлечение) в широком диапазоне концентраций ПАВ (как до, так и после ККМ), в слабощелочной среде (рН 8) – в домицеллярной области.

НОВЫЕ ЭКСТРАГЕНТЫ НА ОСНОВЕ ДИФЕНИЛГУАНИДИНА

А.В. Голоунин ¹, О.В. Захарова ²

¹Институт химии и химической технологии СО РАН,
Красноярск, Россия, Golounin@icct.ru

²Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

Диалкилпроизводные гуанидина нашли применение как в аналитических целях, так и для промышленного использования при извлечении золота из водных цианидных растворов [1]. Синтез таких производных сложен и опасен. Поэтому представляется целесообразным приспособить для получения эффективных экстрагентов золота промышленно доступное сырье, в частности, дифенилгуанидин, применяющийся в шинной промышленности в качестве ускорителя вулканизации резины.

Ранее [2] нами показано, что дифенилгуанидин в смеси с длинноцепными аминами эффективно извлекает цианид золота. Ограничение его применения – довольно высокая растворимость в водно-щелочных средах. Для снижения растворимости проведено алкилирование и ацилирование дифенилгуанидина, конденсация с эпихлоргидрином, формалином и фенолом. Предварительные испытания показали, что при рН 7,0; 8,4; 9,4; 10,8; 11,6 извлечение золота раствором N1,N3-дифенил-N2-децилгуанидина составляет 70; 66; 54; 20 и 15 % соответственно.

В присутствии 0,2 моль/дм³ N-децилсилилидина происходит смещение максимума экстракции в щелочную область всего на единицу рН. Установлено, что 50 %-ное извлечение золота происходит при рН 10

[1] Ларионова И.А., Голоунин А.В. Производные гуанидина–экстрагенты золота // Журн. прикл. химии. 2005 . Т.78, №10. С.1742-1744.

[2] Ларионова И.А., Голоунин А.В. Экстракция золота из щелочных растворов аминами и гуанидинами // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2006. Т.49, № 7. С. 93-95.

**ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ЧАГИ
В ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ПОЛЕ**

Н.В. Грачева, А.Б. Голованчиков

Государственный технический университет,
Волгоград, Россия, gracheva.tasha@yandex.ru

В настоящее время во всем мире проявляется повышенное внимание к лекарственным препаратам, полученным из природного сырья. Для решения задачи в качестве сырьевого объекта можно использовать березовый гриб чага.

Основной стадией переработки природного лекарственного сырья является процесс экстракции. Классические технологии переработки чаги характеризуются длительностью и относительно невысоким выходом. Существующие новые технологии, например, УЗ-экстракция связаны с применением значительных энергетических затрат и сложного аппаратурного оформления.

Цель нашего исследования состоит в изучение влияния наложения электрического поля постоянного тока на экстракцию биологически активных веществ чаги.

В докладе показано, что скорость выхода экстрактивных веществ чаги возрастает с увеличением напряжения и зависит от продолжительности процесса. При этом плотность тока не должна превышать 40 А/м². Оптимальная температура при экстракции биологически активных веществ чаги в электрическом поле должна находиться на уровне 50–60 °С. Массовое соотношение сырье : экстрагент, равное 1:(10–12), обеспечивает наибольшую степень извлечения биологически активных веществ, увеличивает их выход на 10–15 % по сравнению с классическими технологиями. Продолжительность экстракции при наложении электрического поля сокращается в 6–10 раз. Анализ антиоксидантной активности экстрактов чаги показал, что все они имеют высокую антиокислительную способность.

2-С8.

**СРАВНИТЕЛЬНАЯ ЭКСТРАКЦИОННАЯ СПОСОБНОСТЬ
ТРИГИДРООКТАФТОРПЕНТАНОЛА, ПЕНТАНОЛА
И ХЛОРОФОРМА ПО ОТНОШЕНИЮ К РЯДУ
АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОВ**

Н.Л.Егуткин^{1,2}, Н.В.Бикбулатова¹

¹Институт химии органической УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,
egutkin@anrb.ru

Установлены константы распределения (P_0) анилина (I) [21.0], *n*-анизидина (II) [4.6], пиридина (III) [121.5], 1,5-диоксиметилпиридина (IV) [3.2], *m*-аминобензилового спирта (V) [3.0], хинолин-*N*-оксида (VI) [275.7] *o*-, *m*-, *n*-фенилендиаминов (VII-IX) [5,5, 4.5, 7.1] между водной фазой ($pH_i=12$) и тригидрооктафторпентанолом (X) при 25 °С в сравнении с P_0 пентилового спирта (XI) и хлороформа (XII).

Установлено, что по отношению к соединениям (III–IX) экстракционная способность теломерного фторированного спирта (X) выше, чем для пентанола и хлороформа. Особенно существенны различия при экстракции пиридина и хинолин-*N*-оксида ($P_0 \gg 100$), что позволяют эффективно извлекать (III, VI) за одну ступень распределения в (X) и осуществлять их концентрирование.

При межфазном распределении анилина и *n*-анизидина максимальную экстракционную способность проявляют хлороформ. в ряду изомерных фенилендиаминов более высокую константу распределения в (X) имеет *n*-изомер, в то время как для пентанола и хлороформа константы распределения (X) минимальны.

Изменение констант распределения (I–IX) в (X–XII) и их инверсии в ряду изученных растворителей обсуждаются с учетом кислотно-основных свойств экстрагируемых соединений и экстрагентов, мольной концентрации экстрактов, а также возможного механизма экстракции.

**МЕХАНИЗМ ЭКСТРАКЦИИ ГВЯЯКОЛА
МЕТИЛ-ТРЕТ-БУТИЛОВЫМ ЭФИРОМ ИЗ ВОДНЫХ
РАСТВОРОВ**

Н.Л. Егуткин^{1,2}, А.Р. Девяткина¹

¹Институт органической химии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

²Институт биологии УНЦ РАН, Уфа, Россия,

egutkin@anrb.ru

Установлены константы распределения P_0 гваякола (I) из водных растворов метил-трет-бутиловым эфиром (МТБЭ) и его растворами в парафиновых углеводородах (II) CCl_4 (III), и $CHCl_3$ (IV). Экстракционная способность МТБЭ по отношению к (I) несколько выше ($P_0=30$), чем даже бутилацетата ($P_0=24$). Аномально высокая экстракционная способность МТБЭ обусловлена не столько «подкачкой» электронной плотности трет-бутильным радикалом, сколько минимизацией стерических препятствий в условиях образования гидрато-сольватов с асимметричными эфирами, один из радикалов которых представлен метильной группой.

Введение «инертных» разбавителей (II, III) в МТБЭ приводит к закономерному уменьшению констант распределения гваякола за счет снижения мольной концентрации сольватирующего агента. В то же время, для смесей МТБЭ–алифатические спирты (C_4 и $>$) обнаружены небольшие синергетные эффекты, для МТБЭ с хлороформом получены антагонистические зависимости констант распределения от состава смешанного экстрагента.

Биогарифмическим методом определен состав и устойчивость образующихся экстрагируемых комплексов (I) с МТБЭ в среде (II) и (III). Установлено образование смеси гидратированных моно- и дисольватов. Рассчитаны концентрационные константы экстракции гваякола при его извлечении из водных растворов. Показано, что доля моносольватов гваякола при использовании в качестве разбавителя МТБЭ– CCl_4 существенно выше по сравнению с системой МТБЭ–парафиновые углеводороды.

**ЭКСТРАКЦИЯ ГИДРОФОБНЫХ ПЕСТИЦИДОВ
ПОЛЯРНЫМИ ОРГАНИЧЕСКИМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ**

М.А. Заяц¹, С.М. Лещев¹, М.Ф. Заяц²

¹Государственный университет, Минск, Беларусь,
marina_zayats@tut.by

²Институт защиты растений НАН РБ,
Минск, Беларусь mikhail_zayat@tut.by

Актуальна разработка легковыполнимых и эффективных методик определения остаточных количеств гидрофобных пестицидов в растительных объектах с большим содержанием жиров (семена, масла). Основной стадией таких методик является экстракционная пробоподготовка, обеспечивающая отделение определяемых веществ от мешающих компонентов матрицы.

Выбор условий экстракционного извлечения гидрофобных пестицидов из растительных объектов осуществлялся на основании экспериментально установленных констант распределения пестицидов в модельных системах. Изучено распределение ДДТ, линдана, трифлуралина, тебуконазола, пропиконазола, изоксафлутола между октаном, моделирующим растительные масла, и полярными органическими растворителями (этиленгликоль, диэтиленгликоль, метанол, ацетонитрил, ДМСО, ДМФА) при $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Установлены константы распределения пестицидов в системе октан – вода. При замене воды на полярный органический растворитель происходит инверсия эффекта экстрагируемости.

Показана возможность селективного извлечения и концентрирования гидрофобных пестицидов из различных объектов, а также разделения пестицидов. Разработаны методики пробоподготовки растительных масел для последующего хроматографического определения в них тебуконазола и пропиконазола. Методики обеспечивают получение хроматограмм без пиков, интерферирующих с пиком определяемого вещества, степень извлечения пестицидов $>90\%$.

**АНАЛИЗ ПЕТРОЛЕЙНЫХ ЭКСТРАКТОВ ВОДНЫХ ИЗВЛЕЧЕНИЙ
ИЗ ЧАГИ, ПОЛУЧЕННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ СПОСОБАМИ**

**Г.А. Иванова, М.А. Сысоева,
В.Р. Хабибрахманова**

Государственный технологический университет, Казань, Россия,
guziva@rambler.ru

В докладе обсуждается методика анализа петролейных экстрактов, полученных при экстракции водных извлечений из чаги в четырех партиях сырья, и водных извлечений, полученных с применением растворов гиперразветвленных полимеров.

Показано, что количество липидов, экстрагируемых петролейным эфиром, может существенно отличаться, что связано с характером используемого для экстракции сырья и способом получения водных извлечений из чаги.

Установлено, что содержание липидов, экстрагируемых из водных извлечений чаги петролейным эфиром, колеблется в широком диапазоне – от 3,34 до 22,00 %. Во всех полученных нами петролейных экстрактах методом тонкослойной хроматографии идентифицированы следующие моноглицериды; 1,2- и 1,3-диглицериды; О-диалкиловые эфиры глицерина; стерины; высшие алифатические спирты; жирные кислоты; триглицериды, а также воски.

В экстрактах с наибольшим содержанием веществ липидной природы (22,00 %), обнаружены также сквален, витамин К, кофермент Q, α -токоферол и высшие алифатические альдегиды. Методом газожидкостной хроматографии определен широкий спектр высших жирных кислот.

Полученные экспериментальные данные показали, что обработка водных извлечений из чаги растворами гиперразветвленных полимеров не приводит к изменению качественного состава петролейных экстрактов.

**СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ ФЛЮИДНАЯ СО₂-ЭКСТРАКЦИЯ
ЭФИРОРАСТВОРИМЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ЕЛОВОЙ КОРЫ**

А.Д. Ивахнов, А.Е. Егоров, Т.Э. Скребец

Государственный технический университет,
Архангельск, Россия, ivahnov-tema@yandex.ru

При заготовке и переработке хвойной древесины образуется большое количество древесных отходов – кора, древесина, древесная зелень. Данное сырье, как правило, сгнивает или его сжигают с целью получения тепловой энергии, реже из него экстрагируют ценные органические соединения. Подвергать гниению или сжигать эту биомассу крайне расточительно, а существующие в настоящее время технологии проведения экстракции имеют много недостатков, среди которых высокая стоимость применяемых растворителей, их горючесть и экологическая опасность [1].

Замена традиционных растворителей сверхкритическим диоксидом углерода позволяет извлекать из еловой коры до 80 % эфирорастворимых веществ.

Объект исследования – кора ели, отобранная из отвала Соломбальского ЛДК и содержащая $7,94 \pm 0,05$ % эфирорастворимых веществ. Использована фракция 0,2–1 мм. В изотемпературных (100 °С) условиях увеличение давления диоксида углерода от 100 до 400 атм. приводит к возрастанию степени извлечения эфирорастворимых веществ в 4 раза. Причем наиболее резкое повышение степени извлечения с 30 до 72 % происходит при увеличении давления от 200 до 400 атм.

Эксперимент выполнен с использованием сверхкритического флюидного экстрактора СФЭ-400 производства Института аналитического приборостроения РАН.

[1] «Зеленая» химия в России // Зеленая химия в России: сборник статей; под ред. В.В. Лунина, П. Тундо, Е.С. Локтевой. – М.: Изд-во МГУ. 2004. С. 10–23.

**СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ L-ПРОЛИНА
РАСТВОРАМИ ЖИДКИХ ЭКСТРАГЕНТОВ**

Е.Г. Каранкевич, З.И. Куваева

Институт физико-органической химии НАН РБ,
Минск, Беларусь, lie@bas-net.by

Наиболее перспективный способ получения L-пролина (L-Pro) – микробиологический синтез с последующей экстракцией аминокислоты. Степень извлечения аминокислоты зависит от свойств экстрагента. Нами изучена экстракция L-Pro из водных сред растворами катионообменных экстрагентов различной природы и кислотности – фосфорнокислого экстрагента [ди-(2-этилгексил) фосфорной кислоты] (HP) и сульфозэкстрагента [ди-нонилнафталинсульфо кислоты] (HD), а также их смесями.

Экстрагировали в области максимального извлечения L-Pro (pH 2). При введении в фазу HP олеиновой кислоты увеличивается степень извлечения L-Pro, несмотря на отсутствие экстракционной способности олеиновой кислоты по отношению к L-Pro. Так, при $\alpha = 0,1 \div 0,4$ степень извлечения L-Pro растворами HP с олеиновой кислотой по сравнению с растворами HP в неполярном растворителе возрастает на 50 %.

Исследование ИК-спектров гексановых растворов смеси HP и олеиновой кислоты показывает снижение интенсивности поглощения недиссоциированной карбоксильной группы ($\lambda=1720 \text{ см}^{-1}$) олеиновой кислоты и полосы поглощения, характеризующей наличие димеризованных молекул HP ($\lambda = 1460 \text{ см}^{-1}$). Такие изменения свидетельствуют о взаимодействии олеиновой кислоты с HP, приводящем к диссоциации димеров HP.

Рассчитан коэффициент синергизма при экстракции L-Pro (D_{syn}) в условиях изменения соотношений HD:HP в экстрагенте от 1:1 до 1:5. Коэффициент D_{syn} увеличивается при этом с 1,25 до 1,90 соответственно. Синергетический эффект более выражен при избыточном количестве HP по отношению к HD в смешанном экстрагенте.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ФЕНИЛЕНДИАМИНОВ**

**Л.М. Козлова, Р.К. Чернова, Н.Б. Шестопалова,
А.А. Гридасов**

Государственный университет, Саратов, Россия,
Kozlovalm@yandex.ru

Известные методы определения фенилендиаминов (ФДА) включают стадию концентрирование. Нами изучена возможность применения мицеллярной экстракции в фазу неионных ПАВ (нПАВ) при нагревании выше температуры помутнения с целью концентрирования ФДА.

Апробированы различные препараты ОП-10. В мицеллярную фазу ОП-10 ФДА экстрагируются в виде продукта конденсации с диметиламинокоричным альдегидом (ДМАКА). Исследован состав образующегося соединения. Изучено влияние различных факторов на температуру фазообразования и объем формирующейся фазы нПАВ, повышающие эффективность мицеллярной экстракции ФДА.

Установлено, что наилучшие экстракционные характеристики для ФДА получены в интервале рН 3–5 (цитратные буферные растворы), при концентрации ОП-10 5–10%, в присутствии Na_2SO_4 (0,2М). Выявлен ряд органических соединений, способствующих изменению температуры расслоения ОП-10. В оптимальных условиях построены градуировочные характеристики и найдены интервалы определяемых содержаний *орто*- и *пара*-ФДА ($8 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-3}$ М), *мета*-ФДА ($8 \cdot 10^{-5}$ – $8 \cdot 10^{-4}$ М).

Разработана экстракционно-фотометрическая методика определения *n*-ФДА, основанная на реакции конденсации этого соединения с ДМАКА с предварительным концентрированием методом мицеллярной экстракции в фазу нПАВ. Методика апробирована при анализе сточных вод лакокрасочной промышленности.

Определение *n*-ФДА возможно в пределах концентраций $5 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-3}$ М с погрешностью 6–10 %.

**ЛИОФИЛИЗАЦИЯ ЭКСТРАКТОВ ЛЕКАРСТВЕННЫХ
РАСТЕНИЙ В ПРИСУТСТВИИ ХИТОЗАНА
ПОЛИФРАКЦИОННОГО СОСТАВА**

**Б.А. Комаров¹, А.И. Албулов², М.А. Фролова²,
А.В. Гринь²**

¹ Институт проблем химической физики РАН,
Черноголовка, Россия, komarov@chgn.net.ru

² Всероссийский научно-исследовательский и технологический
институт биологической промышленности РАСХН,
Щелково, Россия, bioprogress@mail.ru

Известно, что в заводских условиях при экстракции лекарственного растительного сырья извлекается 10 – 15 % биологически активных веществ (БАВ). Существуют проблемы дозировки, хранения и транспортировки настоев, отваров и жидких экстрактов.

Решение некоторых задач возможно с использованием сухих экстрактов. Однако при лиофильной сушке (более щадящем методе по сравнению с распылительной сушкой) летучие компоненты частично теряются.

Экстракция БАВ из растительного сырья в деминерализованной воде или в растворе олигомеров хитозана в основном виде (или в виде катионного или анионного олигоэлектролита) и последующая лиофилизация полученных экстрактов в присутствии добавок полифракционного хитозана (от мономерного звена – глюкозамина до макромолекул с ММ ~ 350 кДа) позволяют в максимальной степени устранить потери летучих компонентов и повысить выход сухих экстрактов на 5 – 10 %.

Разработанный нами способ применен в технологии получения фитохитодезов – молекулярных комплексов экстрагируемых из лекарственных фитосборов веществ с хитозаном полифракционного состава. Способы получения фитохитодезов и лечения с их применением различных заболеваний защищены 11 патентами РФ.

ИОНООБМЕННАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ЭРИТРОМИЦИНА

З.И. Куваева, А.А. Агабалаев

Институт физико-органической химии НАН РБ,
Минск, Беларусь, lie@ifoch.bas-net.by

В докладе обсуждаются закономерности ионного обмена Na^+ - Er^+ в экстракционной системе водный раствор Er – октановый раствор Na -формы динонилнафталинсульфоокислоты (NaD). Экстракция эритромицина NaD , растворенной в октане, характеризуется постоянством коэффициента распределения (D) при pH 4–8, что соответствует нахождению эритромицина в водной фазе в виде катионной формы. Уменьшение коэффициента D при $\text{pH} > 8$ может быть обусловлено снижением количества заряженной формы антибиотика. Рассчитан коэффициент избирательности ($\text{lg}k_x$) при фиксированном pH (5,5). Зависимость $\text{lg}k_x$ от состава фазы экстрагента имеет убывающий вид, что свидетельствует о влиянии на обмен состава ближайшего ионного окружения.

Ионообменные равновесия Na^+ - Er^+ описаны с применением математической модели, согласно которой свойства обменного центра не одинаковы и зависят от окружения ближайших обменных центров. Ионный обмен описывается уравнением четвертой степени, Это означает, что свойства сульфогрупп экстрагента зависят от 4-х ближайших обменных центров, независимо от того, в состав каких ассоциатов они входят. Хорошее совпадение экспериментальных данных и рассчитанной кривой свидетельствует о правомерности использования данной математической модели при описании обмена Na^+ - Er^+ . Константы элементарных обменов Na^+ - Er^+ зависят от локального окружения данного обменного места. Наибольшая термодинамическая выгодность обмена происходит на сульфогруппе, окруженной ионными парами, включающими 4 катиона Na^+ , а также 1 катион Na^+ на 3 катиона антибиотика.

**ТЕХНОЛОГИЯ CO₂–ЭКСТРАКЦИИ
В ДОКРИТИЧЕСКОМ И КРИТИЧЕСКОМ СОСТОЯНИЯХ**

Ю.Н. Кузовенко¹, А.В. Жучков², И.Е. Шабанов³

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, kuzo87@mail.ru

Актуальная задача состоит в развитии энерго- и ресурсосберегающих технологий, реализующих комплексную переработку растительного сырья. Применение в качестве растворителей сжиженных газов ускоряет получение целевых веществ, исключает воздействие высоких температур и повышает качество получаемых продуктов.

Применение твердой углекислоты в экстракторах малой производительности значительно упрощает технологическую схему. Исходное сырье предварительно измельчается, высушивается и подается в экстрактор вместе с твердой углекислотой при атмосферном давлении. Затем через стенки экстрактора к рабочей среде подводится теплота, в результате твердая углекислота частично сублимирует, ее давление и температура повышаются и после преодоления тройной точки твердая фаза CO₂ превращается в жидкую фазу.

После достижения равновесия в экстракторе с окружающей средой (20 °С, давление 57,1 бар) аппарат вращается вокруг центра масс. Температура экстрагентов регулируется теплоносителем, подаваемым в рубашку аппарата. После окончания процесса экстракции шрот и обогащенный экстрагент разделяются. Экстракт получается сбросом углекислого газа из реакционного пространства.

Разработанная технология позволяет максимально приблизить процесс CO₂-экстракции к сырьевой базе.

Использование CO₂-экстракции в фармацевтической и пищевой промышленности – относительно новое направление, особенно востребованное в производстве экологически чистых продуктов.

**МИКРОЭМУЛЬСИИ В СИСТЕМЕ
Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – КЕРОСИН – ВОДА**

**С.Ю. Левчишин, А.М. Асанов, Н.М. Мурашова,
Е.В. Юртов**

Российский химико-технологический университет
им. Д.И.Менделеева, Москва, Россия,
nanomaterial@mail.ru

В докладе обсуждаются свойства микроэмульсии в системе Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – керосин – вода с целью разработки состава для микроэмульсионного выщелачивания. Метод микроэмульсионного выщелачивания предполагает извлечение металлов из твердой фазы путем контакта с экстрагент-содержащей микроэмульсией.

Установлены границы области существования микроэмульсии в системе Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – керосин – вода в широком диапазоне концентраций Д2ЭГФNa и Д2ЭГФК. Исследованы изменения области существования микроэмульсий в изучаемой системе при температурах от 20 до 80 °С. Методами кондуктометрии и рефрактометрии, а также методом окрашивания фаз установлено, что при $w = [H_2O]/[D2ЭГФNa] < 8$ система представляет собой обратную, а при $w > 8$ бинепрерывную микроэмульсию в широком интервале температур. Методом малоуглового рассеяния лучей исследована зависимость размера капель микроэмульсии от содержания в ней воды и Д2ЭГФК.

Проведены эксперименты по выщелачиванию меди на модели CuO – микроэмульсия Д2ЭГФNa с различным содержанием Д2ЭГФК. Показано, что с повышением концентрации Д2ЭГФК скорость микроэмульсионного выщелачивания меди существенно возрастает.

На основании полученных данные предложен состав микроэмульсии в системе Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – керосин – вода для выщелачивания металлов.

2-C19.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНИЛИНА В ВОДНЫХ СРЕДАХ**

**Н.В. Маслова, Я.И. Коренман, П.Т. Суханов,
В.В. Хрипушин**

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
imbruliya@mail.ru

Задача исследования – разработка легковыполнимого и экспрессного способа определения микроколичеств ванилина в водных средах без применения органических растворителей. Для решения задачи использовались водорастворимые полимеры (полиэтиленгликоли, поли-N-капролактан, поли-N-винилпирролидон), образующие самостоятельную фазу в присутствии высаливателя (сульфат аммония).

Для цветометрического определения ванилина применяли хромогенный реагент – пенополиуретан (ППУ) на основе сложных эфиров, модифицированный нитритом натрия в присутствии HCl. К водно-солевому раствору ванилина добавляли раствор полимера с концентрацией 1 мас. %, экстрагировали, соотношение объемов водной и органической фаз 10:1. Органическую фазу отделяли и помещали в нее хромогенный сорбент – таблетку ППУ, которая окрашивалась в желтый цвет. Таблетку извлекали, сушили и помещали между планшетами сканера.

Цветное изображение дифференцировали на три черно-белые составляющие с учетом цветовых компонентов системы RGB. В соответствии с системой RGB смешением трех цветов (красного R, $\lambda=700$ нм; зеленого G, $\lambda=546$ нм; синего B, $\lambda=436$ нм) в определенных соотношениях получают остальные цвета спектра и хроматический белый цвет.

Разработанный способ позволяет определять ванилин в водных средах при концентрациях на уровне $10^{-3} - 10^{-4}$ мг/см³ по реакции конденсации с ППУ в форме основания Шиффа. Пенополиуретан рекомендуется в качестве эффективного хромогенного реагента.

2-С20.

**ПРИМЕНЕНИЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ПОЛИМЕРОВ
ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ВАНИЛИНА**

**Н.В. Маслова, Я.И. Коренман, Е.В. Чурилина,
П.Т. Суханов**

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
imbruliya@mail.ru

Известно широкое применение ванилина в формировании комплекса вкусовых свойств кондитерских продуктов. Актуальная задача состоит в разработке экстракционных систем, предназначенных для извлечения ванилина и исключающих применение вреднодействующих органических растворителей. Особое значение эта задача приобретает в производстве ароматизаторов.

В качестве экстрагентов для извлечения ванилина из водных растворов нами впервые применены водорастворимые полимеры – поли-N-винилпирролидон, поли-N-винилкапролактан, полиэтиленгликоли (ПЭГ-2000, ПЭГ-5000). Выбор полимеров обусловлен экологической целесообразностью и их высокой комплексобразующей способностью по отношению к органическим соединениям, в том числе ванилину.

Установлено, что для решения поставленной задачи наиболее эффективной является система ПЭГ-2000 – сульфат аммония. Максимальные коэффициенты распределения и степень извлечения ванилина установлены при концентрациях полимера 5 мас. % и высаливателя 43 мас. %. В этих условиях степень однократного извлечения ванилина достигает 94,4 %.

Двухфазные системы на основе водорастворимых полимеров рекомендуются для эффективного извлечения и концентрирования ванилина из водных сред с целью последующего определения, например спектрофотометрическим методом.

Разработанная методика легковыполнима, экспрессна и осуществима в производственно-технических лабораториях на пищевых предприятиях.

2-C21.

**ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИОННОГО
ИЗВЛЕЧЕНИЯ АМИНОКИСЛОТ ИЗ ВОДНЫХ СРЕД**

**О.А. Пахомова¹, К.Г. Спасский³, Ю.В. Цыплухина²,
С.И. Нифталиев¹, Я.И. Коренман¹**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
sabukhi@gmail.com

²Военный авиационный инженерный университет, Воронеж, Россия

³ЗАО «Шаллер», Москва, Россия

Для разработки методики определения алифатических аминокислот (аспарагин, аланин, валин, глицин) в водных средах с применением трехкомпонентной смеси гидрофильных растворителей на основе изопропилового спирта, этилацетата и ацетона изучена их экстракция из насыщенных водно-солевых растворов (высаливатель – сульфат лития).

Сложность применения трехкомпонентных смесей растворителей заключается в оптимизации соотношения компонентов смеси. Задача решается эмпирически на основании обширного эксперимента. Применение математических методов планирования сокращает временные и материальные затраты на решение задачи. Для оптимизации состава экстрагента применяли симплекс–решетчатое планирование эксперимента, основная предпосылка которого состоит в нормированности суммы независимых переменных. По результатам, полученным при решении уравнений регрессии, строили кривые равных коэффициентов распределения (номограммы) и определяли оптимальный состав смеси экстрагентов.

В изученных системах получены высокие коэффициенты распределения алифатических аминокислот, достигается 97–98 %-ное их извлечение при однократной экстракции. Трехкомпонентная смесь гидрофильных растворителей изопропиловый спирт – этилацетат – ацетон рекомендуется как эффективная система для экстракции аспарагина, аланина, валина и глицина из водных сред.

**SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION WITH CARBON DIOXIDE –
PROCESSING OF EXTRACTS WITH ANTIBACTERIAL PROPERTIES**

**Slobodan Petrovic¹, Irena Zizovic¹, Jasna Ivanovic¹,
Dusan Mistic²**

¹ Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade, Serbia

² Faculty of Veterinary Medicine, University of Belgrade, Serbia,
sloba@tmf.bg.ac.rs

Increased demand for greater assurance of freedom from food borne pathogens in new food products and severe regulations for the synthetic additives utilization in food industry has fostered research on isolation of bioactive principles from natural sources. Herbs and spices and their derived essential oils contain a large number of secondary metabolites that are known to retard or inhibit the growth of bacteria, yeast, and molds. Besides extraction with organic solvents and steam distillation which are generally used for production of plant extracts for the commercial purposes, supercritical fluid extraction (SFE) has received particular attention in the field of natural compounds isolation as well.

Carbon dioxide is the most used supercritical fluid due to its favorable critical parameters (31.1°C; 7.38 MPa), low cost and availability. An important advantage of extraction with supercritical carbon dioxide is possibility of processing under mild temperature conditions (40°C-60°C), thus avoiding thermal degradation of active compounds. Extracts from 8 plant species obtained by the SFE with carbon dioxide were tested for their antibacterial activity against chosen *Staphylococcus*, *Streptococcus* and *Enterococcus* strains. Extracts obtained from *Usnea barbata*, *Thymus vulgaris* and *Origanum vulgare* showed strong to considerable antibacterial activity. Mathematical modelling of chosen processes will be presented.

Keywords: supercritical fluid extraction, carbon dioxide, antibacterial activity.

References:

- [1] N.Babovic, S.Djilas, M.Jadranin, V.Vajs, J.Ivanovic, S.D.Petrovic, I.Zizovic, *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2010. V. 11, № 1. P. 98-107.

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНИКИ И ТЕХНОЛОГИИ
СО₂-ЭКСТРАГИРОВАНИЯ В СИСТЕМЕ
ТВЕРДОЕ ТЕЛО – ЖИДКОСТЬ**

**С.Ю. Плуха¹, Ю.И. Шишацкий¹, С.В. Лавров¹
Г.И. Касьянов², А.А. Запорожский², В.С. Коробицын²**

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, pluh_atp@mail.ru

²Государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, kasyanov@kubstu.ru

В докладе обсуждаются вопросы совершенствования техники и технологии СО₂-экстрагирования. Существующие в настоящее время оборудование и технология для получения экстрактов из растительного сырья с использованием жидкой углекислоты несовершенны.

Технология получения биологически активных экстрактов предполагает уникальную экологичность процесса, поскольку СО₂ как растворитель исключает загрязнение получаемого экстракта, не содержит остатков органического растворителя. При достаточно низкой температуре процесса (не более 80 °С) обеспечивается полнота хранения биологически активных компонентов, а также микробиологическая чистота готовой продукции при повышенном давлении.

Разработано много лабораторных установок и аппаратов промышленного масштаба. Усовершенствованные установки СО₂-экстрагирования в основном периодического действия. Они имеют ряд недостатков: установка оптимального режима работы аппарата невозможна без автоматизированного ведения всего процесса в целом, позволяющего повысить эффективность экстрагирования, снизить энергозатраты, а также выбрать более «щадящие» режимные параметры. Нами разработаны конструкции новых экстракторов непрерывного действия. Проведенные промышленные испытания подтвердили их работоспособность.

**АДМИЦЕЛЛЫ БРОМИДА ЦЕТИЛТРИМЕТИЛАММОНИЯ
НА НАНОЧАСТИЦАХ СЕРЕБРА ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ
ИЗ РАЗБАВЛЕННЫХ РАСТВОРОВ**

Г.И. Романовская, С.Ю. Васильева, А.Ю. Оленин

Институт геохимии и аналитической химии РАН,
Москва, Россия, gromanovskaya@yandex. ru

Предложен способ получения адмицелл бромиды цетилтри-метиламмония на модифицированных наночастицах серебра (НС) с удельной поверхностью $270 \text{ м}^2/\text{г}$ в водных и органических средах. Изучены их оптические и сорбционные свойства в отсутствие и в присутствии полициклических ароматических углеводородов (ПАУ): пирен, нафталин, фенантрен, антрацен, хризен, 3,4-бензпирен в гексановых и водных растворах.

Впервые в системах ПАУ – модифицированные НС обнаружены процессы молекулярной ассоциации ПАУ (при концентрациях НС менее $0,4 \text{ мМ}$) и перенос энергии электронного возбуждения ПАУ на НС (при концентрациях НС выше $0,4 \text{ мМ}$). Способность исследуемых НС концентрировать ПАУ подтверждает флуоресценция молекулярных ассоциатов ПАУ. Появление сенсibilизированной флуоресценции НС доказывает, что модифицированные НС являются акцепторами электронной энергии возбуждения молекул ПАУ. Установлено, что интенсивность сенсibilизированной флуоресценции модифицированных НС зависит от размеров наночастиц и их формы. Максимальная интенсивность флуоресценции наблюдается в водных растворах сферических НС с размерами 4 нм . Установлено, что появление сенсibilизированной флуоресценции НС при сорбции на них молекул ПАУ носит общий характер, ее интенсивность зависит от концентрации ПАУ.

Исследованы сорбционные характеристики модифицированных НС. Получены изотермы сорбции, изучена их зависимость от природы ПАУ. Установлено, что степень извлечения ПАУ из разбавленных водных растворов достигает $96\text{--}99 \%$.

2-C25.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ
АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ
МАТЕРИАЛАМИ С ИММОБИЛИЗОВАННЫМИ АНТИТЕЛАМИ**

**Т.Ю. Русанова, Н.А. Левина, Н.А. Юрасов,
И.Ю. Горячева**

Государственный университет, Саратов, Россия,
tatyana@mail.ru

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) относятся к наиболее распространенным и приоритетным загрязнителям окружающей среды. Чаще всего ПАУ определяют хроматографически с предварительным концентрированием методом твердофазной экстракции. В последние годы большое распространение приобрел метод иммуноаффинного концентрирования, объединяющий принципы твердофазной экстракции и иммунохимического взаимодействия антиген–антитело.

Цель работы – получение золь-гель материалов на основе тетраметоксисилана (ТМОС), содержащих специфичные антитела к ПАУ, а также оценка возможности их использования в качестве сорбентов в иммуноаффинных колонках для выделения и концентрирования пирена и бенз[а]пирена из водных растворов с последующим хроматографическим определением. Изучены сорбционные свойства полученного золь-гель материала с иммобилизованными антителами. Показано, что фактор концентрирования пирена из раствора объемом 250 см³ и с концентрацией 0,5 нг/см³ достигает 100 при степени извлечения 96 %. Колонки позволяют проводить многократное иммуноаффинное концентрирование. Изучена селективность иммуноаффинных сорбентов с поликлональными антителами, специфичными к пирену, и моноклональными антителами, специфичными к бенз[а]пирену, по отношению к другим представителям ПАУ.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 10-03-91168-ГФЕН_а.

**ТВЕРДОФАЗНОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ РЗЭ ИЗ СЕРНОКИСЛЫХ
РАСТВОРОВ МАКРОПОРИСТЫМИ АНИОНИТАМИ,
ИМПРЕГНИРОВАННЫМИ ФОСФОРСОДЕРЖАЩИМИ
ЭКСТРАГЕНТАМИ**

В.Н. Рычков, Е.В. Кириллов

Уральский государственный технический университет,
Екатеринбург, Россия, ryuch@dtu.ustu.ru

Восстановление производства редкоземельных элементов (РЗЭ) в России связано с разработкой новых способов их извлечения в черной, цветной и редкометаллургической промышленности, а также вовлечения в переработку нетрадиционного сырья, характеризующегося, как правило, сложным химическим составом.

Метод твердофазной экстракции для извлечения РЗЭ представляется наиболее целесообразным на стадии первичного концентрирования.

Последние 20 лет все большее промышленное применение находят твердые экстрагенты (ТВЭКС), как системы, максимально сочетающие все достоинства сорбции и экстракции. Одним из перспективных методов синтеза селективных ТВЭКС является модификация существующих универсальных макропористых ионитов путем введения в их состав комплексобразующих групп.

В докладе обсуждаются закономерности сорбции РЗЭ из сернокислых растворов на универсальных макропористых анионитах, импрегнированных фосфорорганическими экстрагентами и широко применяемых в цветной металлургии, металлургии урана, водоподготовке и катализе.

Показано синергетическое влияние функциональных групп анионитов, пропитанных фосфорорганическими экстрагентами, на экстракцию РЗЭ. Определены условия процесса и характеристики импрегнированных анионитов для селективной экстракции РЗЭ из высокоминерализованных сернокислых растворов.

МИКРОФЛОТОЭКСТРАКЦИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТОНКО-ЭМУЛЬГИРОВАННЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

**В.Ф. Сазонова, О.В. Перлова, М.А. Кожемяк,
В.В. Менчук**

Национальный университет им. И.И. Мечникова,
Одесса, Украина, v.sazonova@onu.edu.ua

Микрофлотоэкстракция – метод извлечения растворенных веществ, основанный на экстракции компонентов растворов тонкоэмульгированным органическим растворителем и последующем выделении растворителя флотацией.

В докладе обсуждаются общие закономерности микрофлотоэкстракционного выделения лантана, тория и урана из разбавленных водных растворов их солей с применением тонкоэмульгированных жирных кислот (лантан), ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (торий), растворов жирных кислот в бензоле (лантан, торий) и триалкиламина в уайт-спирите (уран).

Экспериментально установлено, что применение перечисленных органических растворителей в виде их тонкоэмульгированных растворов в уайт-спирите и бензоле значительно повышает эффективность извлечения аналитов за счет сокращения продолжительности микрофлотоэкстракции и снижения расхода растворителя.

Изучен механизм микрофлотоэкстракции урана из нитратных, сульфатных и карбонатных растворов, учитывающий реакции комплексообразования и гидролиза ионов уранила. Установлено, что значительное увеличение коэффициентов распределения аналитов при микрофлотоэкстракции по сравнению с традиционной экстракцией связано с адсорбцией экстрагируемых соединений на высокодисперсных каплях органических растворителей. Скорость микрофлотоэкстракции изучена с позиций формальной кинетики и теории ДЛФО.

**МИЦЕЛЛЯРНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ АНИОННЫМИ ПАВ
В ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОМ РАЗДЕЛЕНИИ
И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ α -АМИНОКИСЛОТ**

**Е.И. Селифонова, И.В. Косырева, М.В. Пысина,
Р.К. Чернова**

Государственный университет, Саратов, Россия,
chernov-ia@yandex. ru

Исследовано влияние мицеллярных растворов ионных и неионных ПАВ как гидрофобизаторов буферных электролитов (кислые среды) и целлюлозной поддерживающей среды при разделении α -аминокислот методом зонального электрофореза.

Установлено, что мицеллярная экстракция имеет место в области критической концентрации мицеллообразования (ККМ для додецилсульфата натрия составляет 8 мМ) и выше псевдо-фазами анионных ПАВ в буферных цитратно-фосфатных и уксуснокислых электролитах для таких аминокислот, как аргинин, лейцин, изолейцин, триптофан, фенилаланин, гистидин, тирозин, лизин (1 группа).

Указанный факт свидетельствует об электростатических взаимодействиях в системах аминокислота – аПАВ. Электростатический фактор – необходимое, но недостаточное условие для понимания механизма процессов, т.к. большая группа аминокислот (пролин, аспарагиновая и глутаминовая кислоты, глицин, цистеин, серин, аланин, треонин и валин, 2 группа) способна также участвовать в электростатическом взаимодействии с аПАВ, но не экстрагируется отрицательно заряженными мицеллами. Различия в поведении аминокислот в присутствии мицелл аПАВ связаны со спецификой гидрофобных взаимодействий. Сопоставлен гидрофильно-липофильный баланс в ряду аминокислот, установлена зависимость экстрагирующей способности мицеллярных псевдофаз аПАВ от строения углеводородного радикала аминокислот. Показано значение мицеллярной экстракции при электрофоретическом разделении аминокислот.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ СЕСКВИТЕРПЕНОВЫХ
ЛАКТОНОВ ИЗ РАСТЕНИЯ ХВОЩА ПОЛЕВОГО
СЕМЕЙСТВА EQUISETACEAE**

И.Н. Скупова, О.А. Аймаков, Д.К. Сейткалиева

Государственный университет им. Ш.Ш.Уалиханова,
Кокшетау, Казахстан, irinka0201@mail.ru; aimakov@rambler.ru
dinara-s_k@mail.ru

Цель исследования состоит в изучении биологического действия природных соединений – сесквитерпеновых лактонов. Эти вещества обладают широким спектром биологической активности, в том числе антибактериальной, фунгицидной, антифидантной, рострегулирующей.

Известные методики извлечения сесквитерпеновых лактонов весьма разнообразны, что обусловлено различием их физических и химических свойств, а также разнообразием растительного материала, из которых их извлекают. Разработка новых методик связана с выбором наиболее эффективных растворителей (экстрагентов) и оптимизацией условий экстракции из растительного сырья.

На основании проведенных исследований нами разработана методика количественного определения суммарного содержания сесквитерпеновых лактонов, обуславливающих специфическую активность сырья. Оптимизированы условия извлечения сесквитерпеновых лактонов из хвоща полевого семейства *Equisetaceae*: температура, продолжительность и кратность экстракции, количество экстрагента. Обоснован выбор оптимального растворителя для экстракционного извлечения сесквитерпеновых лактонов.

Установлено биологическое действие хвоща полевого. Оно состоит в выраженном укрепляющем действии соединительной ткани, а также в мочегонном, кровоостанавливающем и детоксицирующем (особенно в отношении свинца и других тяжелых металлов) эффектах.

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ РЕЖИМОВ МАССОПЕРЕНОСА
В УСЛОВИЯХ САМОПРОИЗВОЛЬНОЙ МЕЖФАЗНОЙ
КОНВЕКЦИИ ПРИ ЭКСТРАКЦИИ С ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИЕЙ**

Л.А. Стенин, С.А. Ермаков, А.А. Ермаков

Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия,
leonidd123@e1.ru, anatolerm@yandex.ru

В процессах экстракции при массопередаче компонента из одной жидкости в другую может наблюдаться явление, которое называется самопроизвольной межфазной конвекцией (СМК). При массопереносе в системе жидкость-жидкость СМК сопровождается увеличением скорости массопередачи.

При обработке экспериментальных данных о зависимости концентрации вещества в отдающей фазе от продолжительности экстракции применяли аппроксимацию уравнением двухэкспоненциальной кривой с использованием метода Монте-Карло, более точного, чем метод нелинейного регрессионного анализа, примененного ранее.

Результаты аппроксимации позволили предположить, что процесс массопередачи с химической реакцией можно представить, как сумму двух процессов, протекающих одновременно. Возможно, это массоперенос в «диффузионном» режиме (диффузионно-конвективный механизм) и массоперенос в режиме СМК. Идентификация режимов массопереноса проведена на примере массопередачи масляной кислоты с концентрацией 1 кмоль/м³ из бензола в водный раствор гидроксида натрия с концентрацией 2 кмоль/м³.

Установлено, что при увеличении интенсивности перемешивания (от 70 до 154 оборотов/мин) количество вещества, переносимого в диффузионном режиме, увеличивается с $8,15 \cdot 10^{-6}$ до $2,03 \cdot 10^{-5}$ кмоль/(м²·с). Количество вещества, переносимого в режиме СМК, увеличивается до определенного значения модифицированного критерия Рейнольдса (соответствующего 105 об./мин) и выше этого значения остается постоянным, равным $1,43 \cdot 10^{-4}$ кмоль/(м²·с).

ЭКСТРАКЦИЯ ГИСТИДИНА И МЕТИОНИНА ЦИКЛИЧЕСКИМИ ПОЛИ-N-ВИНИЛАМИДАМИ РАЗНОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ

Г.В.Шаталов¹, Д.В.Быковский¹, Н.Я.Мокшина²

¹Государственный университет, Воронеж, Россия

²Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия, moksнад@mail.ru

Гистидин и метионин относятся к незаменимым аминокислотам, которые широко применяются в медицинской практике и сельском хозяйстве. Цель исследования – разработка способов эффективного извлечения этих аминокислот из водных сред с целью последующего экспрессного определения.

Установлены общие закономерности межфазного распределения гистидина и метионина в системах на основе синтезированных нами полимеров поли-N-виниламидного ряда с разной молекулярной массой. Оптимизированы условия эффективного извлечения аминокислот из водных сред (высаливатель, pH водного раствора, соотношение объемов фаз, концентрации полимера и аминокислот). Концентрацию гистидина и метионина в водной фазе после экстракции устанавливали спектрофотометрически по собственному светопоглощению в УФ-области спектра.

Рассчитаны коэффициенты распределения и степень извлечения гистидина и метионина в системах водно-солевой раствор – раствор полимера (поли-N-винилпирролидон, поли-N-винилкапролактан). В качестве высаливателей применены сульфаты и сульфиты натрия и аммония. Изучено влияние на межфазное распределение аминокислот молекулярной массы полимера, в зависимости от которой аминокислоты после экстракции содержатся в разных фазах, а также от концентрации высаливателя.

Установлены билогарифмические зависимости коэффициентов распределения аминокислот от молекулярной массы полимеров, на основании которых возможно прогнозирование экстракционных характеристик гистидина и метионина.

**МИКРОКАПСУЛИРОВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛИГАНДОВ.
СИНТЕЗ, СТРУКТУРА, ПРИМЕНЕНИЕ**

А.Г. Широкова, Л.А. Пасечник, С.П. Яценко

Институт химии твердого тела Уральского отделения РАН,
Екатеринбург, Россия, pasechnik@ihim.uran.ru

Микрокапсулирование является уникальной методикой, позволяющей включать активные реагенты в поры полимерной матрицы, где они удерживаются силами физического взаимодействия. В микрокапсулах можно хранить и транспортировать вещества в жидком, твердом и даже газообразном состоянии в зависимости от цели применения. Микрокапсулы предотвращают разложение инкапсулированных веществ под воздействием факторов окружающей среды, позволяют контролировать их выделение, а также вкус и запах лекарственных веществ.

В ИХТТ УрО РАН с целью получения нового экстракционного материала синтезированы микрокапсулы (МК), содержащие макроциклы и фосфорорганические соединения, являющиеся эффективными экстрагентами, а также их смеси. Для инкапсулирования органических лигандов применена суспензионная полимеризация стирола и дивинилбензола в присутствии динитрила азодиизомасляной кислоты. Полученные при экстракции МК комплексы исследовали методами ИК-спектроскопии и сканирующей электронной микроскопии. Обнаружены особенности поведения органических лигандов при их инкапсулировании.

Получены СЭМ-фотографии скола гранул МК при 2000-кратном увеличении, экспонирующие структуру МК. С помощью энергодисперсионного рентгеновского анализатора изучено распределение лигандов внутри МК, имеющие преимущества перед жидкими экстрагентами. Синтезированные микрокапсулированные материалы предлагаются для «зеленой» экстракции РЗЭ в цветной металлургии и комплексной переработке сырья, при утилизации техногенных месторождений.

**ЭКСТРАКЦИОННАЯ СИСТЕМА НА ОСНОВЕ
НЕИОНОГЕННОГО ПАВ И КАРБОНАТА НАТРИЯ**

Н.И. Ястребова¹, А.Ю. Горбунов²

¹Государственный аграрный университет,
Саратов, Россия, Yastrebovani@mail.ru

²Технологический институт – филиал Саратовского технического
университета, Энгельс, Россия, gorbunov-a@inbox.ru

Экстракция микрокомпонентов фазой неионогенных ПАВ, формирующейся при нагревании и расслоении водных растворов, рассматривается как разновидность традиционной жидкостной экстракции. Необходимость нагревания растворов является ограничением метода. Для снижения температуры помутнения в систему предлагается вводить различные вещества: электролиты, карбамид, фенол и другие.

Изучено влияние добавок карбоната натрия на температуру помутнения водных растворов ПАВ ОП-10, найдены условия фазового разделения в системе ОП-10 – карбонат натрия – вода. Установлено, что температура фазового разделения снижается при увеличении концентрации карбоната натрия, достигая при некоторых условиях комнатной температуры.

Определены концентрационные и температурные интервалы фазового разделения в тройных системах. При концентрации Na_2CO_3 10 г/дм³ фазовое разделение не происходит. При концентрации Na_2CO_3 50 г/дм³ необходима концентрация ОП-10 в интервале 150 – 300 г/дм³ и температура 60 – 90°C.

При концентрации Na_2CO_3 100 г/дм³ система разделяется на три фазы: 1) концентрация ОП-10 – 50 – 300 г/дм³, температура 20 – 50 °С; 2) концентрация ОП-10 – 10 – 300 г/дм³, температура 50 – 70 °С; 3) концентрация ОП-10 1 – 300 г/дм³, температура 70 – 90 °С.

Установлены коэффициенты распределения анионных ПАВ в исследуемой системе.

СЕКЦИЯ 3

**ЭКСТРАКЦИОННАЯ
ХРОМАТОГРАФИЯ,
ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ.
ЭКСТРАКЦИЯ В СИСТЕМАХ
С ГАЗОВОЙ ФАЗОЙ**

**НОВЫЙ ВАРИАНТ МЕТОДА ТВЕРДОФАЗНОЙ
МИКРОЭКСТРАКЦИИ**

С.М. Волков¹, С.М. Лещев², А.Н. Черновец¹

¹НПО «Люкэп», Минск, Беларусь,
lexchernovez@gmail.com

²Государственный университет, Минск, Беларусь

Твердофазная микроэкстракция (SPME) предполагает сорбцию аналита на слой сорбента, нанесенный на поверхность тонкого кварцевого волокна с последующей десорбцией в испарителе хроматографа. Благодаря отсутствию органических растворителей и экспрессности, этот метод в течение последнего десятилетия получил широкое распространение в аналитической практике.

В докладе обсуждается новый вариант метода твердофазной микроэкстракции. Вместо сорбционного волокна используется стеклянный капилляр с внутренней поверхностью, покрытой тонким слоем сорбента (Tenax®TA). При отборе пробы этот капилляр размещается над поверхностью жидкости в закрытом сосуде, где происходит диффузионное концентрирование равновесной газовой фазы.

Возможности нового варианта метода твердофазной экстракции иллюстрируются на примере определения субмикrogramмовых количеств легких ароматических углеводов в водных матрицах.

Минимально определяемые концентрации (LOD) по предложенному варианту твердофазной экстракции составляют: бензол 0,038 мкг/дм³, толуол 0,017 мкг/дм³, этилбензол 0,014 мкг/дм³, ксилолы 0,012 мкг/дм³ при использовании пламенно-ионизационного детектора. Градуировочная зависимость линейна в диапазоне концентраций 0,01 – 10 мкг/дм³, $r^2 = 0.95 \div 0.98$.

Установлено влияние объема пробы, продолжительности сорбции, температуры воды, концентрации соли (Na₂SO₄), применяемой для высаливания, и интенсивности перемешивания на пределы обнаружения аналитов.

3-У2.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАЗДЕЛЕНИЯ
МОНОКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ В ПУЛЬСАЦИОННО-
ЦИКЛИЧЕСКОМ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ УСТРОЙСТВЕ**

**А.А. Вошкин, Ю.А. Заходяева, А.Е. Костянян,
В.В. Белова, А.И. Холькин**

Институт общей и неорганической химии
им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия, aav@igic.ras.ru

Монокарбоновые кислоты с невысокими концентрациями образуются как побочный продукт в ряде производственных процессов (в пищевой, текстильной, фармацевтической, тонкой химической и нефтехимической промышленности), поэтому их выделение и разделение является важной технологической задачей.

В докладе представлены результаты исследования разделения монокарбоновых кислот новым методом жидкостной хроматографии со свободной неподвижной фазой. Эксперименты проводились в хроматографическом аппарате, представляющем собой каскад соединенных в форме спирали колонок, состоящих из расположенных друг над другом ячеек. Ячейки в колонках разделены перфорированными перегородками. С применением дозирующего устройства осуществлялась дискретная подача в аппарат подвижной фазы, продвижение ее через колонки в виде отдельных порций и вывод их из аппарата. При этом достигался интенсивный пульсационно-циклический режим контактирования фаз в секциях колонок.

Проведенные исследования показали перспективность применения пульсационно-циклического метода жидкостной хроматографии в препаративных целях, а также для очистки и разделения органических продуктов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта по Программе Президиума РАН № 20 «Создание и совершенствование методов химического анализа и исследования структуры веществ и материалов», проект: «Пульсационно-циклическая жидкость-жидкостная хроматография».

3-УЗ.

**ПРИМЕНЕНИЕ СОВРЕМЕННЫХ ТВЕРДОФАЗНЫХ
ЭКСТРАГЕНТОВ НА ОСНОВЕ ДИАМИЛАМИЛФОСФОНАТА
И ОКТИЛНОНИЛМЕТИЛФОСФОНАТА ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ
УРАНА И ПРИМЕСЕЙ**

**В.М. Голик, С.В. Голик, С.Л. Иванов,
А.В. Просвирякова, С.А. Трепачев**

ОАО «Уральский электрохимический комбинат»,
Центральная заводская лаборатория,
Новоуральск, Россия, czl@ueip.ru

В Центральной заводской лаборатории ОАО «Уральский электрохимический комбинат» проведены работы по применению современных твердофазных экстрагентов, содержащих диамиламилфосфонат и октилнонилметилфосфонат, для разделения урана и содержащихся в нем примесей из растворов, полученных при гидролизе гексафторида урана и растворении закиси–оксида урана.

В докладе обсуждается высокая эффективность изученных нами твердо-фазных экстрагентов, в том числе в отношении растворов с высоким содержанием фтористоводородной кислоты. Химический выход для большинства анализов находится на уровне 92–99 %. При этом уран практически полностью удерживается в колонке (степень извлечения достигает 99,99 %).

На основании проведенных исследований разработана экспрессная методика масс-спектрометрического с индуктивно связанной плазмой определения количественного содержания 30 компонентов в гексафторуране и закиси–оксида урана.

Пределы обнаружения, получаемые по предлагаемой методике, достаточны для оценки содержания примесей в гексафториде урана в соответствии с наиболее жесткими требованиями спецификаций ASTM на природный и обогащенный уран.

3-У4.

**ОРГАНОМИНЕРАЛЬНЫЕ КОМПОЗИТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ
ДЛЯ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
И РАЗДЕЛЕНИЯ**

В.Н. Зайцев

Национальный университет им. Т.Г. Шевченко,
Киев, Украина, zaitsev@univ.kiev.ua

Перспективным классом адсорбентов для селективного концентрирования микроколичеств металлов являются гибридные органоминеральные композитные материалы на основе химически модифицированных кремнеземов с иммобилизованными на их поверхности комплексообразующими группами (КХМК). Применение таких композитных материалов в анализе обеспечивает высокие коэффициенты концентрирования ($n10^3$), селективность извлечения и обратимость сорбционно-десорбционных процессов.

Широкое применение КХМК в аналитической практике сдерживается их недостаточной изученностью, немногочисленными сведениями о химико-аналитических свойствах и эффективности их применения для концентрирования микроколичеств аналитов из сложных природных объектов.

В докладе систематизирован накопленный нами опыт применении различных классов КХМК на примере адсорбентов с иммобилизованными на кремнеземе производными полиаминов, гетероциклических оснований, комплексонов (включая фосфорорганические); гидроксамовой кислоты и тиона в отношении ионов Zn, Cd, Hg (II), Pb; Cu, Ni; Fe (III) и Fe (II). На примере применения КХМК для анализа минеральной (в том числе высокоминерализованной) бюветной и водопроводной воды, определения содержания ионов Cd и Pb в биожидкостях установлены параметры, которые необходимо учитывать при оптимизации выбора адсорбентов.

Приводятся результаты применения КХМК для селективного концентрирования органических соединений.

3-У5.

**ВЭЖХ - ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ВОДЕ
С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ
МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ**

М.А. Запевалов¹, Л.Н. Артеменко², Е.Г. Иванова²

¹НПО «Тайфун», Обнинск, Россия, zapecvalow@mail.ru

²Центр по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды,
Хабаровск, Россия, cms@dvugms.khv.ru

Фенолы относятся к лабильным органическим соединениям естественного и антропогенного происхождения, широко распространенным в поверхностных водах. Особую опасность для окружающей среды представляет группа хлорированных фенолов, которые могут образовываться в ряде технологических процессов, в том числе при хлорировании воды.

Нами разработана и аттестована методика выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации фенола и его производных: *n*- и *m*-крезолов, 4-хлорфенола, 4-этилфенола, 2-хлорфенола, 2,4-дихлорфенола, 2,6-дихлорфенола, 2,4,6-трихлорфенола, 2,4,5-трихлорфенола, пентахлорфенола в пробах воды в диапазоне концентраций 0,00005–0,01 мг/дм³ методом ВЭЖХ.

Методика предусматривает извлечение фенолов из пробы воды концентрирующим патроном ДИАПАК П, элюирование растворителем, концентрирование элюата упариванием и анализ методом ВЭЖХ. Условия хроматографирования: колонка Диасфер-110-С10СН или Диасорб-130-С10СН; градиентное элюирование смесью ацетонитрила с водой, рН = 2,5.

На выходе из колонки детектор регистрирует интенсивность сигнала при длинах волн 220, 230, 254 и 280 нм, что дает возможность идентифицировать фенолы по их спектральным характеристикам.

Методика прошла метрологическую аттестацию, суммарная погрешность МВИ в пределах 30–65%.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ДИБАЗОЛА В ВИДЕ ИОННОГО АССОЦИАТА С СУЛЬФОНАЗО**

Х.А. Мирзаева, У.Г. Бюрниева

Дагестанский государственный университет,
Махачкала, Россия, ulzana_g@mail.ru

Цель работы состоит в изучении условий экстракционного извлечения дибазола (ДБЗ) азокрасителем сульфоназо (СФН) и в практическом применении полученных данных в анализе лекарственных форм.

Дибазол с сульфоназо образует дисперсный осадок ионного ассоциата красного цвета в области рН 3–8 с максимальным извлечением при рН 4–5. Комплекс хорошо экстрагируется полярными растворителями, из которых наиболее эффективен бутиловый спирт. В отсутствие дибазола СФН экстрагируется лишь до рН 2. В присутствии дибазола область экстрагируемости расширяется до рН 7,5, выше которой экстракция не происходит.

Максимум светопоглощения экстрактов реагента и ионного ассоциата совпадают с максимумом светопоглощения водных растворов азокрасителя, что характеризует электростатические взаимодействия ДБЗ с СФЗ и образование ионных ассоциатов. Независимо от рН водной фазы ионный ассоциат максимально поглощает при 540 нм. Равновесие в экстракционной системе достигается в течение 1–1,5 мин. Рассчитаны коэффициент распределения ($23,8 \pm 0,3$) и степень извлечения (96–98 %).

Предложен СФН как новый реагент для экстракционно-фотометрического определения ДБЗ в лекарственных формах. При однократной экстракции достигается практически полное извлечение ДБЗ, при этом реагент не экстрагируется. Высокое значение молярного коэффициента светопоглощения растворов СФН позволяет определять малые количества алкалоида. Экстракты интенсивно окрашены, устойчивы во времени и подчиняются закону светопоглощения при концентрациях в пределах $0,8 - 3,2 \cdot 10^{-4}$ М ДБЗ.

**СЕЛЕКТИВНАЯ СОРБЦИЯ БЕЛКОВ
НА МОДИФИЦИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТАХ**

Л.Г. Пьянова¹, В.И. Вершинин², А.В. Веселовская¹

¹Институт проблем переработки углеводов СО РАН

²Государственный университет, Омск, Россия,

vyvershinin@yandex.ru

Сорбционные процессы используют для поглощения и выведения из организма токсичных органических соединений и чужеродных белков. Выпускаются гемо- и энтеросорбенты на основе дисперсного углерода. Ранее Л.Г.Пьянова и В.А. Лихолобова установили, что поликонденсация аминокaproновой кислоты на поверхности сорбента и последующая термообработка меняют набор функциональных групп и распределение пор по размерам.

Нами изучена селективность сорбции белков низкой (окситоцин), средней (сывороточный альбумин) и высокой (иммуноглобулин) молярной массы на модифицированных сорбентах. Белки сорбировали порознь в статических условиях из нейтральных водных растворов при 20 °С. Концентрацию непоглощенных белков определяли спектрофотометрически. Построенные в области 0,5 – 5 мг/см³ изотермы для исходного сорбента соответствуют модели Лэнгмюра. Исходные сорбенты практически не сорбируют иммуноглобулин, хорошо сорбируют альбумин (до 50 мг/г) и особенно окситоцин (до 700 мг/г). Модификация поверхности сорбента приводит к снижению (в 20-30 раз) предельной адсорбции окситоцина, что связано с исчезновением микропор. Одновременно в 2-4 раза возрастает поглощение альбумина. Модификация приводит к поглощению альбумина по полислоному механизму. Иммуноглобулин не поглощается сорбентом и после модификации. Повышение селективности сорбции белков средней молярной массы при модификации поверхности сорбента установлено впервые. Это явление открывает перспективы метода твердофазной экстракции для извлечения белков из биологических жидкостей.

3-У8.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ

А.И. Ревельский

Государственный университет им.М.В. Ломоносова,
Москва, Россия, sorbent@yandex.ru

В капиллярной газовой хроматографии с целью снижения пределов обнаружения предложены различные способы выделения примесей органических соединений из больших проб органических растворов.

При использовании двух наиболее распространенных способов (large volume cold on column injection и PTV injection) возможно загрязнение узла концентрирования аналитов (инжектора или предколоники) нелетучими органическими соединениями. Это может привести к ухудшению хроматографических характеристик, потере следовых количеств аналитов или к искажению состава их смеси.

Нами разработан экстракционный способ концентрирования следовых количеств органических соединений из органических растворов (экстрактов). Способ основан на формировании потока парогазовой смеси из потоков органического раствора аналитов и инертного газа, сорбции аналитов из этой смеси с удалением паров растворителя вне аналитической системы.

При разработке способа использовали более 200 модельных соединений, отличающихся по полярности и летучести. Количество аналитов в пробе составляло 10^{-14} – 10^{-9} г.

С применением предложенного способа разработаны методики анализа, предназначенные для определения содержания аналитов различной полярности и летучести при концентрациях на уровне 10^{-12} - 10^{-8} % (в зависимости от решаемой задачи) и идентификации примесей в фармпрепаратах.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ КИСЛЫХ ГАЗОВ И ПАРОВ
НА ИММОБИЛИЗИРОВАННОМ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОМ
ОКСИДЕ АЛЮМИНИЯ**

**Ю.Е. Силина¹, Б.А. Спиридонов¹, Т.А. Кучменко²,
Я.И. Коренман²**

¹Государственный технический университет,
Воронеж, Россия, chemvstu@mail.ru

²Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Одним из современных направлений анализа является использование органических реагентов, иммобилизованных на твердых носителях, в качестве которых применяют ионообменники, кремнеземы, целлюлозу, пенополиуретаны. Однако приоритет сохраняется за упорядоченными массивами наноструктур, основанных на самоорганизации. Пример – мембраны анодированного оксида алюминия, представляющие гексагональную упаковку цилиндрических пор, расположенных перпендикулярно плоскости пленки.

Цель исследования – разработка тест-полосок для твердофазной экстракции кислотообразующих газов в воздухе на основе нанопористого оксида алюминия.

Для получения оксида алюминия применяли методику двухстадийного анодного окисления. Полученную матрицу модифицировали 24 ч эквимольной смесью водно-спиртовых растворов 4-(4-диметиламинофенилазо)бензолсульфоната и 3',3'-дибромтимолсульфофталеина с концентрацией 0,0100 г/см³.

Установлено, что синтезированные пленки (тест-полоски) проявляют видимое изменение окраски при переходе из нейтральной газовой фазы (золотистая) в кислотную (кирпично-красная), щелочную (голубая) и наоборот. Пленки характеризуются способностью регенерироваться, высокой износоустойчивостью, быстрым временем реакции. Предел обнаружения тест-полосок соответствует уровням ПДК_{р.з.} большинства приоритетных токсикантов, изменяющих содержание кислотообразующих газов в воздухе.

3-C1.

OIL REMOVAL FROM WATER BY SOLID PHASE EXTRACTION

**Gorica Aleksic¹, Vladana Rajakovic-Ognjanović²,
Nada Lončarević-Dešnjić³, Ljubinka Rajakovic⁴**

¹Institute of Transportation, Belgrade, Serbia
aleksicg@sicip-trg.com

²Faculty of Civil Engineering, University of Belgrade, Serbia

³Institute of Chemistry, Technology and Metallurgy, Belgrade, Serbia

⁴Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade,
Serbia, ljubinka@tmf.bg.ac.rs

The aim of this paper was to investigate the efficiency of different sorbent materials for solid phase extraction (SPE) of oil from wastewater. Two types of sorbents were investigated: organic (loose natural wool fibers (NWF) and recycled-wool based nonwoven material (RWNM)) and inorganic (sepiolite).

Sorption was carried out in continuous tubular contractor and batch tank. Wool-based sorbents showed higher sorption capacity (5.56 g/g for NWF and 5.48 g/g for RWNM) compared to sepiolite (0.19 g/g) in case of sorption in batch tank.

The results of SPE of oil from wastewater suggested that volume of oily wastewater strongly affected oil removal. The results indicated that the combination of extractive-gravimetric and FTIR spectrophotometric methods can be recommended for precise determination of oil concentration, being suitable as a controlling tool for oil detection.

Keywords: wastewater, oil, sorbents, wool, sepiolite.

References

- [1] G.He, G.Chen, *Separation and Purification Technology*. 2003. V. 31. P. 83-89.
- [2] L.Xia, S.Lu, G.Cao, *Sep.Sci. and Technology*. 2003. V. 38. P. 4079-4094.
- [3] V.Rajakovic, D. Skala, *Chem.Ind.* 2004. V. 58. P. 343-350.

3-С2.

НОВЫЕ ХЕЛАТНЫЕ СОРБЕНТЫ ДЛЯ СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВОДНЫХ СРЕД

Н.В. Баранова, Л.К. Неудачина, В.А. Старцев

Уральский государственный университет,
Екатеринбург, Россия, Ludmila.Neudachina@usu.ru

Современные атомно-абсорбционные спектрометры позволяют определять ультрамалые содержания различных элементов. Для устранения мешающего влияния элементов матрицы проводят предварительное разделение и концентрирование при помощи хелатообразующих сорбентов. Для группового извлечения ионов переходных металлов или селективного извлечения меди (II) из разбавленных водных растворов перспективны синтезированные нами три типа хелатообразующих сорбентов: карбоксиэтиламинополистирол (сорбент I) на основе линейного полистирола; карбоксиэтилполиаллиламин (сорбент II) на основе полиаллиламина и карбоксиэтиламинотетраметилполистирол (сорбент III) на основе сополимера стирола и дивинилбензола (2 % ДВБ).

Изучены равновесие и кинетика сорбционных процессов при совместном присутствии ионов переходных металлов в растворе. Установлено, что при pH 5,5–7,5 сорбенты I и II количественно извлекают медь (II), кобальт (II), никель (II) и цинк (II), сорбент III – медь (II). В области pH 4,0–5,0 сорбент I извлекает только медь (II). Разработаны условия количественной десорбции ионов переходных металлов. Показано, что они легко смываются с сорбентов I и III HCl с концентрацией 1 моль/дм³, с сорбента II – 2 моль/дм³. Таким образом, выделив сумму переходных металлов из раствора или проведя селективное извлечение меди (II), затем смыв их небольшим объемом HCl, можно атомно-абсорбционным методом определить их концентрацию.

НИР выполнена при поддержке Федерального агентства по образованию в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009 – 2013 годы (ГК № П278 от 23 июля 2009 г.).

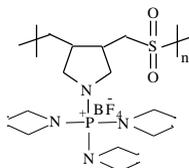
3-С3.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ НОВЫХ ПОЛИСУЛЬФОНОВ

Т.Д. Батуева, М.Н. Горбунова

Институт технической химии Уральского отделения РАН,
Пермь, Россия, mngorb@newmail.ru

С целью получения новых потенциальных сорбентов методом радикальной сополимеризации трис(диэтиламино)-диаллиламинофосфоний тетрафторбората с диоксидом серы синтезированы новые фосфорсодержащие полисульфоны и исследована их сорбционная активность.



Изучена зависимость сорбционной способности полисульфонов к ионам Cr (VI), Mo (VI), Re (VII) в зависимости от исходной кислотности раствора. Установлено, что данный полимер сорбирует хром (VI) при концентрации хлороводородной кислоты выше 0,7 моль/дм³ и до концентрации 2 моль/дм³. Рений (VII) количественно сорбируется сополимером при концентрации хлороводородной кислоты выше 4 моль/дм³ и при pH более 4,5.

Основным источником получения рения (VII) являются молибденитовые и медные концентраты и продукты их переработки. Вследствие низкого содержания рения (VI) в рудах и концентратах извлечение его производится одновременно с процессом переработки этих руд на основные элементы (молибден, медь). Установлена возможность разделения металлов при их совместном присутствии методом сорбции: при pH >7 наблюдается высокая сорбция рения (VII) (80 – 95 %) полисульфоном, при этом молибден (VI) остается в растворе.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (№ 09-03-00220).

3-С4.

**ИЗВЛЕЧЕНИЕ ВРЕДНОДЕЙСТВУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ
ИЗ ПРОМЫШЛЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД**

**Т.Н. Боковикова¹, Л.А. Марченко¹, О.В.Новоселецкая²,
А.А. Марченко¹**

¹Кубанский государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, artemej@mail.ru

²Кубанский государственный университет физической
культуры, спорта и туризма, Краснодар, Россия

Золь-гель методом синтезирован новый Mg - Al сорбент со структурой гидроталькита, изучена его сорбционная способность по отношению к вреднодействующим компонентам промышленных сточных вод. Максимальная полнота извлечения и эффективное концентрирование вреднодействующих веществ на Mg - Al сорбенте на порядок выше, чем на известных сорбентах. Разработана методика извлечения свободных цианидов из сточных вод гальваноцехов.

Исследована сорбционная способность сорбента на основе совместно осажденных гидроксидов алюминия и магния структурой гидроталькита. Экспериментально показано, что сорбционная емкость совместно-осажденных гидроксидов (СОГ) алюминия и магния при сорбции ионов $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ из растворов с концентрацией $1.0\text{--}10^{-1}$ моль/дм³ без поддержания рН на постоянном уровне равна 0.65 мг-экв $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ /г СОГ алюминия и магния. Сорбционная емкость СОГ, определенная в таких же условиях, но с поддержанием рН=9.0, достигает 16.20 мг-экв $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ /г сорбента. Установлено, что сорбент является селективным к Cr(VI) и $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, устойчив при работе в многоциклическом режиме.

Синтезированный сорбент прошел апробацию в производственных условиях и применен для извлечения и концентрирования вреднодействующих веществ из сточных вод предприятий Краснодарского края.

3-С5.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЛЕТУЧИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ОЦЕНКЕ
БЕЗОПАСНОСТИ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

М.О. Горбунова ¹, Е.М. Баян ¹, Е.С. Подкатилова ²

¹Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия

² Центр гигиены и эпидемиологии в Ростовской области,
Ростов-на-Дону, Россия, ek-bayan@yandex.ru

Высокая стоимость натуральных строительных материалов (СМ) явилась причиной бурного развития производства их синтетических заменителей. При этом не исключена возможность миграции исходных мономеров, в том числе летучих ароматических углеводородов (ЛАУ), с поверхности полимерных материалов в воздушную среду помещений, что делает ее небезопасной для обитания.

Традиционно в качестве экстрагента ЛАУ из воздушной среды используется ледяная уксусная кислота, которую непосредственно перед хроматографированием нейтрализуют щелочью. Определение проводят методом парофазного анализа. Эта методика достаточно трудоемка и связана с выполнением большого числа операций.

В последнее время широко применяется методика с использованием твердофазной экстракции ЛАУ сорбентом Tenax TA с последующей термодесорбцией и газохроматографическим определением.

Нами проведена оценка выделения бензола, толуола, ксилолов и этилбензола с поверхности СМ, применяемых для ремонта детских учреждений, двумя методиками. Результаты определения оценивали по градуировочным графикам и методом добавок. Установлено, что во всех анализируемых образцах содержание ЛАУ не превышает нормы безопасности. Следует отметить, что использование твердофазной экстракции позволило значительно повысить степень извлечения ЛАУ из воздушной среды и упростить пробоподготовку.

3-С6.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕАТИНИНА С ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ
СЕЛЕКТИВНОЙ ЭКСТРАКЦИЕЙ НА ПОЛИМЕРАХ
С МОЛЕКУЛЯРНЫМИ ОТПЕЧАТКАМИ**

**С.С. Деденева¹, А.Н. Козицина², Г.Л. Русинов³,
П.В. Плеханов³, В.Н. Чарушин³**

¹ Уральский государственный экономический университет,
Екатеринбург, Россия, baz@usue.ru

² Уральский федеральный государственный университет,
Екатеринбург, Россия, kozitsina@mail.ustu.ru

³ Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского
Уральского отделения РАН, Екатеринбург, Россия,
Rusinov@ios.uran.ru

Разработана амперометрическая методика определения креатинина в модельном растворе, имитирующем сыворотку крови, с предварительной твердофазной экстракцией в структуру полимера с молекулярными отпечатками креатинина (ПМО).

Предложен синтез ПМО креатинина на основе акриловой кислоты, сшитой дивинилбензолом с различным соотношением акриловая кислота:креатинин, равным 4:1 и 8:1 для ПМО-1 и ПМО-2 соответственно. Сорбцию креатинина проводили из 0,1 М раствора аналита в режиме твердофазной экстракции с последующим хроноамперометрическим определением креатинина по разработанной методике. Получено ($n = 5$, $P = 0,95$): $0,076 \pm 0,012$ М; $S_r = 21,2$ (для ПМО-1) и $0,082 \pm 0,012$ М; $S_r = 18,9$ (для ПМО-2).

Селективность сорбции креатинина в структуру ПМО-1 и ПМО-2 из модельного раствора, имитирующего сыворотку крови и содержащего 1 мМ креатинина, определяли по разработанной методике. Получено ($n = 5$; $P = 0,95$) при использовании ПМО-1: $1,45 \pm 0,28$ мМ; $S_r = 17,2$; или ПМО-2: $1,43 \pm 0,30$ мМ $S_r = 18,6$.

Таким образом, синтезированные образцы полимеров с молекулярными отпечатками креатинина могут быть применены для селективной экстракции креатинина из растворов.

3-С7.

**ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ
В НЕПОДВИЖНОЙ ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЕ**

Т.С. Корниенко, Л.П. Бондарева, Е.А. Загорулько

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, yezagorulko@yandex.ru

Изучена кинетика распределения одно- и двухзарядных катионов между твердой фазой ионообменника и водными растворами электролитов. Ионообменник представляет собой зернистый слой из сферических частиц, в каналах которого протекает с постоянной скоростью питающий раствор. Со временем весь слой приходит в равновесие с питающим раствором, ионообменник насыщается распределяемым компонентом.

Для описания кинетики распределения применено уравнение массообмена

$$\frac{\partial q}{\partial \theta} = \chi a F(c, q),$$

в котором χ – аналог коэффициента массопередачи; q – концентрация компонента в твердой фазе; a – площадь поверхности частиц в единице объема слоя; $F(c, q)$ – функция движущей силы процесса; $\partial \theta$ – продолжительность контакта слоя ионообменника с раствором.

Уравнение дополняется изотермой сорбции на границе зерно ионообменника – раствор и двумя уравнениями, учитывающими кинетику переноса распределяемого вещества к поверхности контакта фаз (коэффициент массоотдачи в растворе) и от поверхности в объем твердых частиц (коэффициент массоотдачи в твердой фазе), позволяющими вычислить χ . Для определения внешнедиффузионного сопротивления использована модель одномерного капиллярного течения в каналах зернистого слоя.

При оценке внутридиффузионного сопротивления учитывали коэффициент диффузии, размер частиц и их массу в единице объема слоя.

Получены экспериментальные выходные кривые распределения одно- и двухзарядных катионов, согласующиеся с вычисленными на основе предложенной модели.

3-С8.

ПРОТИВОТОЧНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

А.Е. Костянян, А.А. Вошкин

Институт общей и неорганической химии
им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия, kost@igic.ras.ru

В настоящее время стремительно развиваются методы жидкость-жидкостной хроматографии, в особенности для извлечения, разделения и очистки органических веществ. Широкое применение эти методы находят в химической, микробиологической и фармацевтической промышленности.

В новом методе жидкостной хроматографии, распределение компонентов исходной смеси происходит между противоточно-движущимися потоками двух жидких фаз в хроматографическом устройстве. Фазы в чередующейся последовательности прокачиваются в пульсационно-циклическом режиме в противоположных направлениях через ряд соединенных в форме спирали многоступенчатых колонок. Разделяемая смесь компонентов вводится в промежуточную колонку. Перемещаясь по ступеням в колонках и из колонки в колонку с отдельными порциями фаз, смесь компонентов многократно перераспределяется между потоками фаз, благодаря чему компоненты с различными коэффициентами распределения разделяются на фракции. Обогащенные фракции отдельных компонентов выводятся из концевых колонок с отдельными порциями фаз.

С использованием модельных систем проведены испытания лабораторных образцов аппаратов для реализации предложенного метода. Сконструированные аппараты отличаются простотой, надежностью и на порядок дешевле зарубежных аналогов. Показана возможность их применения для решения задач извлечения и разделения веществ.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта по Программе Президиума РАН № 20, проект: «Пульсационно-циклическая жидкость-жидкостная хроматография».

**ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИММОБИЛИЗОВАННЫХ
НА КАТИОНИТЕ КУ-2×8 КРАСИТЕЛЕЙ ОСНОВНОГО ТИПА
И ПРИМЕНЕНИЕ ИХ В АНАЛИЗЕ**

Е.Е. Костенко

Национальный университет пищевых технологий,
Киев, Украина, kee@nuft.edu.ua

Для определения оптимальных условий взаимодействия никотиновой, аскорбиновой, аминокaproновой и ацетилсалициловой кислот с иммобилизованным на катионообменнике КУ-2×8 бриллиантовым зеленым изучена зависимость сорбции кислот от pH раствора. Установлено, что 50 %-ное извлечение кислот достигается при $pH_{50} = 1,50$ ($D = 0,1 \cdot 10^4 \text{ см}^3/\text{г}$), максимальное (100 %-ное) – при pH 3,0 – 4,0 ($D = 1 \cdot 10^5 \text{ см}^3/\text{г}$).

Изученные кислоты не сорбируются на КУ; БЗ-КУ интенсивно извлекает кислоты. Изотермы сорбции условно можно отнести к L– типу, что подтверждает наличие химического взаимодействия их с модификатором. Установлено образование ионных ассоциатов с эквимольным соотношением компонентов. Показано, что более 60 % кислот извлекается при 20–30-минутном контакте фаз; количественное концентрирование возможно из объемов 50,0 – 300,0 см^3 ($m_c = 0,3 \text{ г}$).

Для прогнозирования селективности определения кислот рассчитаны константы равновесия реакций образования ионных ассоциатов. Аналогично изучены системы с иммобилизованными на КУ малахитовым зеленым, родамином С и 6 Ж.

В докладе приводятся полученные нами результаты, примененные для разработки методик определения кислот в различных образцах. Методики характеризуются низкими пределами определения, правильностью и воспроизводимостью получаемых результатов, не требуют дорогостоящей и сложной аппаратуры, специальной пробоподготовки. Методики легко-выполнимы и экологически безопасны.

**ЖИДКОСТНАЯ И ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ
В АНАЛИЗЕ ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ,
ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ, ПИТЬЕВЫХ И ПРИРОДНЫХ ВОД
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ**

Е.М. Кузнецова

Институт экогигиены и токсикологии им. Л.И.Медведя,
Украина, Киев, charmelena@bigmir.net

Экстракция широко применяется для определения остаточных количеств пестицидов в различных матрицах. При этом должно обеспечиваться количественное и по возможности селективное извлечение определяемых веществ, т.е. достигаться максимальная степень извлечения определяемых компонентов на фоне как можно меньшего извлечения мешающих веществ. Экстракция является также важной стадией при очистке экстрактов от мешающих компонентов.

Для извлечения пестицидов из проб продовольственного сырья и пищевых продуктов наиболее часто применяется жидкостная экстракция с использованием как индивидуальных органических растворителей, так и их смесей. Для извлечения пестицидов из проб почвы экстракцию проводят в аппарате Сокслета.

В настоящее время для извлечения пестицидов из водных сред применяется, главным образом, твердофазная экстракция с использованием стеклянных колонок или картриджей, заполненных различными сорбентами в зависимости от химической природы экстрагируемых веществ. Твердофазная экстракция – основной «инструмент» и на стадии очистки экстрактов от мешающих веществ.

В докладе обсуждаются разработанные нами методики определения остаточных количеств пестицидов (триазолы, ацетанилиды, сульфопенилмочевины, производные арилокси-феноксипропионовой и фосфоновой кислот) в продовольственном сырье, пищевых продуктах и воде.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ АНИОННОГО ПАВ
СИНТЕТИЧЕСКИМИ ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТАМИ**

О.В. Куренкова, Г.В. Славинская

Государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, Воронеж, kovov84@mail.ru

При твердофазном концентрировании органических соединений из водных растворов большое значение имеют кинетические свойства сорбента. Исследована сорбционная активность в отношении анионного ПАВ (некаля) анионитов, синтезированных на разной основе. Проблема заключается в правильном выборе ионита, условий его применения и регенерации, что и является целью данного исследования.

Кинетику сорбции изучали в статических условиях методом ограниченного объема. Установлено, что аниониты, независимо от типа матрицы, влагосодержания и обменной емкости, поглощают некаль, но в сильно различающихся количествах. Наибольшей сорбционной емкостью в отношении некаля отличаются низкоосновные аниониты полимеризационного типа. Скорость адсорбции возрастает при повышении температуры, увеличении степени дисперсности гранул анионита, переводе низкоосновных анионитов в С1- форму. Увеличение ионной силы раствора некаля при добавлении электролита усиливает адсорбцию. Сорбционная способность анионитов снижается в сильноокислой и сильнощелочной средах. Энергия активации диффузии минимальна (14 кДж/моль) при адсорбции некаля анионитом Wofatit AD-41-С1 с третичными аминогруппами. Показано, что имеет место ионный обмен и физическая адсорбция некаля за счет дисперсионных взаимодействий. Установлена возможность десорбции некаля из анионита растворами щелочей без использования растворителя.

При таких условиях десорбции эффективность поглощения анионного ПАВ из 300 объемов раствора (в объемах загрузки анионита) составляет 83 %.

**ОЧИСТКА И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ АНТОЦИАНОВЫХ
ПИГМЕНТОВ МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ**

Т.С. Лозовская, В.М. Болотов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, t-lozovskaya@yandex.ru

Разработан способ очистки и концентрирования антоциановых пигментов с применением твердофазной экстракции. В качестве адсорбента применен неионогенный макропористый полимер Стиросорб-МХДЭ-100, он хорошо поглощает полифенольные соединения, обладает высокими кинетическими характеристиками и легко регенерируется. Изучена адсорбция антоциановых пигментов из водного и водно-этанольных растворов.

Наиболее эффективное поглощение антоциановых пигментов происходит из водного раствора. В условиях обращенно-фазовой хроматографии элюирующая сила воды характеризуется значением 0, т.е. энергия адсорбции минимальна. Поэтому молекулы антоцианов легко вытесняют молекулы воды с поверхностного слоя адсорбента. В зависимости от равновесной формы пигментов их сорбционная активность на сверхсшитом неионогенном сорбенте различна. Следовательно, сорбент представляет собой не инертную неполярную фазу. Максимальная адсорбция антоцианов происходит из водных растворов с низкой концентрацией пигментов.

При экстракции пигментов наиболее эффективен 96 %-ный этанол, элюирующая сила которого составляет 3,9. Молекулы этанола вытесняют поглощенные пигменты в результате сильного взаимодействия не только с поверхностью сорбента, но и с молекулами антоцианов. При этом достигается концентрирование в 10–50 раз при степени извлечения 70–80 % на фоне снижения содержания примесных компонентов.

Применение твердофазной экстракции при концентрировании и очистке антоциановых красителей расширяет сырьевую базу и позволяют рационально использовать природное сырье.

3-С13.

**ФОТОСЕНСИБИЛИЗИРУЮЩЕЕ ДЕЙСТВИЕ
АДСОРБИРОВАННОГО НА СИЛИКАГЕЛЕ МЕТИЛЕНОВОГО
ГОЛУБОГО ПО ОТНОШЕНИЮ К ЛАКТАТДЕГИДРОГЕНАЗЕ**

Ю.А. Лысенко, М.А. Наквасина, В.Г. Артюхов

Государственный университет, Воронеж, Россия,
bf349@bio.vsu.ru

Тиазиновый краситель метиленовый голубой (МГ) применяется для фотосенсибилизированного окисления органических субстратов. Механизм процесса сложен и предполагает наличие комплекса реакций с участием различных радикальных и возбужденных состояний сенсибилизатора (реакции типа I) и синглетного молекулярного кислорода $^1\text{O}_2$ (реакции типа II, собственно фотодинамическое действие). Вклад этих процессов в образование продукта реакции определяется, в частности, условиями микроокружения субстрата и сенсибилизатора. Адсорбционная иммобилизация красителя изменяет его фотохимические и спектральные свойства.

Цель работы – оценка вклада реакций типов I и II в процесс фотосенсибилизированного окисления лактатдегидрогеназы (ЛДГ), облученной красным светом в присутствии МГ в свободном состоянии и после его иммобилизации на силикагеле. С использованием тушителя $^1\text{O}_2$ (NaN_3) показано, что облучение ЛДГ в присутствии растворенного МГ сопровождается ее инактивацией, вклад $^1\text{O}_2$ в которую не тестируется данным методом. Однако после адсорбции красителя на нерастворимой подложке характер его фотомодифицирующего действия изменяется: уровень остаточной активности ЛДГ снижается, добавление в облучаемую систему NaN_3 нивелирует ингибирующее экзогенное воздействие.

Таким образом, установлено, что адсорбция на силикагеле изменяет фотосенсибилизующее действие МГ по отношению к ЛДГ: усиливает повреждающий эффект модификатора и способствует доминирующему вкладу в повреждение фермента реакции типа II, идущих с участием $^1\text{O}_2$.

**ПРИМЕНЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ**

**Л.А. Марченко, Т.Н. Боковикова, Е.А. Белоголов,
А.С. Гакало, А.А. Марченко**

Кубанский государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, artemej@mail.ru

Нефть и продукты ее переработки – неотъемлемая часть современного мира: это не только топливо, растворители, различные смазочные материалы, но еще и колоссальные денежные эквиваленты. Проблемы нефтяного загрязнения окружающей среды приобретают глобальный масштаб, поэтому актуальна разработка технологий по ликвидации разливов нефтепродуктов.

Эффективный способ решения задачи – сорбционная очистка, ее преимущества – возможность удаления загрязнений различной природы до остаточных концентраций, управление процессом, отсутствие вторичных загрязнений.

В качестве поллютантов исследовали наиболее распространенные тяжелые нефтепродукты – керосин ТС-1, дизельное топливо (летнее), мазут Ф-5 и сырая нефть. Вязкость этих нефтепродуктов имеет десятикратное различие и составляет $36,2 \text{ мм}^2/\text{с}$ для мазута и $1,25 \text{ мм}^2/\text{с}$ для керосина, что важно для практического применения результатов исследования.

Применяли сорбент СТРГ, представляющий собой терморасщепленный графитовый тонкодисперсный материал. Высокая эффективность СТРГ при поглощении нефтепродуктов обусловлена, прежде всего, тем, что они обладают чрезвычайно развитой удельной поверхностью, анизометрией и специфической структурой частиц, гидрофобностью и соответственно олеофильностью материала по отношению к неполярным молекулам, а также высокой активностью наноструктурных комплексов.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ КУМАРИНОВ И ЦИКЛИЧЕСКИХ
СЕСКВИТЕРПЕНОВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

Т.В. Мастюкова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, yezagorulko@yandex.ru

Для математического описания кинетики экстрагирования целевых компонентов из растительного сырья использовали модель, согласно которой процесс включает две последовательные стадии: перенос вещества в матрице биополимера (твердая фаза) к поверхности и диффузию компонента от поверхности в объем экстрагента (жидкая фаза). Скорость первой стадии лимитирует процесс и соответствует дифференциальному уравнению нестационарной диффузии с граничными условиями третьего рода.

Оценку внешнедиффузионного сопротивления проводили на основе модели одномерного капиллярного течения в каналах зернистого слоя. При вычислении коэффициента массоотдачи учитывали геометрические параметры и удельную поверхность частицы твердой фазы, порозность слоя, гидравлический диаметр каналов, скорость фильтрации экстрагента, коэффициент диффузии компонента в жидкой фазе.

Коэффициент диффузии (D) целевого компонента в экстрагенте вычисляли методом Уилки и Ченга:

$$D = 7,4 \cdot 10^{-8} \left[(\varnothing M)^{0,5} \frac{T}{\mu \nu^{0,6}} \right],$$

где \varnothing – параметр ассоциации экстрагента;

M – молекулярная масса экстрагента;

T – температура;

μ – динамическая вязкость экстрагента;

ν – молекулярный объем растворенного вещества при температуре кипения.

Получены коэффициенты диффузии кумаринов, циклических сесквитерпенов, флавоноидов.

3-С16.

**МИКРОЭКСТРАКЦИЯ ПАРОВ АММИАКА И ЛЕТУЧИХ АМИНОВ
В ТОНКИЕ ПЛЕНКИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОЛИМЕРОВ**

**А.А. Мишина, Т.А. Кучменко,
Д.А. Погребная, Р.У. Умарханов**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, an-mishina@yandex.ru

Необходимость в разработке новых способов определения малых количеств аммиака и аминов вызвана их широким использованием в химической, фармацевтической, пищевой и других отраслях промышленности.

Цель исследования – изучить особенности распределение паров аммиака и легколетучих аминов на границе раздела фаз системы «воздух – тонкие пленки полимеров» для раздельного их определения в смеси.

Объем фазы экстрагента ограничен возможностями метода пьезокварцевого микровзвешивания и составляет 3-6 мм³ при толщине 100-300 нм. Для регулирования селективности экстракции паров аммиака и аминов в фазу экстрагента его модифицировали различными кислотно-основными индикаторами (бромкрезоловым, -тимоловым, -феноловым синим). Показано, что с увеличением числа циклов в молекулах аминов и времени экспонирования пленки экстрагента в парах исследуемых веществ наблюдается увеличение количества вещества в экстракте. Установлено, что с увеличением основности паров аминов наблюдается уменьшение количества вещества в пленке, и тем меньше, чем больше константа кислотности модифицирующей экстрагент добавки. Изучена кинетика экстракции (реэкстракции) и установлено, что для максимальной эффективности экстракции алифатических нециклических аминов оптимальным является экспонирование пленок в парах более 180 с, для ароматических аминов и для аммиака – в первые 5 с экспонирования, а для циклических аминов эффективным можно считать экстрагирование при контакте экстрагента с парами веществ от 70 с.

Выполнено в рамках ФЦП (з/к № П2264)

**ЭКСТРАКЦИОННО-СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА
ПОЛИСИЛОКСАНОВ**

**Л.К. Неудачина¹, Н.В. Лакиза¹, Т.А. Редькина¹,
Е.В. Рославцева¹, А.В. Пестов², В.А. Осипова²**

¹Уральский государственный университет,

Екатеринбург, Россия, Natalya_Lakiza@mail.ru

²Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского
Уральского отделения РАН, Екатеринбург, Россия

Известны два основных способа синтеза функционализированных полисилоксанов с применением золь-гель метода. Это непосредственный синтез сорбента гидролитической поликонденсацией $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ и $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ с последующим дикарбоксиэтилированием акриловой кислотой (сорбент I) или химическая модификация продукта гидролиза $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ кремнийорганическими соединениями, например $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ с последующим дикарбоксиэтилированием акриловой кислотой (сорбент II).

Цель работы – сопоставление экстракционно-сорбционных свойств указанных сорбентов по отношению к меди (II), никелю (II), кобальту (II), цинку (II), кадмию (II) и свинцу (II).

Изучаемые аналиты сорбировали из водных растворов с различными pH. Применяли три вида буферных систем – аммиачно-ацетатную, ацетатную и аммиачную. Приводим сорбционные ряды для обоих изученных сорбентов в присутствии этих буферных растворов и отметим их идентичность:



Оптимальный интервал pH сорбции аналитов на исследуемых сорбентах находится в диапазоне 5.5–6.5.

НИР выполнена при поддержке Федерального агентства по образованию в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (ГК от 02 сентября 2009 г. № П1361).

3-С18.

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СУБКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЫ ДЛЯ ДЕСОРБЦИИ
ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ СО СВЕРХСШИТЫХ
ПОЛИСТИРОЛЬНЫХ СОРБЕНТОВ**

**Е.А. Новикова¹, И.А.Платонов¹, Н.В. Никитченко¹,
Л.А. Онучак¹, В.А. Даванков², М.П. Цюрупа², Л.А. Павлова²**

¹Государственный университет, Самара, Россия,
ria@ssu.samara.ru

²Институт элементоорганических соединений
им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия

Эффективность сорбционного концентрирования определяется не только емкостью сорбента по отношению к извлекаемому компоненту, но и возможностью его последующей регенерации.

Цель работы – изучение процесса десорбции органических соединений (капролактама и нитробензола) со сверхсшитых полимерных сорбентов с использованием элюентов различного типа.

Изучено влияние состава и скорости потока элюента на эффективность десорбции. Установлено, что с повышением содержания спирта в элюенте и снижением скорости его пропускания через колонку уменьшается объем элюента, необходимый для достижения 95 %-ной десорбции органических соединений. Осуществлена регенерация органических примесей с использованием в качестве элюента горячей воды под давлением. Показано, что при высоких температуре и давлении вода по свойствам приближается к водно-спиртовым смесям, что позволяет использовать ее для десорбции органических соединений со сверхсшитых полистиролов. При этом отсутствует необходимость удаления спирта из объема сорбента перед проведением следующих циклов сорбции.

*Работа выполнена в рамках проекта №02.740.11.0650
Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг.*

**MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION
AND HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY
AS A RAPID METHOD FOR MOTHPROOFING AGENTS ANALYSIS**

**Antonije Onjia¹, Žaklina Todorović¹,
Latinka Slavković-Beškoski¹, Ljubinka Rajaković²**

¹ Vinča Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia
onjia@anahem.org

² Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade,
Serbia, ljubinka@tmf.bg.ac.rs

Chromatographic analyses of mothproofing agents are usually preceded by tedious sample preparation to extract the active compounds to be analyzed from textile samples. Traditional Soxhlet and shake-flask extraction methods are time and energy consuming. Due to the long extraction process, degradation of the components can occur.

The applicability of microwave irradiation to the extraction of various types of mothproofing agents from textile samples as a novel sample preparation method was investigated. Samples were mixed with an appropriate solvent, methanol, and were irradiated for 10 min. After cooling, the aliquots of the supernatant were directly injected into a reversed-phase liquid chromatographic column.

Using the selected microwave exposure time and power setting, the recoveries of several agents from the fortified textile samples ranged from 86 to 109 %. The precision of the microwave assisted extraction method was demonstrated by relative standard deviations of < 6 % for the pirethoide-based agents. The microwave extraction method was more effective than the conventional methods due to the considerable savings in time and energy.

Keywords: extraction, mothproofing, textile, HPLC, microwave, determination

References

- [1] A.Onjia, Đ.Čokeša, I.Janković, S.Milonjić, *Hemijska vlakna*. 1998. V. 38. № 1–4. P. 22–24.

**ПРИМЕНЕНИЕ ХРОМАТО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОГО МЕТОДА
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ
И ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ НЕИЗВЕСТНЫХ
КОМПОНЕНТОВ СМЕСИ**

**Л.А. Онучак, Ю.И. Арутюнов, И.А. Платонов,
Н.В. Никитченко**

Государственный университет, Самара, Россия,
onuchak@ssu.samara.ru

Известно, что газовая хроматография является эффективным методом разделения смеси веществ, особенно при применении высокоэффективных капиллярных колонок. Однако объем информации, содержащийся в хроматограмме, незначителен. Из нее только видно, что разделенная на колонке смесь веществ на хроматограмме проявляется в виде пиков различной высоты с определенным временем удерживания. Идентификацию компонентов смеси осуществляют на основании дополнительной информации, например, индексов удерживания, в том числе на неподвижных фазах различной полярности.

В докладе приводятся экспериментальные и расчетные данные по перераспределению свыше двадцати органических соединений разных классов в системе вода–ацетонитрил и их индексам удерживания при линейном программировании температуры, определенным в одном цикле анализа с использованием капиллярной колонки с неполярной неподвижной фазой. На основании полученных данных предложен хромато-распределительный способ определения молекулярной массы и температуры кипения неизвестных компонентов. Способ апробирован при идентификации летучих компонентов лекарственного растительного сырья.

Работа выполнена в рамках проекта №02.740.11.0650 Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг.

3-С21.

**ДИЭТИЛАМИННЫЙ МОДИФИКАТ ФОСФОРИЛИРОВАННОГО
ПОЛИБУТАДИЕНА КАК СОРБЕНТ
ДЛЯ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ ФЕНОЛА**

**К.Н. Оруджева, Р.М. Алосманов, И.А. Буниятзаде,
А.А. Азизов, А.М. Магеррамов**

Государственный университет, Баку, Азербайджан,
ras_sok@mail.ru

Изучено применение диэтиламинного модификата фосфорилированного полибутадиена (ПБ) в качестве сорбента для твердофазной экстракции фенола. Для фосфорилирования ПБ промышленный образец ПБ в растворе CCl_4 (5 %-ный раствор) функционализировали реакцией окислительного хлорфосфорирования с PCl_3 в присутствии O_2 [1]. Дальнейшую модификацию полученного продукта осуществляли диэтиламином.

Элементный анализ аминного модификата показывает, что при взаимодействии диэтиламина с продуктом фосфорилирования ПБ идет реакция с активными P-Cl связями ПБ и адсорбция диэтиламина в порах сорбента.

В качестве водного объекта, содержащего фенол, изучены сточные воды Бакинского нефтеперерабатывающего завода. Для изучения свойств сорбента по отношению к фенолу исследования проводили в динамическом режиме при условиях: масса сорбента – 2 г; высота слоя сорбента – 14,4 см; скорость пропускания образца сточной воды – 3 см³/мин. Для определения обменной емкости собраны пробы объемом по 8 см³, в них определяли фенол. Эксперимент продолжали до установления равновесного состояния в системе сорбент – проба сточной воды. Концентрацию фенола определяли спектрофотометрически.

Изученный нами сорбент применим для очистки сточных вод от фенола методом твердофазной экстракции.

[1]. Азизов А.А., Алосманов Р.М., Меликова А.Я. и др. Фосфохлорирование полибутадиена треххлористым фосфором в присутствии кислорода // Известия вузов. Химия и хим. технология. 2003. Т.46. № 6. С. 25-27.

**ХЕМОСОРБЦИЯ ВАНАДИЯ (IV) ПОЛИМЕРНЫМИ
СОРБЕНТАМИ С АМИНО-АЗО-ОКСИ-
ФУНКЦИОНАЛЬНО-АНАЛИТИЧЕСКИМИ ГРУППИРОВКАМИ**

Э.Р. Оскотская¹, Н.Н. Басаргин², С.А. Гаврин¹

¹Государственный университет», Орел, Россия,
kafchemogu@mail.ru

²Институт геологии рудных месторождений, петрографии,
минералогии и геохимии РАН, Москва, Россия

Определение ванадия (IV) в природных и промышленных объектах на уровне массовых концентраций $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-7}\%$ включает стадию предварительного концентрирования. Для решения задачи успешно применяются полимерные сорбенты (ПС), содержащие хелатообразующие функционально-аналитические группы (ФАГ).

Установлены оптимальные условия сорбции V (IV) ПС с амино-азо-окси-ФАГ – кислотность среды, степень сорбции, время и температура сорбции. Степень сорбции определяли по концентрации ионов в фильтрате спектрофотометрическим методом. Экспериментально установлено, что количественная сорбция происходит при постоянном перемешивании и pH 3,0 – 6,5, оптимальное время сорбции 20 – 50 мин при комнатной температуре.

Для изучения химизма хелатообразования ванадия (IV) данным классом ПС определено число протонов, вытесняемых из ФАГ при сорбции. Для всех изученных систем V(IV) – ПС получены изотермы сорбции, которые линейны до точки насыщения. Проекция изотермы совпадает с величиной СЕС для ванадия (IV). Таким образом, происходит насыщение ФАГ сорбентов ионами V (IV), протекает процесс хемосорбции, а не адсорбции поверхностью сорбента. При определении ванадия (IV) в конкретных объектах изучено влияние макрокомпонентов объекта на полноту сорбции.

Разработаны методики сорбционно-спектрофотометрического определения микроколичеств ванадия (IV) в природных и промышленных объектах.

3-С23.

**КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ МАРГАНЦА (II) ПОЛИМЕРНЫМИ
СОРБЕНТАМИ С *О,О'*-ДИОКСИ-(1-АЗО-1')
ФУНКЦИОНАЛЬНО- АНАЛИТИЧЕСКИМИ ГРУППАМИ
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

Э.Р. Оскотская¹, Н.Н. Басаргин², Е.Н. Грибанов¹

¹Государственный университет, Орел, Россия,
gribanovEN@gmail.com

²Институт геологии рудных месторождений, петрографии,
минералогии и геохимии РАН, Москва, Россия

Высокая токсичность и биохимическая активность марганца предполагают необходимость оперативного контроля содержания марганца и его соединений в объектах различного происхождения на уровне микроколичеств. Решение задачи возможно с применением предварительного концентрирования с использованием полимерных сорбентов, содержащих в своей структуре функционально-аналитические группы (ФАГ).

В докладе обсуждается сорбционное концентрирование Mn (II) из водных растворов моно- и дизамещенными полимерными комплексобразующими сорбентами (ПКС) с *о,о'*-диокси-(1-азо-1')-ФАГ и различными заместителями (-SO₃H, -NO₂, -Cl, -COOH).

Установлено, что эти сорбенты количественно (на 95 – 100%) сорбируют Mn (II) при постоянном перемешивании в интервале pH 4.7–7.9 в течение 30–50 мин при постоянной температуре (20±1 °С). При повышении температуры до 60 °С продолжительность сорбции сокращается в среднем на ~10 мин. Сорбционная емкость сорбентов в оптимальных условиях сорбции Mn (II) находится в пределах 5.1 – 9.1 мг/г.

На основании полученных экспериментальных данных нами разработана новая комбинированная методика предварительного концентрирования, извлечения и определения Mn (II) с применением полимерного сорбента с *о,о'*-диокси-(1-азо-1')-ФАГ из природных и сточных вод.

**REMOVAL OF NITRATE FROM AQUEOUS SOLUTION
BY SOLID PHASE EXTRACTION**

Vladana Rajaković-Ognjanović, Dejan Ljubisavljević

Faculty of Civil Engineering, University of Belgrade,
Serbia, vladana@grf.bg.ac.rs

This study was conducted to evaluate the performance of a small scale solid phase extraction (SPE) unit for removal of nitrate from groundwater at Lapovo Water Supply, Serbia. The SPE was based on nitrate selective anion exchange resin, LEWATIT MonoPlus SR 7. Efficiency of SPE unit was determined by measuring nitrate concentration before and after extraction. IC method was applied as an analytical method for the determination of nitrate concentration in water, limit of detection was in vicinity of $1\mu\text{g}/\text{dm}^3$. Maximal allowed concentration of nitrate in drinking water is 50 mg/L. An average influent concentration of nitrate was 80-100 mg/L and effluent concentration was about 20 mg/L NO_3 which is equivalent to the treatment efficiency of at least 80%.

These results indicate that with this specific and selective resin applied in SPE unit quality of drinking water can be improved. Removal of nitrate increased with an increasing resin dose. The adsorption process obeys the Langmuir isotherm. The resin also attracts similar anions including carbonate and sulfate. Nitrate specific resin has been proven to have affinity for the following ions in decreasing order: $\text{NO}_3^- > \text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^- > \text{HCO}_3^-$.

It was concluded that SPE based on selective ion exchange process can be applied more widely and economically in small-scale water suppliers for nitrate removal.

Keywords: nitrate, water, selective ion exchange resin, SPE

References:

- [1] P. Mikuska, Z. Vecera, *Anal. Chim. Acta.* 2003. V. 495. P. 225-230.
- [2] N. Lohumi, S. Goasin, A. Jain, V.K. Gupta, K.K. Verma, *Anal. Chim. Acta.* 2004. V. 505. P. 231-137.

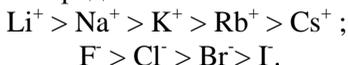
**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ ВОДНОГО РАСТВОРА
ВЫСАЛИВАТЕЛЯ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЭКСТРАКЦИИ**

Г.В. Славинская

Государственный архитектурно-строительный университет,
Воронеж, Россия, slavgv@rambler.ru

В жидкостной экстракции часто применяется высаливание – выделение вещества из раствора путем введения высаливателя. Причина этого явления – влияние соли на структуру воды, уменьшение растворимости экстрагируемого вещества в воде из-за уменьшения количества свободной воды; оно тем меньше, чем сильнее гидратированы ионы высаливателя.

Сопоставлена высаливающая способность галогенидов щелочных металлов со структурой их водных растворов. Установлено, что эффективность высаливания из водной среды в органический экстрагент определяется не только степенью гидратированности катионов и анионов, но и способом их встраивания в структуру воды. Ионы по высаливающей способности располагаются в рядах:



Проведенное моделирование структуры растворов щелочных металлов показало, что они образуются по разным принципам. Вода представляет собой единую сетку водородных связей, в узлах которой располагаются молекулы воды. В одном ее моле $6,63 \text{ см}^3$ занимают собственно молекулы воды, $11,37 \text{ см}^3$ – свободный объем, в котором могут располагаться ионы и молекулы, образуя растворы внедрения (Li^+ , Na^+ , K^+ , F^-). Ионы большего размера вытесняют молекулы воды из каркасной сетки водородных связей, образуя растворы замещения (Rb^+ , Cs^+ , Cl^- , Br^- , I^-). Наиболее активными высаливателями экстрагируемых веществ являются соли, которые в воде образуют растворы внедрения, т.е. занимают вакантные полости и вытесняют ионы из воды в экстрагент.

**ТЕПЛОВЫЕ ЭФФЕКТЫ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ
КРАСЯЩИХ ВЕЩЕСТВ В СИСТЕМЕ
ВОЛОКНО ФИБАН А-6 – ВОДНЫЙ РАСТВОР**

**А. И. Ситников, Ю.Н. Сорокина, Н.Н. Кривенко,
Е.А. Свиридова**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, zulfia_sor@mail.ru

Тепловой эффект – важная характеристика процесса разделения, мера интенсивности сил взаимодействия частиц.

Волокнистые сорбционные материалы по многим показателям превосходят ионообменные смолы и широко применяются в промышленности. Нами экспериментально установлено, что степень извлечения красящих веществ сахарного производства волокнистым ионообменником ФИБАН А-6 из водного раствора составляет в среднем 70 %.

Для измерения теплового эффекта сорбции применяли адиабатический калориметр. В калориметрический сосуд, содержащий водный раствор красящих веществ, помещали навеску сорбента и фиксировали изменение температуры. Измерения проводили, варьируя концентрацию растворов красящих веществ и массу навески сорбента.

Установлено, что тепловой эффект сорбции красящих веществ на анионите ФИБАН А-6 и теплота смачивания анионита приблизительно одинаковы, что не коррелирует с высокой степенью извлечения красящих веществ. Это можно объяснить протеканием параллельных процессов, например, конформационных изменений матрицы волокна, диссоциацией функциональных групп под воздействием молекул красящих веществ.

В докладе обсуждается возможность прогнозирования степени извлечения красящих веществ из водных растворов на основании данных о тепловых эффектах сорбции, а также условия регенерации сорбента.

Полученные результаты могут быть использованы при очистке сахаросодержащих растворов.

**USE OF EXPERIMENTAL DESIGN IN THE OPTIMISATION
OF PYROHYDROLYTIC EXTRACTION
OF FLUORINE FROM COAL**

**Ivana Sredović¹, Đuro Čokeša², Antonije Onjia²,
Ljubinka Rajaković³**

¹ Faculty of Agriculture, University of Belgrade, Serbia,
isredovic@agrif.bg.ac.rs

² Vinča Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia

³ Faculty of Technology and Metallurgy, University of Belgrade,
Serbia, ljubinka@tmf.bg.ac.rs

Corrosion effects in thermal power plants and environmental impact cause an increase in demand for fluorine analysis in coal. A pyrohydrolysis apparatus system was constructed, and the parameters of pyrohydrolysis were evaluated and optimized by two statistical methods: Plackett-Burman (PB) design and response surface methodology (RSM).

The aim of PB experimental design was to identify the most influential factors on fluorine release from coal during pyrohydrolysis. The RSM is a statistical modeling technique employed for multiple regression analysis using the data obtained from designed experiments. The fluorine content in the absorption solution was measured by fluoride ISE.

It was concluded that optimal parameters for determination of fluorine in 0.25 g of coal samples were: 0.30 mL min⁻¹ of oxygen flux, a temperature of 1100 °C, 15 min of pyrohydrolysis and Na₂CO₃ (2 mmol L⁻¹) as adsorption solution. The limit of detection of the proposed method was 20 µg g⁻¹, with good recovery (95%) and relative standard deviation less than 5%.

Keywords: Plackett-Burman design, response surface methodology, pyrohydrolysis, fluorine, coal.

References

- [1]. I. Sredović, Lj. Rajaković, *J. Hazard. Mater.* 2010. V. 177. № 1-3. P. 445-451.
- [2] I. Smičiklas, A. Onjia, S. Raičević, *Sep. Purif. Technol.* 2005. V. 44. № 2 . P. 97-102.

**ПРОТОЧНЫЕ ЖИДКОСТНО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ И ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ
УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ, ВКЛЮЧАЮЩИЕ
СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ**

М.А. Статкус, Г.И. Цизин, А.С. Сохраняева

Государственный университет им. М. В. Ломоносова,
Москва, Россия, tsisin@analyt.chem.msu.ru

Возможности современных методов химического анализа могут быть расширены за счет гибридных проточных систем анализа, включающих сорбционное концентрирование. Эффективность концентрирования в таких системах определяется химическими свойствами сорбента, условиями проведения сорбции и т.д. Объединение концентрирования и определения в рамках одной системы усложняет выбор оптимальных условий проведения анализа, эти условия чаще выбирают эмпирически.

Предложена модель, описывающая поведение микрокомпонента на всех стадиях анализа, основанная на системах дифференциальных уравнений кинетики и материального баланса. С использованием моделирования выбраны условия концентрирования полиароматических углеводородов (ПАУ) из водных растворов на октадецилсиликагеле в проточной сорбционно-ВЭЖХ системе. Рассчитаны различные физико-химические параметры сорбционной системы.

Разработана методика определения ПАУ в природных и питьевых водах. Пределы обнаружения ПАУ при концентрировании соединений из 15 см³ воды составляет 1 – 90 нг/дм³. Разработана проточная сорбционно-ВЭЖХ методика определения 11 производных фенола в водах с использованием сорбента Strata-X – полистирола, химически модифицированного N-винил-2-пирролидоном. Пределы обнаружения при извлечении из 10 см³ воды составляют от 0,3 до 2 мкг/дм³. Правильность определения ПАУ и фенолов в водах различных типов подтверждена методом «введено-найдено».

FACTORIAL OPTIMIZATION OF THE ISOCRATIC ION CHROMATOGRAPHIC SEPARATION OF ANIONS

**Žaklina Todorović¹, Đuro Čokeša¹, Antonije Onjia¹,
Ljubinka Rajaković²**

¹ Vinča Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia

² Faculty of Technology and Metallurgy,
University of Belgrade, Serbia, zaklina@anahem.org
ljubinka@tmf.bg.ac.rs

Finding an optimal mobile phase composition is usually the most difficult and time-consuming task in ion chromatographic (IC) separations. The traditional approach to this task is to perform an experiment by “trial-and error” or by changing one control variable at time while holding the rest constant. Such methods require a very large number of experiments to identify the optimal condition. Recently, the computer-assisted IC separation has addressed this problem. Factorial design optimization strategy was utilized to predict the isocratic ion chromatographic separation of the nine anions commonly present in environmental samples, using the carbonate-bicarbonate eluent.

The combined effects of two mobile phase factors, the total eluent concentration and pH, on the separation were studied. Since this optimization approach requires a clear understanding of retention mechanism, the multiple species analyte/eluent model that takes into account ion-exchange equilibria of the eluent and sample anions was employed. A non-linear fitting of the retention data, obtained at two-factor three-level experimental design, was applied to estimate the parameters in the model. Over a wide range in the factor space, the resolution is limited by the separation of the early eluted peak pair, acetate and formate.

Key words: Factorial design, Anions, Optimization, Retention modeling

References

- [1] A. Onjia, T. Vasiljević, Đ. Čokeša, M. Laušević, *J. Serb. Chem. Soc.* 2002. V. 67. P. 745.
- [2] S. Sremac, A. Popović, Ž. Todorović, Đ. Čokeša,

А. Onjia, *Talanta*. 2008. V. 76. P. 66.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

3-С30.

**ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ МЕТАЛЛОКОМПЛЕКСОВ
НА УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ ЭЛЕКТРОДАХ,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОРГАНИЧЕСКИМИ
РАСТВОРИТЕЛЯМИ С ВЫСОКОЙ СОЛЬВАТИРУЮЩЕЙ
СПОСОБНОСТЬЮ**

**А.В.Трубачев¹, М.А.Шумилова¹, Л.В.Трубачева²,
Д.А.Трубачев¹**

¹ Институт прикладной механики Уральского отделения РАН,
Ижевск, Россия, ipm@udman.ru

² Удмуртский государственный университет, Ижевск, Россия

В аналитической практике широко применяются смешанные минерально-органические фоновые среды для вольтамперометрического определения d-элементов.

Новые возможности повышения чувствительности и точности анализа появляются с применением модифицированных пастовых (МУПЭ) и импрегнированных графитовых (ИГЭ) электродов. Эффект обусловлен введением органического растворителя в состав углеродсодержащей матрицы. На стадии предварительного концентрирования на электродной поверхности модификатор селективно реагирует с металлокатионом, содержание поверхностно-связанного вещества устанавливают вольтамперометрически.

С целью расширения возможностей метода изучено вольтамперометрическое поведение систем W(VI) – диметилсульфоксид (ДМС) на МУПЭ и Mo (VI) – ДМС на ИГЭ. Установлено, что на фоне смесей фосфорной и хлороводородной кислот с применением МУПЭ, модифицированного ДМС, комплекс W (VI) образует катодный пик при -0,60 В (нас.к.э.), а комплекс Mo (VI) – на фоне серной кислоты в присутствии ДМС с использованием в качестве рабочего электрода ИГЭ при -0,65 В.

Разработаны методики прямого вольтамперометрического определения изученных металлов в сложных смесях, методики прошли апробацию в производственных условиях.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

3-С31.

СОРБЦИЯ ФЕНОЛА МОДИФИЦИРОВАННЫМИ ЛИГНОУГЛЕРОДНЫМИ МАТЕРИАЛАМИ

Н.Н. Чопабаева, Е.Е. Ергожин

Институт химических наук им. А.Б.Бектурова,
Алматы, Казахстан, nazch@mail.ru

В докладе обсуждаются установленные нами закономерности сорбции фенола новыми волокнистыми ионообменниками на основе отходов деревообработки. Иониты получены каталитическим О-алкилированием сосновых опилок эпоксидно-диановой смолой ЭД-20, эпихлоргидрином (ЭХГ) и его олигомером (ОЭХГ) с последующим аминированием синтезированных хлор- и α -оксидных производных полиэтиленимином (ПЭИ), полиэтиленполиамином (ПЭПА) и 2-винилпиридином (2ВП).

Исследовано влияние концентрации фенола, природы введенных функционально-активных групп, рН среды и продолжительности извлечения на эффективность сорбции. Установлены механизмы связывания фенола в кислых, нейтральных и щелочных растворах.

Высокоосновные пиридиновые иониты количественно извлекают фенолы в широком интервале рН (2–14), среднеосновные аниониты – только в нейтральной области (рН 7,5–8,5). В зависимости от природы алкилирующего агента специфичность сорбции возрастает в ряду: ОЭХГ < ЭХГ < ЭД-20, по типу амина – ПЭПА < ПЭИ < 2ВП. Активная сорбция фенола модифицированными сорбентами обусловлена поливариантностью процесса: хемосорбцией, физической адсорбцией и ионообменным связыванием фенолят-ионов четвертичными атомами азота пиридинового кольца.

В полимерной фазе формируются хелатные соединения, что обусловлено возникновением двух типов взаимодействий с одной молекулой фенола – Ван-дер-ваальсовых и водородных

связей. Обнаружено также донорно-акцепторное поглощение с участием С=О-групп сорбентов – электронодоноров и ароматических колец фенола (акцептор).

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

3-С32.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЭКСТРАКЦИИ НИТРОФЕНОЛОВ ГИДРОФИЛЬНЫМИ ПОЛИМЕРАМИ

**Е.В. Чурилина¹, П.Т. Суханов¹, Я.И. Коренман¹,
А.Н. Ильин¹, Г.В. Шаталов², Т.А. Нефедова³**

¹Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, cdv2311@yandex.ru

²Государственный университет, Воронеж, Россия

³Государственный архитектурно-строительный университет,
Нижний Новгород, Россия

Экстракция моно-, ди- и тринитрофенолов изучена достаточно обстоятельно. В качестве экстрагентов применялись гидрофобные растворители разных классов (алифатические спирты, алкилацетаты, углеводороды). Изученные системы имели определенные ограничения – токсичность и относительно невысокие коэффициенты распределения.

Для определения микроконцентраций нитрофенолов в водных средах нами впервые применена экстракция гидрофильными полимерами – поли-N-винилкапролактамом (ПВК), поли-N-винилпирролидоном (ПВП) и полиэтиленгликолем. Для образования двухфазной системы в водный раствор вводили высаливатель (сульфат аммония). Изучено влияние рН на экстракцию мононитрофенолов: в системах с ПВК оптимальное значение рН = 2, в системах с ПВП рН = 3. При экстракции ди- и тринитрофенолов рН = 5, дополнительное подкисление не требуется. При подкислении растворов моно- и динитрофенолов серной кислотой достигаются более высокие экстракционные характеристики, чем при подкислении HCl или HNO₃.

Установлены коэффициенты распределения нитрофенолов в системах водорастворимый полимер – сульфат аммония – вода. Коэффициенты распределения и степень извлечения зависят от количества и положения нитрогрупп в молекулах нитрофено-

лов. Общие закономерности экстракции полимерами согласуются с данными, полученными при экстракции нитрофенолов гидрофильными растворителями.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

3-С33.

МИКРОЭКСТРАКЦИЯ АЛКАНОВ В ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ПОЛИМЕРОВ И НАНОСТРУКТУР

Ю.Х. Шогенов, Т.А. Кучменко, Т.И. Игуменова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, shogenov_yura@mail.ru

Предложен способ детектирования паров алканов в паровоздушных смесях, основанный на их микроэкстракции в тонкие пленки полимеров и наноструктур с применением массива пьезосенсоров, организованных по методологии «электронного носа». Микроэкстракционные покрытия сформированы методом статического испарения капли из полимерных сорбентов различной природы, методами прямого синтеза и ультразвукового суспензирования из углеродных нанотрубок (УНТ), синтезированных электродуговым способом и газофазным пиролизом этанола на Ni или Fe катализаторах при температуре 450 или 550 °С. Некоторые образцы УНТ перед нанесением обрабатывали концентрированными HF или HNO₃.

В качестве экстрагируемых веществ изучены алканы нормального строения C₆ – C₁₀. Микроэкстракцию проводили в статических условиях с инъекцией паров в ячейку детектирования при 20 ± 1 °С.

Обсуждаются преимущества применения УНТ как микроэкстракционных покрытий по сравнению с полимерами. Установлено, что удельная мольная чувствительность пьезосенсоров с покрытиями из УНТ, независимо от их генезиса, в степенной зависимости возрастает с увеличением молекулярной массы углеводородов в соответствии с природой УНТ.

Для массива из шести и менее пьезосенсоров с УНТ предложено использовать относительные коэффициенты эффективности микроэкстракции, позволяющие повысить селективность определения.

Преимущества сенсоров с УНТ – воспроизводимость откликов, экспрессность экстракции и реэкстракции (время получения отклика 15 – 20 с.). Время восстановления системы определяется регенерацией сенсора и ячейки после экстракции и составляет не более 30 с.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

СЕКЦИЯ 4

ЭКСТРАКЦИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛИТАНДОВ

4-У1.

МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ТРИАЛКИЛБЕНЗИЛАММОНИЙ ХЛОРИД – ЭФФЕКТИВНЫЙ ЭКСТРАГЕНТ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В КАРБОНАТНО–ЩЕЛОЧНЫХ СРЕДАХ

З.И. Ализаде, А.М. Микаилова

Институт химических проблем НАН Аз, Баку, Азербайджан,
zalizadeh@mail.ru

Карбонаты затрудняют экстракцию в щелочной среде. Селективное извлечение элементов необходимо проводить из карбонатно-щелочных растворов без разрушения карбонат-ионов для рециркуляции содовых растворов. Нами изучен в качестве экстрагента триалкилбензиламоний хлорид, в котором хлор замещен адекватным анионом в растворе ксилол-сольвента. Это позволило экстрагировать ванадий (V) из содовых растворов при разработке технологии комплексного использования запасов новых Аджинаурских титаномагнетитовых песчаников.

При восстановлении окатышей концентратов содовым методом с многофункциональной добавкой Na_2CO_3 при 930°C в твердой фазе природным газом и последующей переработке с получением металлического железа и диоксида ванадия (V) полностью переходит в карбонатные растворы в виде NaVO_3 и Na_3VO_4 . Степень извлечения ванадия (V) даже при 15-кратном избытке карбонат-ионов за одну ступень невысока (70 %), за 4 – практически полная. Ксилол-сольвентный экстрагент применяли многократно, карбонатный раствор возвращался на окатывание концентрата, либо на регенерацию соды.

Ванадий (V) определяли разработанным проф. Р. Алекперовым фотометрическим методом с экстракцией ванадия бис(2-окси-5-октилбензил)амином в бензоле. Таким образом, модифицированный триалкилбензиламоний хлорид – эффектив-

ный экстрагент для извлечения ванадия и других элементов из карбонатно-щелочных растворов. При комплексной переработке Аджинаурских песчаников достигнуто практически полное извлечение ванадия с получением V_2O_5 и регенерацией карбоната натрия.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-У2.

**КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ В СИСТЕМАХ ВОЛЬФРАМ (VI),
МОЛИБДЕН (VI) – N',N'-ДИАЛКИЛГИДРАЗИДЫ
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ**

Т.Д. Батуева, Е.В. Байгачева

Институт технической химии Уральского отделения РАН,
Пермь, Россия, tdbatueva@mail.ru

Изучены N',N'-диалкилгидразиды алифатических карбоновых кислот как экстрагенты для извлечения вольфрама (VI) и молибдена (VI) из кислых сред, а также их разделения при совместном присутствии.

В докладе обсуждаются оптимальные условия экстракции в зависимости от концентрации H_2SO_4 , HCl и реагентов. При использовании протонированных форм реагентов количественное извлечение возможно из растворов, содержащих 2 – 8 моль/дм³ H_2SO_4 .

В хлороводородных растворах экстракция вольфрама (VI) нейтральными формами N',N'- дипентилгидразида 2-этилгексановой кислоты и N',N'- дибутилгидразида октановой кислоты максимальна при концентрации HCl 1 моль/дм³ и pH до 4. Изучен состав экстрагируемых комплексов вольфрама (VI) N',N'-диалкилгидразидами 2-этилгексановой кислоты.

Предложены реагенты для разделения вольфрама (VI) и молибдена (VI) в сернокислых растворах при их совместном присутствии. При pH 1,8 и 0,5 моль/дм³ H_2SO_4 возможна практически полная экстракция вольфрама (VI) и молибдена (VI) в присутствии солей реагентов $[C_4H_9CH(C_2H_5)CONHNR_2]_2SO_4$, где R = C_5H_{11} , C_7H_{15} и $C_4H_9CH(C_2H_5)CH_2$.

Показана принципиальная возможность разделения преобладающих количеств вольфрама (VI) и молибдена (VI) при их совместном присутствии из 4 – 6 моль/дм³ растворов серной кислоты.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-УЗ.

ЭКСТРАКЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ АМИНОВ В ОРГАНИЧЕСКИХ СРЕДАХ

Н. А. Дудина, Е. В. Антина, Г. Б. Гусева, А. И. Вьюгин

Институт химии растворов РАН, Иваново, Россия,
nad@isc-ras.ru

Предложены системы для качественного анализа и количественного спектрофотометрического определения следовых количеств аминов в органических средах с использованием бромистоводородных солей алкилированных лигандов 3,3'-бис(дипирролилметенов) ($H_2L \cdot 2HBr$).

Методами молярных отношений и спектрофотометрического титрования исследован ряд систем $H_2L \cdot 2HBr$ – нуклеофильный реагент – органический растворитель, в которых протекает реакция превращения соли в молекулярный лиганд. Понижение степени метилирования пиррольных фрагментов молекулы 3,3'-бис(дипирролилметена) приводит к увеличению среднего значения lgK процесса почти в 3 раза.

Значительные различия в окраске, ЭСП растворов протонированных $H_2L \cdot 2HBr$ и молекулярных H_2L форм 3,3'-бис(дипирролилметенов), характерные спектральные превращения, сопровождающие реакции $H_2L \cdot 2HBr$ с нуклеофильными реагентами, и высокая условная чувствительность аналитического определения последних обеспечивают перспективность использования бромистоводородных солей в качестве колориметрических («naked-eye») или оптических хемосенсоров аминов в органических средах.

Выполнено при финансовой поддержке Программы фундаментальных исследований Президиума РАН 18-П Проект-

2 (2010 г.), АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010 гг.)» (проект № 2.1.1/827), ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (госконтракт № 02.740.11.0253).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-У4.

**НОВЫЕ ХРОМОФОРНЫЕ РЕАГЕНТЫ НА ОСНОВЕ
β,β'-БИС(ДИПИРРОЛИЛМЕТЕНОВ) В ЭКСТРАКЦИОННО-
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ
ВОДНО-ОРГАНИЧЕСКИХ СРЕД**

**Н. А. Дудина, Г. Б. Гусева, Е. В. Антина, Л. А. Антина,
А. Е. Логинова, А. И. Вьюгин**

Институт химии растворов РАН, Иваново, Россия, nad@isc-ras.ru

Основными продуктами реакций комплексообразования алкилзамещенных β,β'-бис(дипирролилметенов) с катионами Cu^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} и Cd^{2+} являются устойчивые биядерные геликаты $[\text{M}_2\text{L}_2]$ с индивидуальными хромофорными и флуоресцентными характеристиками.

Термодинамические константы процесса комплексообразования увеличиваются на ~5–6 порядков в ряду металлов-комплексообразователей $\text{Cu}(\text{II}) < \text{Hg}(\text{II}) \leq \text{Cd}(\text{II}) \leq \text{Ni}(\text{II}) < \text{Co}(\text{II}) < \text{Zn}(\text{II})$, для однотипных по иону металла комплексов – на 7 порядков при увеличении степени метилирования лиганда.

Комплексы не растворимы в воде, легко идентифицируются в смеси при хроматографическом разделении с последующим спектрофотометрическим анализом отдельных зон. Комплексы $[\text{Zn}_2\text{L}_2]$ интенсивно флуоресцируют (квантовый выход достигает 0.9) в неполярных органических растворителях.

Предложено применение лигандов β,β'-бис(дипирролилметенов) для экстрагирования микроколичеств *d*-металлов в водно-органических средах и спектрофотометрического определения (условная чувствительность ~ 10^{-9} моль/дм³).

Выполнено при финансовой поддержке Программы фундаментальных исследований Президиума РАН 18-П Проект-2

(2010 г.), АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010 гг.)» (проект № 2.1.1/827), ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (госконтракт № 02.740.11.0253).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-У5.

**ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СВОЙСТВА
ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫХ ФОСФИНОКСИДОВ**

С.В. Леонтьева, Р.А. Черкасов, А.Р. Гарифзянов

Государственный университет, Казань, Россия, Sveta238@live.ru

Изучение экстрагентов нового поколения, обеспечивающих высокую эффективность извлечения токсичных и радиоактивных элементов из технологических растворов различного происхождения, имеет важное значение для решения экологических задач.

Нами исследованы аминоксифосфинильные соединения (АФС). Растворы этих соединений в толуоле, хлористом метиле и хлороформе хорошо экстрагируют Sc (III), Fe (III), Bi (III), In (III), редкоземельные элементы и практически не экстрагируют Co (II), Ni (II), Cu (II), щелочные и щелочноземельные металлы из азотнокислых и солянокислых сред.

Установлено, что оптимальный экстрагент Sc (III) – бисфосфиноксид $[(\text{Hex})_2\text{P}(\text{O})\text{CH}_2]_2\text{N}-\text{Oct}$. Экстракция скандия этим соединением изучена достаточно подробно

Экстракционное извлечение металлов может осложняться соэкстракцией минеральных кислот. С этой целью изучены изотермы экстракции хлороводородной и азотной кислот раствором реагента. Установлено, что бисфосфиноксид значительно слабее экстрагирует минеральные кислоты по сравнению с высшими алифатическими аминами и монофосфорилированными аминами.

Предложен механизм экстракции Sc (III) фосфиноксидом из хлоридных и перхлоратных сред, предполагающих образование ионного ассоциата, состоящего из комплекса Sc (III) с

реагентом состава 1:2 и содержащего три аниона во внешней координационной сфере.

*Работа выполнена при поддержке Российского Фонда
Фундаментальных исследований (грант 10-03-00580).*

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-У6.

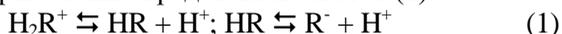
**ПРОТОЛИТИЧЕСКИЕ, КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩИЕ
И ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СВОЙСТВА
N',N'-ДИАЛКИЛГИДРАЗИДОВ
n-ТРЕТ-БУТИЛБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ**

Д.А. Муксинова, В.Ю. Гусев, В.Н.Ваулина, А.В. Радусhev

Институт технической химии Уральского отделения РАН,
Пермь, Россия, Dinara_69_@mail.ru

Получены новые соединения – N',N'-диалкилгидразида n-третбутилбензойной кислоты, общая формула соединений: n-t-BuC₆H₄CONHN(Alk)₂ (Alk = C₄H₉, C₆H₁₃, C₈H₁₇, C₁₀H₂₁). Реагенты синтезированы взаимодействием n-третбутилбензогидразида и соответствующих галоидных алкилов.

Изучены кислотно-основные равновесия в растворах реагентов (HR), которые можно представить схемой (1):



Исследованы их комплексообразующие и экстракционные свойства по отношению к меди (II). Наиболее эффективно (на 96-99%) реагенты извлекают Cu (II) в интервале pH от 4 до 6M NH₃, образуя с медью комплексы с соотношением компонентов [Cu(II)]:[реагент] = 1:2, в состав которых они входят в депротонированной форме. На область извлечения меди (II) влияет длина радикала в функциональной группе.

Реагенты эффективно извлекают медь (II) из аммиачных сред. Процесс экстракции можно представить схемой (2):



Построены изотермы экстракции и рассчитаны константы экстракции (lg K_{ex} = 2,7–4,6). Для применяемого в настоящее время в промышленности с целью извлечения Cu (II) из аммиачных растворов реагента класса β-дикетонov LIX54

$IgK_{ex} = 2,4$. Таким образом, исследуемые реагенты обладают более высокими экстрагирующими свойствами, что делает их перспективными для извлечения $Cu(II)$ из аммиачных сред. Соли аммония снижают степень извлечения меди.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-У7.

**ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СМЕСИ НА ОСНОВЕ
ДИБУТИЛФOSФОРНОЙ КИСЛОТЫ И ХЛОРИРОВАННОГО
ДИКАРБОЛЛИДА КОБАЛЬТА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
БЕССОЛЕВЫХ ИЛИ СОЛЕСОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ
РЕАГЕНТОВ**

С.А. Родионов, А.Н. Визный, Б.Я. Зильберман

Радиевый институт им. В.Г.Хлопина,

Санкт-Петербург, Россия, rodionov_s@rambler.ru

Для экстракционных систем на основе хлорированного дикарболлида кобальта и дибутилфосфорной кислоты – (ХДК-ПЭГ-МНБТФ и ДБФК-ХДК-ПЭГ-МНБТФ), предназначенных для извлечения из азотнокислых ВАО Cs и Sr , а также Cs , Sr , $R3Э$ и $ТПЭ$, соответственно, с целью оптимизации процесса реэкстракции целевых радионуклидов исследован ряд бессолевых и солесодержащих органических агентов – азотная кислота, ацетамид, нитрат гидразина, нитрат метиламина. Построены кривые и рассчитаны угловые коэффициенты зависимости коэффициентов распределения Cs , Sr , Eu , Am , Cm от концентраций HNO_3 и компонентов реэкстрагирующих растворов.

Например, для экстракционной системы $0,06$ моль/дм³ ХДК, 2(%)ОП-10 в МНБТФ при реэкстракции азотнокислого раствора нитрата метиламина (МАН) показано, что при концентрации МАН в реэкстрагенте от 1 до 5 моль/дм³ в отсутствие HNO_3 зависимость D_{Sr} от концентрации МАН носит обратный квадратичный характер ($t_{gr} = -1,9$).

В качестве реэкстрагирующих агентов целесообразно использовать наиболее гидрофильные вещества для исключения проблем отмывки реэкстрагента из органической фазы при межцикловой регенерации экстракционной смеси. Этим требо-

ваниям отвечает реэкстракционная смесь на основе нитрата метиламина, обеспечивающая при соответствующем соотношении компонентов селективную и (или) совместную реэкстракцию целевых радионуклидов.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-У8.

ПРИМЕНЕНИЕ β -ДИКЕТОНОВ В ЭКСТРАКЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ

О.И. Юрченко, Н.П. Титова, М.А. Добрян

Национальный университет им.В.Н. Каразина, Харьков, Украина,
michail.a.dobriyan@univer.kharkov.ua

Применение β -дикетонатов для экстракции и растворов соответствующих β -дикетонатов в том же растворителе в качестве градуировочных растворов позволяет достичь идентичности анализируемых и градуировочных растворов без дополнительных операций реэкстракции – экстракции. Это существенно сокращает продолжительность анализа и повышает его точность.

Разработаны методики экстракционно–атомно–абсорбционного определения меди в хромате калия с использованием ацетилацетоната меди в качестве стандартного образца, железа в деионизированной воде с применением ацетилацетоната железа как стандартного образца, хрома в стандартных образцах цветных металлов и сплавах с использованием ацетилацетоната хрома (стандартный образец).

В докладе показано, что изменение объема пробы, массы навески и стандартных добавок не вносят систематические погрешности в измерения при использовании разработанной нами методики.

Предельно определяемые количества микропримесей оценивали с помощью нижней границы определяемых содержаний. Ее значение установлено с $S_r = 0,33$ по результатам 20 параллельных определений в 7 пробах с известным содержанием аналита (от предела обнаружения до верхней границы определяемых содержаний). Таким образом, улучшение метрологических харак-

теристик предложенных методик по сравнению с известными расширяет возможности определения микроколичеств металлов методом атомной абсорбции без применения дорогостоящего и сложного оборудования.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-C1.

**EXTRACTION OF LEAD, CADMIUM AND ZINC
ON VITREOUS CARBON**

Ljiljana Babincev¹, Ljubinka Rajaković², Milana Budimir³

¹Faculty of Technical Sciences, Kos.Mitrovica, Serbia

²Faculty of Technology and Metallurgy, Belgrade, Serbia

³Faculty of Natural Science and Mathematics,
Kos. Mitrovica, Serbia, babincev@ptt.rs

Content of lead, cadmium and zinc from previously dispensed spinach samples was determined by means of extraction, caused by reduction, on a vitreous carbon electrode of M1 stripping analyzer. Prior to extraction, a mercury layer was deposited on vitreous carbon under constant current (-48,90) μA from solvate mercury II ions. Potential of working electrode (vitreous carbon with a mercury layer) was 300-400 mV more negative than dissolving potential of elements with the lowest redox potential.

Extraction potentials for individual determinations were: Pb (-0,999), Cd (-1,106) and Zn (-1,350) V. Extraction of all three elements was conducted under potential of (-1,700) V. Probations were conducted for various pH values (1,3; 1,7; 2,0; 2,1). Extracted elements are oxidized and returned to solvent. This process is followed by dissolving potentials: Pb(-1,150), Cd (0,100) and Zn (-0,490) V.

Potential of working electrode practically remains unchanged until the entire quantity of gathered element is not oxidized. Subsequent to total oxidation of this element, potential of working electrode grows until potential is attained when oxidation of the next element is conducted. Quantity of element was determined by method of standard supplements.

Keywords: extraction, lead, cadmium, zinc, vitreous carbon, stripping analyzer.

References

- [1] Z.Suturović, N.Marjanović, N.Dostanić, *Nahrung*. 1997. V. 41. P. 111.
- [2] Z.Suturović, N.Marjanović, *Nahrung*. 1998. V. 42. P. 36.
IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C2.

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ МИНЕРАЛЬНОЙ КИСЛОТЫ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЭКСТРАКЦИИ РЕНИЯ (VII) И МОЛИБДЕНА (VI) N',N'-ДИАЛКИЛГИДРАЗИДАМИ АЛИФАТИЧЕСКИХ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Т.Д. Батуева¹, А.В. Радушев¹, Т.А. Туктарева²

¹Институт технической химии Уральского отделения РАН,

²Государственный университет, Пермь, Россия,
tdbatueva@mail.ru

Изучена экстракция рения (VII) и молибдена (VI) растворами N',N'-диалкилгидразидов 2-этилгексановой кислоты в керосине из кислых сред. Установлены оптимальные условия экстракции в зависимости от концентрации H₂SO₄, HCl и экстрагента. ReO₄⁻ экстрагируется из хлороводородных и особенно эффективно из серноокислых сред растворами N',N'-диалкилгидразидов 2-этилгексановой кислоты в керосине. При использовании протонированных форм реагентов 90 – 92 %-ная полнота экстракции отмечена из растворов, содержащих 6 – 7 моль/дм³ H₂SO₄. Молибден (VI) экстрагируется при pH ~ 3 в области существования его анионных форм. При изучении скорости процесса экстракции полученные экспериментальные данные показывают, что процесс экстракции рения (VII) и молибдена (VI) из серноокислых растворов, в отличие от хлороводородных сред, растворами N',N'-диалкилгидразидов 2-этилгексановой кислоты в керосине характеризуется довольно быстрой кинетикой – количественная экстракция достигается в течение 3-х мин.

При совместной экстракции рения (VII) и молибдена (VI) при концентрациях 2,5 – 3 моль/дм³ H₂SO₄ рений (VII) имеет высокий коэффициент распределения. При экстракции в

сернокислых средах молибден (VI) остается в растворе (в 1,5 – 7 моль/дм³ H₂SO₄), в солянокислых средах он соэкстрагируется на 11,76 %. При концентрации H₂SO₄ = 2,73 моль/дм³ и соотношении [Re] : [Mo] = 1:1 рений (VI) практически полностью экстрагируется, тогда как молибден (VI) остается в водной фазе.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-СЗ.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ РАЗНОЛИГАНДНОГО КОМПЛЕКСА МОЛИБДЕНА (VI) С 2-ГИДРОКСИ-5-БРОМТИОФЕНОЛОМ И ПИРИДИНОМ

**Н.А. Вердизаде¹, А.З. Залов¹, М.А. Аллахвердиев²,
Г.И. Ибрагимов¹**

¹Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

²Государственный университет, Баку, Азербайджан

Изучена экстракция и установлены спектрофотометрические характеристики разнолигандного комплекса молибдена (VI) с 2-гидрокси-5-бромтиофенолом (ГБТФ) в присутствии пиридина (Py). Максимальное светопоглощение раствора комплекса наблюдается при 400 нм ($\epsilon = 3,8 \cdot 10^4$). По увеличению эффективности экстракции комплекса молибдена (VI) изученные растворители располагаются в следующий ряд: хлороформ > 1,2-дихлорэтан > хлорбензол > бензол > толуол > гексан > четыреххлористый углерод > этилацетат. При однократной экстракции хлороформом извлекается 98,2 % молибдена (VI) в виде разнолигандного комплекса.

Соотношение Mo (VI) : ГБТФ : Py = 1 : 2 : 2. Максимальная оптическая плотность растворов достигается в течение 10 мин. При pH = 5 комплекс устойчив двое суток. Закон Бера соблюдается в интервале концентраций молибдена (VI) 0,02–13 мкг/см³. Увеличение объема водной фазы до 100 см³ не приводит к изменению оптической плотности экстракта. Определению молибдена (VI) с ГБТФ и Py мешают ионы, образующие комплексы с ОБТФ : Fe (III), Ni (II), Ti (IV), V (IV), Nb (V), Ta (V), Mn (II), W

(VI). Мешающее влияние этих ионов устраняли добавлением маскирующих веществ, применением экстракции и изменением pH среды.

На основании полученных данных разработаны экстракционно-спектрофотометрические методики определения молибдена (VI) в разных объектах.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С4.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ И СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ
РАЗНОЛИГАНДНОГО КОМПЛЕКСА МОЛИБДЕНА (VI)
С 2,6-ДИТИОЛ-4-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛОМ И БЕНЗИЛАМИНОМ
ИЗ ВОДНОГО РАСТВОРА**

**Н.А. Вердизаде¹, К.А. Кулиев¹, М.А. Аллахвердиев²,
М.Г. Искендеров¹**

¹Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

²Государственный университет, Баку, Азербайджан

В слабокислой среде молибден (VI) с 2,6-дителиол-4-трет-бутилфенолом (ДТБФ) образует комплекс, который не экстрагируется нейтральными органическими растворителями. Исследования электромиграции в U-образной трубке и анионного обмена (анионит АВ-17) показали, что комплекс имеет анионный характер. При введении в систему бензиламина Mo (VI) экстрагируется в виде разнолигандного комплекса. Установлено, что наиболее эффективными экстрагентами являются хлороформ, 1,2-дихлорэтан и хлорбензол. Дальнейшие исследования выполняли с хлороформом.

Содержание молибдена (VI) в органической фазе определяли после реэкстракции, в водной фазе – по разности между исходным содержанием и содержанием в органической фазе. Mo (VI) с двумя молекулами ДТБФ образует двухзарядный анионный комплекс, который экстрагируется с двумя молекулами протонированного бензиламина.

Максимальное светопоглощение интенсивно окрашенного разнолигандного комплекса красного цвета наблюдается при

$\lambda = 510$ нм, $\varepsilon_k = 5 \cdot 10^4$. Комплекс образуется сразу после смешивания реагентов, максимальная оптическая плотность достигается в течение 10 мин. При слабом нагревании окраска развивается мгновенно. Комплекс устойчив более 3 суток. Закон Бера соблюдается в интервале концентраций молибдена (VI) 0,5 – 60 мкг/см³.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С5.

РЕАГЕНТЫ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ d-ПЕРЕХОДНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ПО РЕАКЦИИ С ТИОКАРБАМАТАМИ

Н.А. Вердизаде, С.Н. Кулиев, Л.И. Бабаева

Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

Одним из наиболее важных требований к аналитическим реагентам, применяемым в органическом анализе, помимо низких пределов обнаружения является установление структуры определяемого соединения, которая связана с пространственным расположением атомов в молекуле.

Известно, что дитиокарбаматы, дитиолы, многие S- и N-содержащие соединения образуют с d – переходными элементами комплексы, легкорастворимые и экстрагируемые органическими растворителями.

Для определения d-переходных элементов нами синтезированы новые реагенты – β -(R-феноксид)-этил-N-этилтиокарбаматы. Предварительно получены этилтиокарбаматтиоизоцианаты, которые при взаимодействии с β -(R-феноксид)-этанолом образуют β -(R-феноксид)-этил-N-этилтиокарбаматы.

Структура синтезированных соединений подтверждена данными элементного анализа и ИК-спектроскопии.

В спектрах отсутствуют полосы поглощения в областях 3350–3390 см⁻¹ и 2140–1990 см⁻¹, характеризующие гидроксильную и тиоизоцианатную группировки соответственно.

Появляются полосы поглощения с частотами 1460–1500 см⁻¹ и 765–675 см⁻¹, относящиеся к -NH-CO- и -CH₂-S-CH₂-группировкам.

Синтезированные кристаллические соединения белого цвета легко растворяются в органических растворителях и рекомендуются для определения d-переходных элементов (V, Mo, W) экстракционно-фотометрическим методом.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С6.

ЭКСТРАКЦИЯ РАЗНОЛИГАНДНОГО КОМПЛЕКСА ТИТАНА (IV) С 2-ГИДРОКСИ-5-БРОМТИОФЕНОЛОМ И N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИНОМ

**Н.А. Вердизаде¹, А.М. Магеррамов², А.З. Залов¹,
У.Б. Абаскулиева¹, Г.И. Ибрагимов¹**

¹Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

²Государственный университет, Баку, Азербайджан

Титан (IV) образует с 2-гидрокси-5-бромтиофенолом (ГБТФ) и N,N-диметиланилином (ДМА) разнолигандный комплекс желтого цвета. Для экстракции комплекса применяли растворители различных классов, которые по эффективности располагаются в следующий ряд: хлороформ > 1,2-дихлорэтан > хлорбензол > бензол > толуол > гексан > четыреххлористый углерод > этилацетат. При однократной экстракции хлороформом извлекается 99,1 % Ti (IV) в виде ионного ассоциата. Молярные соотношения компонентов в комплексе устанавливали методами прямой линии Асмуса, сдвига равновесия и относительного выхода.

Стехиометрическое соотношение компонентов в комплексе Ti (IV) : ГБТФ : ДМА = 1:2:2. Для образования и экстракции комплекса Ti (IV) с ОБТФ и ДМА необходимы следующие концентрации растворов: 1,2·10⁻³ М ГБТФ и 0,65 М ДМА. В оптимальных условиях (рН = 3,1–3,6) рассчитан молярный коэффициент поглощения: ε = 2,1·10⁴ при λ = 430 нм (СФ-26, l = 1 см). Закон Бера соблюдается в интервале концентраций титана 0,02–

14 мкг/см³. Установлено, что с ГБТФ окрашенные комплексы образуют также ионы Fe (III), Nb (V), Ta (V), W (V,IV), Mo (V,VI), V (II, IV,V), UO₂ (II). Избирательность определения Ti (IV) существенно увеличивается в присутствии маскирующих реагентов и при изменении рН.

Разработан экстракционно-спектрофотометрический способ определения Ti (IV) в сплавах и сталях.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С7.

ЭКСТРАКЦИЯ ТИТАНА (IV) В ВИДЕ РАЗНОЛИГАНДНОГО КОМПЛЕКСА С 2,6-ДИТИОЛ-4-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛОМ И ПИРИДИНОМ

**Н.А. Вердизаде¹, А.М. Магеррамов², К.А. Кулиев¹,
У.Б. Абаскулиева¹, М.Г. Искендеров¹**

¹Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

²Государственный университет, Баку, Азербайджан,
Mirze@mail.ru

Исследовано спектрофотометрическое определение Ti (IV) после экстракции его разнолигандного комплекса с 2,6-дитиол-4-трет-бутилфенолом (ДТБФ) и пиридином (Py). Образующийся комплекс хорошо экстрагируется органическими растворителями, наиболее эффективными являются системы с 1,2-дихлорэтаном и хлороформом. Например, при однократной экстракции хлороформом извлекается 98,2 % Ti (IV) в виде разнолигандного комплекса Ti (IV)–ДТБФ–Py.

Максимальная степень экстракции Ti (IV) в виде комплекса достигается при рН 2,2–3,8. Максимум в спектре светопоглощения отмечен при 425 нм. Молярный коэффициент светопоглощения $2,4 \cdot 10^4$. Стехиометрические коэффициенты реакции устанавливали методами прямой линии Асмуса и сдвига равновесия.

Соотношение компонентов в комплексе Ti (IV) : ДТБФ : Py = 1 : 2 : 2. Комплексообразующим ионом является TiO²⁺. Время контактирования фаз 25 мин, комплекс устойчив более

3 суток. Закон Бера соблюдается в интервале концентраций Ti (IV) 0,5–50 мкг/см³.

Выполненное исследование химико-аналитических и спектрофотометрических характеристик разнолигандного комплекса составило основу для разработки эффективных методик экстракционно-спектрофотометрического определения титана (IV).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С8.

**ЭКСТРАКЦИЯ ГАЛЛИЯ
2-ГИДРОКСИ-5-ОКТИЛБЕНЗИЛМОНОЭТАНОЛАМИНОМ**

**Э.Р. Гусейнов¹, Э.Ф. Теймуров², С.Р. Мамедова¹,
С.М. Солтанова¹**

¹Институт химических проблем НАН Аз,
Баку, Азербайджан, chem@science.az

²ЗАО «Экол Инженерные Услуги»,
Баку, Азербайджан, ekol@mail.az, tehmir78@mail.ru

Для извлечения и концентрирования малых количеств галлия из промышленных растворов, полученных при переработке галлийсодержащих руд, необходимы эффективные и доступные экстрагенты и экстракционные технологии.

Создание новых экстракционных реагентов, разработка научных основ взаимодействия их с галлием в двухфазной системе, изучение влияния среды и сопутствующих элементов, а также технологических схем извлечения и концентрирования галлия из сложных растворов остаются актуальными задачами.

Исследованы экстракционные системы с участием галлия и 2-гидрокси-5-октилбензилмоноэтанолamina, 2-гидрокси-5-алкил(C₈-C₉)бензидиэтанолamina, бис-2-гидрокси-5-октил-бензилamina, бис-2-гидрокси-5-октилбензилгидразина.

Установлены закономерности межфазного распределения галлия в изученных двухфазных системах.

В докладе обсуждаются результаты исследования экстракционных систем галлий – 2-гидрокси-5-октилбензилмоно-

этаноламин. Галлийсодержащие растворы, особенно щелочно-алюминатные растворы производства глинозема, как основного источника получения галлия, содержат в своем составе сульфаты щелочных металлов, в частности сульфаты натрия и калия.

Нами изучено действие этих солей на экстракцию галлия бензолом из щелочных растворов с применением 2-гидрокси-5-октилбензилмоноэтаноламина.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С9.

**СИНТЕЗ КОМПЛЕКСОВ ОКСАЗАЛОНОВ НА ГРАНИЦЕ
РАЗДЕЛА ФАЗ ПОЛЯРНЫХ И НЕПОЛЯРНЫХ
НЕСМЕШИВАЮЩИХСЯ РАСТВОРИТЕЛЕЙ**

А.А.Денисенко, К.С. Пушкарева, Н.Н.Буков

Кубанский государственный университет,
Краснодар, Россия, bukov@chem.kubsu.ru

Ранее нами изучено строение 2-[(β-ариламино)винил]-4(SH)-оксазалонов в хлороформе, этаноле и диметилсульфоксиде. Обнаружено, что в малополярных растворителях оксазалонны существуют в виде Z-формы, стабилизированной внутримолекулярной водородной связью. В полярных растворителях происходит изомеризация молекулы в E-форму. Образование хелатного цикла в неполярных и слабополярных растворителях позволило предположить образование координационных соединений с переходными металлами.

Получены и выделены в твердом виде комплексные соединения Co (II), Ni (II) и Cu (II) с 2-[(β-ариламино)винил]-4(SH)-оксазалоном на границе раздела фаз полярных и неполярных растворителей. Лиганд, содержащий енаминный фрагмент, экстрагировали хлороформом, ацетаты металлов – водой. При экстракции происходит окрашивание органической фазы (хлороформ) и обесцвечивание водных растворов солей. После разделения фаз и выделения комплекса из раствора хлороформа получали комплексные соединения, идентичные полученным ранее из спиртовых растворов лиганда и солей. Состав и строение выделенных комплексов изучали спектральными методами.

Обсуждаются общие положения и различия в составах и строении комплексов.

Предлагаемый способ получения комплексов переходных металлов с оксазонами более легковыводим, чем спиртовой, т.к. не требует соблюдения точного соотношения реагирующих компонентов, температурных режимов, особых условий по выделению комплексов в индивидуальном виде.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С10.

**ЭФФЕКТИВНЫЕ ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ:
РЕАГЕНТ – ЛЕГКОПЛАВКИЙ РАЗБАВИТЕЛЬ**

**Н.Д. Долгова, Е.В. Злобина, А.Г. Исмаилова,
А.В. Троеглазова, А.В. Даминова**

Национальный университет им. аль-Фараби,
Алматы, Казахстан, zeva65@mail.ru

В докладе обсуждается аналитическое применение экстракционных систем: органический реагент – легкоплавкий разбавитель. В качестве реагентов применены амины и соли четвертичных аммониевых оснований, алкилсульфиды, алкилфосфиноксиды. Основу разбавителя составляли парафин, высшие карбоновые кислоты и спирты. Полученные экстрагенты представляют собой твердый гомогенный раствор, переходящий в жидкость при $t > 60$ °С.

Для улучшения растворимости экстрагируемых комплексов металлов, а также с целью получения гомогенного экстрагента в его состав вводили спирты. Экспериментально определены растворимость экстракционных реагентов в водной фазе, а также коэффициенты распределения между органической фазой и растворами минеральных кислот различной концентрации.

Растворители имеют более низкую растворимость в воде по сравнению жидкостными аналогами. Экстракция при температуре плавления экстрагента позволяет получить мелкодисперсную систему, в ряде случаев повышает скорость образования экстрагируемых комплексов. Разделение водной и органической фаз происходит в течение нескольких минут и определяется време-

нем образования твердой фазы. Получение твердых компактных экстрактов позволяет разрабатывать гибридные методики анализа, совмещающие предварительное концентрирование и определение металлов непосредственно в экстрактах.

Изученные системы применены при разработке методик определения благородных, редких и редкоземельных металлов в природных и техногенных материалах.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С11.

ЭКСТРАКЦИЯ РАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСОВ ВАНАДИЯ В РАЗЛИЧНЫХ СТЕПЕНЯХ ОКИСЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ РАЗНЫХ КЛАССОВ

А.З. Залов

Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokahta@agbank.az

Систематически исследованы разнолигандные комплексы ванадия (II, IV, V) с 2-гидрокси-5-бромтиофенолом (ГБТФ) и аминофенолами (АФ): 2-(N,N-диметиламинометил)-4-метилфенол, 2-(N,N-диметиламинометил)-4-бромфенол и 4-хлор-2-(N,N-диметиламинометил)-6-тиофенилметилфенол.

При pH = 1,5–7,1 ванадий образует с ГБТФ окрашенное в синий цвет растворимое в воде соединение. В этой среде протонированные АФ образуют с ацидокомплексами ванадия интенсивно окрашенные экстрагируемые комплексы. По эффективности экстракции ванадия изученные растворители располагаются в следующий ряд: хлороформ > 1,2-дихлорэтан > хлорбензол > бензол > толуол > гексан > четыреххлористый углерод > этилацетат.

Образование и экстракция комплексов ванадия происходит при pH 1,1–4,5, в системах с $(1,0–1,3) \cdot 10^{-3}$ М раствором ГБТФ и $(8–8,5) \cdot 10^{-4}$ М раствором АФ. Комплексы с ГБТФ и АФ устойчивы после экстракции в течение месяца. Закон Бера выполняется при концентрациях в пределах 0,02–0,20 мкг/см³. Максимальное светопоглощение комплексов при 590–625 нм. Молярные коэффициенты светопоглощения $(3,1–4,3) \cdot 10^4$.

Ванадий (II) в комплексах находится в негидролизованном состоянии; V (IV) – в виде VO^{2+} ; V (VI) восстанавливается до V (IV) при взаимодействии с ГБТФ. Это доказано ЭПР исследованием. Большие количества щелочных, щелочно-земельных металлов и РЗЭ не мешают определению. Мешающие влияние Mo, W, Fe устраняется маскирующими реагентами и регулированием pH.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C12.

STUDIES ON THE DISTRIBUTION OF N-METHYLANTHRANILIC ACID IN TWO-PHASE SYSTEMS ORGANIC SOLVENT – WATER

L. Zapala¹, J. Kalembkiewicz¹, Ya. I. Korenman²

¹Rzeszow University of Technology, Rzeszow, Poland,
kalembic@prz.edu.pl

²Voronezh State Technological Academy, Voronezh, Russia

N-Methylantranilic (2-methylaminobenzoic) acid belongs to the group of a synthetic aromatic amino acids. These components are often applied in a pharmaceutical and chemical industry but their physicochemical properties in aqueous solutions and in two-phase systems organic solvent – water have not been sufficiently investigated. Lack of the fundamental parameters makes that the description of the physicochemical properties of these compounds in two-phase systems is impossible.

The potentiometric titrations of N-methylantranilic acid in the two-phase systems organic solvent – aqueous solution were made using benzene, toluene, carbon tetrachloride, chloroform, chlorobenzene and nitrobenzene. Taking into consideration the models of singular and multistep equilibria and the results of the potentiometric titration in two-phase systems: organic solvent – aqueous solution the values of partition constants K_D and dimerization constants K_{dim} were calculated. It has also been found, that values of distribution constants increase, while values of dimerization constants decrease along with increase of Hildebrand solubility parameter δ .

Based on determined values of the dissociation constants K_{a1} , K_{a2} and the isoelectric point pH_I , the distribution constants K_D , the dimerization constants K_{dim} and the molar balance of N-methylantranilic acid in studied systems, the contents of the particular forms ($H_2R^+_w$, HR_w , R^-_w , HR_o , $HR_{2,o}$) of N-methylantranilic acid in both phases were calculated. The diagrams of the coexistence of the different forms of this acid in the investigated systems were also prepared.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-C13.

**REMOVAL OF ARSENIC FROM WATER BY SOLID PHASE
EXTRACTION BASED ON NATURAL, CHEMICALLY MODIFIED,
SYNTHETIC AND WASTE MATERIALS**

**Branislava Jovanović¹, Nureddin Ben Issa²,
Vesna Vukašinić³, Ljubinka Rajaković³**

¹Faculty of Civil Engineering, ² Faculty of Technology
and Metallurgy, University of Belgrade, Serbia

³Faculty of Metallurgy and Technology, Podgorica, Montenegro,
branaj@grf.bg.ac.rs

This study investigates the removal efficiency of arsenic species from water on various sorbents. Selective removal of As(III) and As(V) from water was carried out with pure natural materials, iron impregnated materials, synthetic, commercial materials and waste materials.

The studies were carried out by sorption batch experiments at room temperature following the standard experimental methodology. Removal efficiency and removal kinetics for both arsenic species were investigated. Initial arsenic concentrations were 0.5 and 10 mg/L, mass of sorbents was 1-5 g in 100 mL of water. The sorption capacity of all sorbents is strongly depended on arsenic valency, initial arsenic concentration and pH. The highest removal efficiencies for both arsenic species were obtained with waste materials. For initial concentration of 10 mg/L at pH 7, waste iron slag sorption capacity was 600 for As(III) and 800 $\mu\text{gAs/g}$ for As(V). These results indicate that waste materials can be applied as efficient

and usefull sorbents for arsenic removal from water according to reuse-recycle concept.

Keywords: absorption, sorbents, arsenic removal, arsenite, arsenate.

References

- [1] J.C. Hsua, C.J. Lin , C.H. Liao, S.T. J. *Haz. Materd. Mater.* 2008. V. 153. P. 817-826.
- [2] E.Dechamps, V.Ciminelli, W.H. Holl, *Water Res.* 2005. V. 39. P. 5212-5220.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-C14.

DETERMINATION OF HEAVY METALS BY EXTRACTION (APDC/MIBK METHOD) FROM SEA WATER OF ADRIATIC (MONTENEGRO)

Jović Mihajlo¹, Ilija Tomić², Latinka Slavkovic Beskoski³, Ljubinka V. Rajaković¹, Slavka Stanković¹

¹Faculty of Technology and Metallurgy, Belgrade, Serbia
Serbia, slavka@tmf.bg.ac.rs

²IHTM-SETE, University of Belgrade,

³Institute of Nuclear Science Vinca, Belgrade, Serbia

Metals enter the aquatic environment from a variety of sources. Although most metals are naturally occurring through the biogeochemical cycle, they may also be added to the environment through anthropogenic sources, including industrial and domestic effluents, urban and storm water runoff, atmospheric sources and boating activities. Knowledge of the concentration of heavy metals is desirable for the estimation of pollution levels in sea water and for the determination of background values of metal concentrations in the corresponding regions. Samples of sea water for this work were collected in the spring and fall 2008. and the winter 2009. at seven locations in Boka Kotor bay, Montenegro, at sea surface and sea bottom. Purpose of this exploration is comparative analysis of the content of ten microelements (Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, Mn, Hg i As) in samples of sea water in diferent seasons and at different locations.

Concentrations of the explored elements were determined AAS: HG/CV-AAS, GF-AAS and F-AAS, which requires solvent extraction of

examined metals by APDC/MIBK method. Principal component analysis (PCA) is used to quantify distribution patterns of trace elements in sea water of the Boka Kotor Bay depending on the locations and seasons.

Keywords: solvent extraction, heavy metals, sea water, Boka Kotor bay.

References

[1] Brooks R.R., Presley B.J. and Kaplan I.R., *Talanta*. 1967. V. 14. P. 809-816.

[2] Goudrazi N., *J. Agric. Food Chem.* 2009. V. 57. P. 1099–1104.
IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C15.

DISTRIBUTION OF 6-AMINOHEXANOIC ACID IN TWO-PHASE SYSTEMS ORGANIC SOLVENT–WATER

J. Kalembkiewicz¹, A. Onaczyszyn-Jasińska²

¹Rzeszow University of Technology, Rzeszow, Poland,
kalembic@prz.edu.pl

²Forensic Laboratory of Voivodeship Police Command,
Rzeszow, Poland

6-Aminohexanoic acid (ϵ -aminocaproic acid, EACA, CAS 60-32-2) is a derivative and analogue of the aminoacid lysine, which makes it an effective inhibitor for enzymes. EACA belongs to a group of aminoacids which acts as an antyfibrynolitics and is used in medicine. Despite practical numerous usages of EACA there are still unknown properties of the aminoacid in a two-phase system with the exception of water - octanol ($\log P = 2,95E+00$), which greatly complicates the assessment of its physical chemistry.

EACA distribution in two-phase organic solvent systems – water (H^+ , K^+ , Cl^-), $I = 0,1$; $25^\circ C$ and its dimerization in organic phase were investigated. In the research the benzene and its derivatives: ethylbenzene, toluene, chlorobenzene, bromobenzene, nitrobenzene and ketones: undecan-2-one, octan-2-one, hexan-2-one, pentan-2-one, MIBK were used. The values of distribution constant (K_D), and dimerization constant (K_{dim}) of EACA were obtained. It was observed that the values of K_D EACA increased whereas values of K_{dim} decreased with the increase of polarity of the organic solvent in series: (i) in extraction systems with aromatic solvents:

ethylobenzene < toluene < benzene < chlorobenzene < bromobenzene < nitrobenzene, (ii) in extraction systems with ketones: undecan-2-one < octan-2-one < hexan-2-one < pentan-2-one < MBIK. The empirical correlations of distribution and dimerization constants with Hildebrand solubility parameter of organic solvents were established and they linear characters were determined.

The influence of aqueous phase pH, concentration of EACA as well as the polarity of the organic solvents on EACA physical chemistry in the two-phase extraction systems was described.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-C16.

INVESTIGATIONS OF CLOUD POINT EXTRACTION OF COPPER WITH SELECTED CARBOXYLIC ACIDS AND THEIR MIXTURES WITH AMINES

J. Kalembkiewicz, B. Papciak

Rzeszow University of Technology, Rzeszow, Poland,
kalembic@prz.edu.pl

The technique called cloud point extraction (CPE) is based on the well-known phase phenomenon in solutions of surfactants which becomes turbid and separates into two phases when changing temperature or strong electrolyte are added to the solution. During the formation of two phases, the insoluble hydrophobic complex can be trapped in the surfactant-rich phase. This technique offers an interesting alternative to the conventional extraction systems. Compared with conventional solvent extraction, CPE uses water and avoids the use of large amounts of expensive, toxic and flammable organic solvents.

In this paper, the possibility to use monocarboxylic acids and their mixtures with amines for copper(II) concentrating by the way of micellar extraction at cloud point temperature, and later flame atomic absorption spectrometry (FAAS) determination was investigated. The non-ionic surfactants of *p*-octyl polyethyleneglycolphenylethers were used to obtain surfactant rich phase.

The influence of surfactant concentration on conditions of micellar phase formation was researched. The influence of kind and concentration of strong electrolytes on cloud point temperature

(CPT) was investigated. The influence of pH on copper(II) extraction was investigated. As a complexing agents for binding copper(II) ions were used: hexanoic, benzoic and salicylic acids as well as their mixtures with diphenylamine, 2-methylpropylamine, and tri-n-propylamine. It was stated that fraction extracted ($E_{\%}$) of copper(II) increases with an increase of pH. Moreover, addition of amines causes increase of extraction of copper(II) $E_{\%}$, in comparison to systems without amine. Optimal conditions for separation of copper(II) ions in investigated systems were affirmed.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C17.

EXTRACTION OF HEAVY METAL IONS FROM THE TEETH, USING ORGANIC ACIDS

Biljana M. Kaličanin¹, Ružica S. Nikolić²

¹ Faculty of Medicine, Department of Pharmacy,
University of Nis, Serbia, bkalicanin@yahoo.com

² Faculty of Sciences, Department of Chemistry,
University of Nis, Serbia,
ruzicanf@yahoo.com

Human teeth are valuable indicators of metal body burden, as well as a readily accessible biological tissue for their analysis. Heavy metals are known to substitute for calcium in the hydroxylapatite crystals of dentin, a calcifying tissue that, unlike bone, once formed remodels very slowly.

This may be especially important for females because it is a potential endogenous source of lead that will be released during pregnancy and lactation.

For extraction of heavy metals in this paper, we used acetic acid and citric acid. The metal content extracted from the teeth, ranged from 0.50 to 1.9 $\mu\text{g/g}$ for lead, around 0.6 to 6.5 $\mu\text{g/g}$ for copper, and around 120.00 to 6000.00 $\mu\text{g/g}$ for zinc.

In order to determine extracted lead, copper and zinc content in teeth potentiometric stripping analysis (PSA) with

oxygen as the oxidant was applied as highly sensitive, selective and reliable method.

Keywords: extraction, heavy metals, teeth.

References:

- [1] J.Gdula-Argasinska, J.Appleton, K.Sawicka-Kapusta, B.Spence, *Environ. Pollut.* 2004. V. 131. № 1. P. 71-79.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C18.

**ЭКСТРАКЦИЯ МЕТАЛЛОКОМПЛЕКСОВ С ПИРОКАТЕХИНАМИ
ИЗ ТРАВильНЫХ РАСТВОРОВ**

**Е.С. Климов, В.В. Дубровина, М.В. Бузаева,
Е.Н. Калюкова, О.А. Давыдова**

Государственный технический университет, Ульяновск, Россия,
eugen1947@mail.ru

После травления железо-никелевого сплава окислительная смесь содержит значительное количество ценных металлов (железо и никель) в виде их солей, которые необходимо утилизировать, поскольку они экологически опасны.

Нами изучен новый тип устойчивых комплексонов, являющихся экологически безопасными. К ним относятся 3,5-ди-трет-бутилпирокатехин и тетрахлорпирокатехин.

В присутствии гидроксида калия пирокатехины образуют соответствующие калиевые соли (семихиноляты) SQ, C1–SQ, которые с солями металлов из травильного раствора образуют пирокатехолатные комплексы металлов:



При перемешивании реакционной смеси комплексы количественно осаждаются: выпадает сине-зеленый осадок (SQ, $t_{\text{пл}} = 118\text{--}120\text{ }^{\circ}\text{C}$) или коричневый (C1–SQ, $t_{\text{пл}} = 147\text{ }^{\circ}\text{C}$). Комплексы железа и никеля могут быть разделены перегонкой в вакууме.

Полученные комплексы хорошо растворимы в полярных и неполярных растворителях – бензоле, диэтиловом эфире, диглиме, ТГФ, ДМФА, ацетонитриле.

Комплексные соединения железа и никеля вводили в антифрикционные пластмассовые композиты на основе полиэтилена. Испытания модифицированных композитов в узлах трения показали, что длительность прирабочного режима и коэффициент трения улучшаются на 25–30 % по сравнению с немодифицированными композитами.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C19.

**ЭКСТРАКЦИЯ ГЛЮКОАМИЛАЗЫ ИЗ ДРОЖЖЕЙ
SACCHAROMYCES CEREVISIAE**

Т.А. Ковалева, Е.Л. Макарова

Государственный университет, Воронеж, Россия,
tamarakovaleva@icmail.ru

Развитие медицинской энзимологии способствует более широкому применению ферментативных препаратов в качестве терапевтических средств, при проведении клинических анализов, а также для диагностики различных заболеваний. Амилолитические препараты используют как замещающие средства для коррекции гипо- и дисферментозов желудочно-кишечного тракта. Применение глюкоамилазы возможно при аномальном накоплении гликогена в клетках и тканях.

С целью получения чистого ферментного препарата применяли экстракцию. Исходный материал – дрожжи *Saccharomyces cerevisiae*, которые высушивали в течение 4–5 дней, затем измельчали до порошкообразного состояния. После этого про-водили экстракцию.

Для получения 5%-ного раствора дрожжей 5 г сухих дрожжей растворяли в 95 г ацетатного буферного раствора (рН 4,7). Для разрушения клеточных оболочек полученный раствор растирали в фарфоровой ступке, для большего эффекта добавляли толченое стекло.

Экстракт настаивали 1 ч при комнатной температуре. Белки отделяли от балластных веществ центрифугированием при 10000 об/мин в течение 10 мин. Образовавшийся осадок удаляли. Центрифугат охлаждали до 1–3 °С, к нему приливали предварительно охлажденный до 15–20 °С изопропиловый спирт в соотношении 1:4. Полученный раствор центрифугировали при 10000 об/мин в течение 10 мин. В осадок выпадает смесь белков, главным компонентом которой является глюкоамилаза. Осадок высушивали и использовали для получения гетерогенного катализатора.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C20.

**ИЗБИРАТЕЛЬНОСТЬ АДсорбЦИИ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛЕЙ
СЕРЕБРА НА УГЛЕ И СИЛИКАГЕЛЕ**

**Е.А.Кононова, Е.Г. Белко, Р.Р. Миндиарова,
И.И. Михаленко**

Российский университет Дружбы народов,
Москва, Россия, imikhalenko@mail.ru

Области применения наночастиц благородных металлов традиционны (медицина, фармация, катализ, сенсорика) и постоянно расширяются. Цель работы – изучение влияния полярности адсорбента, криообработок жидкой и твердой фаз и температуры на кинетику концентрирования монодисперсных частиц гидрозольа Ag 0,001 вес.% на угле SECARBON GAS и Силохроме С-120 с использованием спектрофотометрии и ПЭМ.

Процент извлечения наночастиц $X\% = 100 \times (D_0 - D) / D_0$, рассчитывали по максимуму спектра поглощения Ag (400 нм) исходного золя и с сорбентом – D_0 и D соответственно. Для систем без криообработки (КО) он равен 90 % на угле и 20 % на силикагеле. После КО в жидком азоте (экспозиция 15 с) значения $X\%$ мало изменяются для С-120 и уменьшаются в 2 раза для угля. На неполярном адсорбенте избирательно осаждаются изолированные сферические частицы.

При увеличении продолжительности КО значения $X\%$ снижаются, с повышением температуры от 25 до 70 °С увеличиваются. Доля дополнительного извлечения серебра углем $X_1\% >$

80 %. В контрольной системе без твердой фазы увеличение температуры снижает содержание изолированных сферических частиц Ag за счет их агрегации. Аналогичные эксперименты выполнены с «красным» золотом, для которого агрегации нет, $X_T = 57\%$. Энергии активации изменения дисперсности (курсив) и сорбции частиц металлоколлоидов приведены ниже:

	Ag	Ag-уголь	Au	Au-уголь
Еа, кДж/моль	75	163	45	26

для систем Ag-уголь и Au-уголь отличие Еа более, чем в 6 раз.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-C21.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ
РАЗНОЛИГАНДНОГО КОМПЛЕКСА УРАНА (VI)
С 2,6-ДИТИОЛ-4-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛОМ И БЕНЗИЛАМИНОМ**

К.А. Кулиев

Государственный педагогический университет,
Баку, Азербайджан, tokayta@agbank.az

При взаимодействии урана (VI) с 2,6-дителиол-4-трет-бутил-фенолом (ДТБФ) образуется анионный комплекс, не экстрагируемый органическими растворителями. При одновременном взаимодействии урана (VI) с ДТБФ и бензиламином (БА) образуется разнолигандный комплекс, который хорошо экстрагируется.

В качестве экстрагентов применяли растворители разных классов: толуол, бензол, хлороформ, 1,2-дихлорэтан, алифатические спирты (изопентиловый, гексиловый) и их смеси. Наиболее эффективный экстрагент для извлечения разнолигандного комплекса урана (VI) – хлороформ.

При однократной экстракции хлороформом извлекается 98,4 % урана (VI) в виде разнолигандного комплекса. Установлена оптимальная кислотность для образования комплекса: $pH = 4,2-5,7$.

Стехиометрическое соотношение реагирующих компонентов в комплексе U (VI) : ДТБФ : БА = 1:2:2. Комплексообраз-

зующим ионом является UO_2^{2+} . Закон Бера соблюдается при концентрациях урана (VI) в интервале 1–100 мкг/ 5 см³.

Максимум светопоглощения разнолигандного комплекса урана (VI) при $\lambda = 440$ нм. Молярный коэффициент светопоглощения $\varepsilon_k = 2,4 \cdot 10^4$.

Полнота экстракции достигается при избытке реагентов. Равновесие при экстракции комплекса устанавливается в течение 10 мин. При слабом нагревании желтая окраска комплекса развивается мгновенно. Экстракты устойчивы более 4 суток.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C22.

НОВЫЙ РЕАГЕНТ 2-ГИДРОКСИ-5-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛ-4'-МЕТОКСИАЗОБЕНЗОЛ В ЭКСТРАКЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ ПРИРОДНЫХ ВОД

А.М. Пашаджанов

Институт химических проблем НАН Аз, Баку, Азербайджан
itpcht@itpcht.ab.az, pashadjanov-a@mail.ru

Определение микроэлементов в природных объектах имеет большое экологическое значение. Для определения кадмия и бериллия в водах при концентрациях от 0,03 до 0,07 мкг/дм³ необходимо предварительное концентрирование.

Для концентрирования кадмия, бериллия и их атомно-абсорбционного (АА) определения в природных объектах применяли 2-гидрокси-5-трет-бутилфенол-4'-метоксиазобензол (R). При взаимодействии металлов с R образуются окрашенные комплексы, максимум светопоглощения комплексов Cd–R и Be–R при 400 и 420 нм, R в этих условиях максимально поглощает при 360 нм. Оптимальные рН образования комплексов Cd–R и Be–R равны 10.0 и 4,5 соответственно.

С целью выбора экстрагента, удовлетворяющего требованиям АА-ного анализа, изучены спирты, углеводороды и галогенсодержащие растворители.

Оптимальный органический растворитель – *n*-бутиловый спирт. Результаты исследования показали, что комплексы Cd и

Ве практически полностью экстрагируются *n*-бутиловым спиртом; для количественной экстракции достаточно 2-минутного контактирования фаз.

Разработаны методики экстракционно-атомно-абсорбционного определения кадмия и бериллия в природных водах и почвах при использовании R и непосредственном распылении экстрактов в пламя. Снижены пределы обнаружения аналитов на 2–3 порядка по сравнению с прямыми АА определениями, что позволило определять токсичные соединения при концентрациях на уровне $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-5}$ %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C23.

**ЭКСТРАКЦИОННО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОИЗВОДНЫХ
n-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛА В АНАЛИЗЕ ПОЧВ**

А.М. Пашаджанов, Н.Х. Рустамов

Институт химических проблем НАН Аз, Баку, Азербайджан,
itpcht@itpcht.ab.az, pashadjanov-a@mail.ru

Определение меди, кобальта, никеля, молибдена, ванадия и циркония в почвах на уровне массовых концентраций $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-5}$ % включает стадию предварительного концентрирования. Для решения задачи эффективны реагенты, содержащие хелатообразующие функционально-аналитические группы.

Исследовано комплексообразование и экстракционное извлечение Cu, Co, Ni, Mo, V и Zr с азопроизводными *n*-трет-бутилфенола и последующее атомно-абсорбционное определением. Установлено, что Cu (II), Co (II), Ni (II), Mo (V), V(V) и Zr (IV) с 2-гидрокси-5-трет-бутилфенол-4'-нитроазобензолом образуют окрашенные экстрагируемые комплексы. При непосредственном распылении экстрактов наиболее эффективен *n*-бутиловый спирт.

Максимальное светопоглощение комплексов Cu (II), Co (II), Ni (II), Mo (V), V (V) и Zr (IV) наблюдается при 500, 480, 490, 460, 520 и 450 нм соответственно. Реагент в этих условиях максимально поглощает при 370 нм, что указывает на значительный батохромный сдвиг. Оптимальные значения pH образо-

вание комплексов Cu (II)–R, Co (II)–R, Ni(II)–R, Mo(V)–R, V(V)–R и Zr (IV)–R равны 9,5, 9,3; 9,0; 2,0; 4,5 и 3,0 соответственно.

Методами Старика-Барбанеля и сдвига равновесия установлено, что соотношение Cu : R, Co : R, Ni : R, Mo : R, V : R и Zr : R в составе комплексов 1:2. Определены степень извлечения и коэффициенты распределения аналитов.

Разработаны методики экстракционно-атомно-абсорбционного определения аналитов в почвах. Правильность предлагаемых методик проверена по стандартным образцам почвы СП-2 и СП-3.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

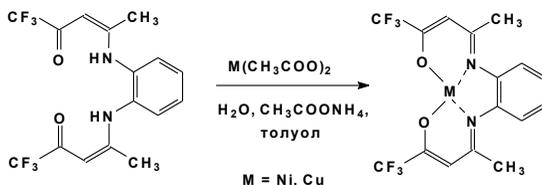
4-C24.

НОВЫЙ РЕАГЕНТ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИОННО-ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

М.А. Саморукова, М.Г. Первова, Е.Ф.Хмара, Д.Л. Чижов, В.И. Салютин, В.И. Филякова, Г.Л. Русинов, В.Н. Чарушин

Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского
Уральского отделения РАН, Екатеринбург, Россия,
pervova@ios.uran.ru

Тетрадатные бис(β-аминоены) являются лигандами, удачно сочетающимися комплексобразующие и экстракционные свойства. Разработана методика определения Ni (II) и Cu (II) в водных растворах, включающая экстракцию аналитов новым фторсодержащим лигандом (Z)-1,1,1-трифтор-4-(2-[(Z)-4,4,4-трифтор-1-метил-3-оксо-1-бутенил]амино)анилино)-3-пентен-2-оном и последующее газохроматографическое определение с пламенно-ионизационным детектором.



На примере межфазного распределения в системе толуол–вода изучено комплексообразование. Найдены оптимальные условия экстракционно-газохроматографического определения: рН=10.2, соотношение объемов толуол : вода = 1 : 5, продолжительность экстракции Ni (II) – 30 мин, Cu (II) – 10 мин. Методика апробирована на модельных растворах с концентрацией Ni (II) и Cu (II) в интервале 5–150 мг/дм³.

Установлено, что в разработанных условиях Cu (II) извлекается полностью, Ni (II) – на 15 %.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программ Уральского отделения РАН 09-М-23-2006, 09-П-3-1013.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C25.

ПРИМЕНЕНИЕ 4-(2-ПИРИДИЛАЗО)-РЕЗОРЦИНА И ХРОМАЗУРОЛА S В ЭКСТРАКЦИОННО- ФОТОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Т.Н. Симонова, В.А. Дубровина, О.Н. Цвигун

Национальный университет, Донецк, Украина,
simonovatn@yandex.ru

Предложены 4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) и хромазуrol S (XAS) для экстракционно-фотометрического определения ванадия в двухфазных водных системах на основе спиртов и полимеров.

Реакции ванадия (V) с ПАР и ванадия (IV) с XAS в водных растворах отличаются достаточной чувствительностью и селективностью. Изучена экстракция соединений ванадия с этими реагентами в расслаивающихся водных системах. Показано влияние природы высаливателя и установлены оптимальные условия экстракции комплексов ванадия (V) и (IV) с ПАР и XAS. Методами ИК-спектроскопии, молекулярной абсорбционной спектроскопии в видимой области, ЭПР, химического анализа, электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии, сдвига равновесий определен состав экстрагируемых соединений. Предложен механизм экстракции, рассчитаны константы экстракции.

Разработана ускоренная методика экстракционно-фотометрического определения ванадия (V) по реакции с ПАР в водных растворах и показана возможность экстракционного разделения и определения ванадия (V) и ванадия (IV) в системах с водорастворимыми экстрагентами. Правильность методики доказана методом «введено-найдено» и сравнением с данными, полученными атомно-абсорбционным методом.

Предлагаемая методика характеризуется хорошей воспроизводимостью (относительное стандартное отклонение не более 0,06), низкими пределами обнаружения, применением доступных и малоопасных реагентов. Продолжительность анализа в пределах 20 мин.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С26.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ
ГЕТАРИЛФОРМАЗАНАМИ В МЕТОДЕ ИНВЕРСИОННОЙ
ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ**

**Н.Ю. Стожко¹, Л.Г. Протасова¹, Л.В. Алешина¹,
Г.Н. Липунова², Т.И. Маслакова³, Н.А. Малахова¹**

¹Уральский государственный экономический университет,
Екатеринбург, Россия, sny@usue.ru

² Институт органического синтеза УрО РАН,
Екатеринбург, Россия, biosphera@planet-a.ru

³ Уральский государственный лесотехнический университет,
Екатеринбург, Россия, biosphere@uscea.ru

Впервые показана возможность применения гетарилформазанов в электроанализе для твердофазной экстракции тяжелых металлов. Синтезированы три группы гетарилформазанов: бензилбензимидазоллил-, бензтиазолил- и пиримидинилзамещенные формазаны. В результате проведенных исследований предложено использовать 1-(2-хлорфенил)-3-фенил-5-(6-метил-4-оксопиримидинил-2) формазан в анодной инверсионной вольтамперометрии меди (II), свинца (II), кадмия (II), цинка (II) и 1-(2-толил)-3-метил-5-(1-бензилбензимидазоллил-2)

формазан – в катодной инверсионной вольтамперометрии марганца (II).

Установлен состав комплексов, изучены кинетические характеристики и предложены схемы электродных реакций с образованием комплекса с формазаном при концентрировании меди (II), свинца (II), кадмия (II), цинка (II) и участием продукта окисления формазана – при концентрировании марганца (II). Разработаны методики определения металлов в природных и питьевых водах с использованием безртутных сенсоров на основе гетарилформазанов. Пределы обнаружения: 0.9 (Cu), 0.7 (Pb), 0.3 (Cd), 3.2 (Zn) и 0.04 мкг/дм³ (Mn) при 60 с электрохимического концентрирования. Методики апробированы на реальных водах. Получено соответствие результатов анализа различных вод разработанным и независимым (ААС) методами.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С27.

**ЭКСТРАКЦИЯ ИОННЫХ АССОЦИАТОВ ЭРИОХРОМОВОГО
ЗЕЛЕННОГО В И 4-АМИНОАНТИПИРИНА**

С.Д. Татаева, А.Ш. Шахабудинов, У.Г. Бюрниева

Дагестанский государственный университет,

Махачкала, Россия, anchemist@yandex.ru

Изучена экстракция разнолигандных комплексов (РЛК) Со (II) и V (V) с эриохромом зеленым В (ЭХЗ) и 4-аминоантипирином (Ant). Экстрагенты – бензол, толуол, хлороформ, диэтиловый эфир, спирты, оптимальный – н-бутанол. Максимальное извлечение ионных ассоциатов Со (II) – ЭХЗ – Ant (I) и V (V) – ЭХЗ – Ant (II) в экстракт при pH 5,0 и 4,0 соответственно. При этом степень извлечения достигает 97,8 % (I) и 98,0 % (II). Соотношение компонентов Me и ЭХЗ в экстракте определяли методами Асмуса, треугольной диаграммы, Ant – методом сдвига равновесий. Устойчивость ионных ассоциатов определяли металло-индикаторным методом или методом конкурирующих реакций, основываясь на различии в характере изменения электронных спектров экстрактов в системах Me-R-R₁-металло-индикатор. Конкурирующий лиганд (комплексон III) образует с

Со (II) и V (V) более прочные бесцветные комплексы. Основные экстракционно-фотометрические характеристики:

система	pH _{max}	λ _{max}	Me:R:R ₁	ε _{MeRR1} ·10 ⁻⁴
Со(II)-ЭХЗ-Ant	5,0	630	1:1:2	1,60±0,12
V(V)-ЭХЗ-Ant	4,0	620	1:2:4	1,32±0,08

Экстракты ионных ассоциатов кобальта и ванадия подчиняются основному закону светопоглощения при концентрациях 1–50 мкг/см³ и 1–28 мкг/см³ соответственно. Для оценки применимости экстрактов РЛК для разделения и определения Со (II), V (V) и органических оснований изучено мешающее влияние сопутствующих ионов и органических добавок.

Разработана методика экстракционно-фотометрического определения Со (II), предел обнаружения 0,005 мкг/см³.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C28.

**ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ РЕНИЯ С ОРТО-ЗАМЕЩЕННЫМИ
АЛКИЛФЕНОЛАМИ В ЭКСТРАКЦИОННЫХ СИСТЕМАХ**

**Э.Ф. Теймуров¹, М.М. Ахмедов², З.А. Ахундова²,
Э.Р. Гусейнов², Н.Г. Эфендиева²**

¹ЗАО «Экол Инженерные Услуги»,
Баку, Азербайджан, ekol@mail.az, tehmir78@mail.ru

²Институт химических проблем НАН Аз,
Баку, Азербайджан, chem@science.az

Орто-замещенные алкилфенолы, содержащие донорные атомы (O, S) и алкильные радикалы (-C_nH_{2n+1}), проявляют высокую реакционную способность по отношению к рению в экстракционных системах. Для получения сведений об условиях взаимодействия *орто*-замещенных алкилфенолов с ионами рения в двухфазных системах на примере 2-гидрокси-5-алкилмонотиофенолов изучены основные факторы, влияющие на экстракцию и аналитические свойства полученных соединений.

Оптимальные условия взаимодействия рения с указанным классом реагентов определены при изучении распределения его в экстракционных системах рений–ОТФ–НСI(H₂SO₄). Область

максимальной экстракции рения при использовании различных экстракционных реагентов составляет для солянокислых растворов от 8 до 11 н; для сернокислых растворов – от 12 до 15 н.

Зависимость коэффициентов распределения рения от равновесной концентрации ОТФ в органической фазе представляет собой прямую с тангенсом угла, равным 2, т.е. соотношение реагент : рений в составе комплекса 2 : 1. Химизм образования экстрагируемых комплексов изучен методом инфракрасной спектроскопии.

Установлены оптимальные условия концентрирования и реэкстракции рения. Разработаны методики концентрирования рения 2-гидрокси-5-алкилмонотиофенолами и определения рения с применением 2-гидрокси-5-метилтиофенола.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C29.

ЦЕЛЛЮЛОЗНЫЕ ФИЛЬТРЫ С ХИМИЧЕСКИ ИММОБИЛИЗОВАННЫМ ТИОСЕМИКАРБАЗИДОМ В ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ

**З.А. Темердашев, Е.Ю. Логачева, Дж.Н. Коншина,
В.В. Коншин**

Кубанский государственный университет,
Краснодар, Россия, k.logacheva@mail.ru

Получены и исследованы сорбционные свойства целлюлозных фильтров с ковалентно привитыми тиосемикарбазонными группами по отношению к кобальту (II), кадмию (II) и ртути (II).

Оптимальные диапазоны рН извлечения металлов составляют 9–10 для Co^{2+} , 6–9 для Cd^{2+} , 2–10.5 для Hg^{2+} . Величины ДОЕ фильтров для кобальта (II), кадмия (II) и ртути (II) находятся в диапазонах: 6–10, 22–24 и 16–20 мкмоль/г соответственно при скорости фильтрования 1,6 см³/мин. Изучена кинетика сорбции металлов твердофазным сорбентом. Обработка полученных данных с использованием уравнений кинетики первого порядка позволила вычислить константы скорости сорбции:

$(2.7 \pm 0.3) \cdot 10^{-4}$, $(1.7 \pm 0.3) \cdot 10^{-4}$ и $(1.6 \pm 0.2) \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для Co^{2+} , Cd^{2+} и Hg^{2+} соответственно. Изотермы сорбции ртути при pH 2 в диапазоне концентраций 0,04–1,1 ммоль/дм³ и кадмия при pH 8 в интервале концентраций 0–0,11 ммоль/дм³ описываются уравнением Лэнгмюра.

Показана возможность применения полученных фильтров для определения Co^{2+} в природной воде методом РФС. Полученный сорбционный материал позволяет корректно и с высокой воспроизводимостью ($s_r = 0.04$) концентрировать Co^{2+} из образцов природной воды без предварительной пробоподготовки и детектировать его в фазе сорбента методом РФС.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ: гранты 09-03-96522-р_юг_а, 09-03-01024-а

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-С30.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИОННЫХ СИСТЕМ С О,О-ДИИЗОПРОПИЛДИТИОФOSФОРНОЙ КИСЛОТОЙ

**Х.Х.Тураев, Ш.А.Касимов, Б.Х.Алимназаров,
Ф.Б.Эшкурбонов, Х.Р.Тиллаев**

Государственный университет,
Термез, Узбекистан, hhturaev@rambler.ru

Одно из важнейших направлений технического прогресса в цветной металлургии в значительной мере связано с применением экстракционных и ионообменных процессов. Экстракционный метод отличается универсальностью, позволяет разделять сложные многокомпонентные системы с различными концентрациями платиновых металлов. Процесс технологичен, сравнительно легко автоматизируется.

С целью разработки способа экстракционного извлечения благородных металлов из медно-никелевых концентратов изучено влияние примесей цветных металлов (ц.м.) на экстракцию платины в виде О,О-диизопропилдитиофосфата. Установлено, что повышение содержания железа в растворе снижает степень экстракции. Другие элементы при соотношениях Рт:ц.м. = 1:30; 1:50; 1:100 не влияют на экстракцию платины.

Показано, что медь, никель, кобальт, железо, цинк не экстрагируются О,О-диизопропилдитиофосфатом из раствора, содержащего 4–6 М азотной кислоты. Разработана методика экстракционного извлечения благородных металлов из медно-никелевого концентрата состава:

Cu – $3 \cdot 10^4$ г/т, Ni – $5,4 \cdot 10^4$ г/т, Fe – $5 \cdot 10^3$ г/т, Pt – 9,2 г/т, Ir – 0,11 г/т, Os – 0,06 г/т, Ru – 0,34 г/т, Pd – 30 г/т, Au – 0,84 г/т, Ag – 24,3 г/т.

Степень извлечения осмия, рутения, иридия, палладия, золота и серебра из 4 М азотной кислоты в присутствии больших количеств мешающих элементов, в особенности Fe, Cu, Ni, Co (1:100) составляет (%): Pt – 80, Pd – 70, Os – 70, Ru – 60, Au – 95, Ag – 90.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

4-C31.

ЭКСТРАКЦИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ О,О-ДИИЗОПРОПИЛДИТИОФОСФАТАМИ КАЛИЯ ИЗ КИСЛЫХ РАСТВОРОВ

**Х.Х.Тураев, И.Дж.Мирзаев, Б.Х.Алимназаров,
Ф.Б. Эшкурбонов**

Государственный университет, Термез, Узбекистан,
hhturaev@rambler.ru

Соединения О,О-диизопропилдитиофосфатов тяжелых металлов хорошо экстрагируются хлороформом. Щелочные, щелочноземельные элементы, сульфиды металлов не экстрагируются О,О-диизопропилдитиофосфатом калия. Также не экстрагируются элементы, образующие прочные комплексы с анионами кислот. Металлы, образующие менее прочные комплексы с анионами кислот, экстрагируются преимущественно из кислых растворов (соляная, азотная и серная кислоты). Нами исследована степень извлечения платины и палладия в зависимости от концентрации кислот в водной фазе.

Платина (IV) максимально извлекается из азотнокислых растворов. Следовательно, с остатками азотной кислоты образуются менее прочные комплексные соединения, чем с хлорид-анионами. Поэтому менее прочные комплексы платины с нитрат-

ионами уступают место крупному аниону дитиофосфатов и образуют экстрагируемые комплексы. При однократной экстракции платина (IV) извлекается из растворов серной кислоты более, чем на 80 %, а из соляной кислоты (1,5–3М) не менее, чем на 75 %. Ниже и выше этой концентрации степень экстракции несколько снижается.

Палладий экстрагируется при трехкратной экстракции из солянокислых (0,05–5М) растворов. Сравнительно высока степень экстракции (95 %) из азотнокислых растворов HNO_3 (8–11М). Значительно меньше палладий экстрагируется из сернокислых растворов. Видимо, сернокислые соединения палладия относительно прочнее, что затрудняет его экстракцию из сернокислых растворов.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С32.

ПРИМЕНЕНИЕ О,О-ДИИЗОПРОПИЛДИТИОФОСФАТОВ В ЭКСТРАКЦИОННО-РАДИОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ПРИРОДНЫХ ВОД

**Х.Х.Тураев, Г.Ж.Мукимова, Ш.А.Касимов,
Б.Х.Алимназаров, А. Жабборов, Х.Р.Тиллаев**

Государственный университет,
Термез, Узбекистан, hhturaev@rambler.ru

При радиоактивационном определении золота и серебра в природных водах мешающими элементами являются сурьма, мышьяк, скандий, стронций, цезий, рубидий, кобальт, цинк и некоторые другие. Все эти радионуклиды – долгоживущие, энергия γ - квантов которых очень близка к соответствующей энергии золота и серебра. Поэтому определение благородных металлов невозможно без радиохимической очистки от мешающих элементов.

В докладе обсуждается разработанная нами методика отделения благородных металлов от мешающих компонентов, основанная на экстракции металлов О,О-диизопропилдитиофосфатом калия из смеси хлороводородной и азотной кислот. При этом золото и серебро экстрагируются на 92 и 94 %

соответственно. Мешающие элементы экстрагируются незначительно ($D=0,01$), что создает условия для отделения золота и серебра от неблагородных элементов и для их последующего определения.

Разработана экстракционно-радиоактивационная методика определения золота и серебра в природных и сточных водах с применением О,О-диизопропилдитиофосфата калия. По этой методике проанализировано более 30 проб.

Пределы обнаружения золота и серебра соответственно составляют $2 \cdot 10^{-10}$ и $1,1 \cdot 10^{-8}$ г. Относительное отклонение $\pm 20-25$ % (Au), $\pm 30-35$ % (Ag).

Методика внедрена на одной из золотодобывающих фабрик Республики Узбекистан.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С33.

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ МИНЕРАЛЬНОЙ КИСЛОТЫ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЭКСТРАКЦИИ О-МЕТИЛМЕТИЛДИТИОФОСФОНАТОМ КАЛИЯ

**Х.Х. Тураев, И.Дж. Мирзаев, Ш.А. Касимов,
Б.Х. Алимназаров, Н. Иззатиллаев, Х.Р. Тиллаев**

Государственный университет,
Термез, Узбекистан, hhturaev@rambler.ru

В докладе обсуждается экстракция платины (IV) и палладия (II) О-метилметилдитиофосфонатом калия.

Для установления оптимальных условий экстракции готовили растворы хлоридных комплексов. Содержание каждого радиоизотопа $4 \cdot 10^{-7}$ г/см³. Для приготовления раствора О-метилметилдитиофосфоната калия отбирали их соли, взвешивали, помещали в колбу с водой. Концентрацию О-метилметилдитиофосфоната калия определяли йодометрическим титрованием, растворитель хлороформ.

Экстракцию проводили в сосудах с притертой пробкой при соотношении объемов фаз I:I. Коэффициенты распределения платины (IV), палладия (II), других элементов определяли измерением активностей водой и органической фаз на многоканальном анализаторе. Изучали экстракцию платины (IV) и

палладия (II) в зависимости от времени контакта фаз, концентрации металла и реагента, а также концентрации кислот (хлороводородной, бромоводородной, азотной и серной).

Наиболее высокая степень экстракции платины (IV) достигается в сернокислых средах в присутствии О-метилметилдитиофосфоната калия, причем степень экстракции платины (IV) возрастает с повышением концентрации серной кислоты. Максимальное извлечение (92 %) платины (IV) происходит при 60-минутном контакте из 4 М серной кислоты, максимальное извлечение палладия – при 30-минутном контакте из 2 М хлороводородной кислоты. В этих условиях изучена экстракция золота, серебра, осмия, меди, никеля, железа, кобальта, теллура, цинка, рения.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С34.

ОПТИМИЗАЦИЯ ЭКСТРАКЦИИ В СИСТЕМАХ С О-АЛКИЛАЛКИЛДИТИОФОСФОНОВОЙ И О,О-ДИИЗОПРОПИЛДИТИОФОСФОНОВОЙ КИСЛОТАМИ

**Х.Х.Тураев, Г.Ж.Мукимова, Ш.А.Касимов,
И.Дж.Мирзаев**

Государственный университет, Термез, Узбекистан,
hhturaev@rambler.ru

Дитиокислоты фосфора, как все серосодержащие лиганды, взаимодействуют в водной среде с образованием хелатных комплексов только с теми катионами, которые образуют характерный труднорастворимые в воде сульфиды.

Типичные мягкие и промежуточные кислоты Льюиса: Cu^+ , Ag^+ , Au^+ , Te^+ , Hg^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Pd^{2+} взаимодействуют с $\text{CH}_3(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})\text{PSSH}$ и $(i\text{-C}_3\text{H}_7\text{O})_2\text{PSSH}$ в водных растворах в большинстве случаев количественно при комнатной температуре. Платиновые металлы, существующие в водном растворе в устойчивой анионной форме, взаимодействуют количественно при избытке лиганда и нагревании на водяной бане в течение нескольких минут. Комплексные соединения металлов не растворяются в воде и экстрагируются органическими растворителями (хлорзамещенные углеводороды,

бензол). Экстракцию металлов осуществляли раствором реагента $\text{CH}_3(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})\text{PSSH}$, $(i\text{-C}_3\text{H}_7\text{O})_2\text{PSSH}$ в органическом растворителе или при добавлении натриевой или аммониевой соли дитиокислоты фосфора в водную фазу с последующим введением органического растворителя.

Экстракт анализировали спектрофотометрическим, используя характерное поглощение комплексов металлов с О-этилметилдитиофосфоновой и О,О-диизопропилдитиофосфорной кислотами. Состав экстрагируемых комплексов устанавливали изомолярных серий и молярных отношений наклонов. Выделенные из экстрактов комплексы, в большинстве случаев, идентичны по составу комплексам, осажденным в водной среде.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С35.

**ПРИМЕНЕНИЕ ДИМЕРКАПТОТИОПИРОНОВ
ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И РАЗДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ**

Ф.А. Чмиленко, С.Н. Худякова

Национальный университет им. Олеса Гончара,
Днепропетровск, Украина, analyticdnu@mail.ru

Среди органических реагентов, успешно применяемых в аналитической химии, важное место занимают серосодержащие соединения, в том числе димеркаптотиопироны. Они образуют с некоторыми металлами прочные и интенсивно окрашенные соединения. Эффективные экстрагенты для большинства тиопирондимеркаптидных соединений (ТДС) – спирты, сложные эфиры, кетоны.

При фотометрическом определении олова мешающие элементы отделяли от Sn (IV) в 0,1–0,2 М HCl экстракцией амилацетатом в виде бензилтиопирондимеркаптидных комплексов. При этом ТДС Cu (II), Sb (V) и Bi (III) экстрагируются, переходя в органический слой, Sn (IV) остается в водной фазе. Экстракционное разделение свинца и олова достигается при pH~4.

Предложены способы извлечения отдельных групп соединений, включая осмий. Установлена возможность кон-

центрирования Os (IV,VI) в виде метилтиопирондимеркаптидных (МТД) комплексов флотацией амилацетатом. При $\text{pH} < 1$ МТД осмий концентрируется (образуется осадок), МТД Ag (I), Pt (IV), Pd (II) и Au (III) экстрагируются амилацетатом. При $\text{pH} 8-9$ экстрагируются МТД Ag (I) и флотация МТД Os (VI) и Pd (II). В этих условиях МТД Pt (IV) и Au (III) не экстрагируются амилацетатом. Из флотоконцентрата извлекают осмий растворением его МТД в диметилформамиде. Более 1×10^3 -кратные количества ионов Zn, Al, Mn, Ni, Co, Cr (III), Fe (III) и 1×10^2 -кратные – Cu (II) не мешают комплексообразованию и извлечению $3 \cdot (10^{-9} - 10^{-6})$ М осмия из растворов.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

4-С36.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ
ВОДОРАСТВОРИМЫХ ВИТАМИНОВ ИЗ КОМБИКОРМОВ**

Е.С. Шенцова, Л.И. Лыткина

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
lesnykh87@list.ru

Водорастворимые витамины – низкомолекулярные органические вещества, необходимые для нормального обмена веществ. Витамин В₁ не обладает собственной флуоресценцией, но его щелочные растворы легко окисляются с образованием тиохрома, водно-щелочной раствор которого флуоресцирует.

Предлагается выделять тиамин методом микроэкстракции. Стеклянную хроматографическую колонку заполняют силикагелем, для последующего элюирования витамина В₁ из анализируемого комбикорма применяют кипящий раствор хлорида калия. Затем тиамин окисляют и экстрагируют изобутиловым спиртом. Разработанная нами методика легковыполнима, обеспечивает получение надежных результатов. Продолжительность анализа в пределах 35 мин.

Экспресс-методику определения холинхлорида (витамин В₄) в премиксах осуществляют с применением детектирующего устройства типа «пьезоэлектронный нос», снабженного шестью пьезокварцевыми резонаторами. Частоты колебаний всех резонаторов фиксируются одновременно, в результате формируется суммарный сигнал в виде кинетического «визуального отпечатка».

Контроль содержания водорастворимого витамина U применяется при производстве комбикормовой продукции лечебно-профилактического назначения. Методика включает экстрагирование образовавшегося рейнеката аммония этиловым спиртом. Установлена оптимальная концентрация экстрагента: 50...75 мас.%.

СЕКЦИЯ 5

**ЭКСТРАКЦИЯ
В ОРГАНИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ,
В П.Ч. ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТОВ, МЕДИЦИНСКИХ
И ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ
ПРЕПАРАТОВ**

5-У1.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
2,4-ДИНИТРОФЕНОЛА И 2-АМИНО-4-НИТРОФЕНОЛА
ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ
В БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ**

А.П. Асташкина¹, В.К. Шорманов², И.А. Дмитриева³

¹Политехнический университет, Томск, Россия, ara2004@mail.ru

²Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

³Курская биофабрика-фирма «БИОК», Курск, Россия

Установлено, что 2,4-динитрофенол (2,4-ДНФ) и его метаболит 2-амино-4-нитрофенол (2-А-4-НФ) в водных растворах с рН 5–12 образуют с хлоридом 2,3,5-трифенилтетразолия (2,3,5-ТФТ) малозаряженные продукты, растворимые в неполярных органических растворителях.

Образующиеся продукты можно одновременно отнести к ионным ассоциатам и молекулярным комплексам с межмолекулярным переносом заряда по типу n -донор (реагент) \rightarrow π -акцептор (нитрофенол).

Изучена возможность разделения образующихся в водных растворах комплексов анализируемых веществ с 2,3,5-ТФТ путем экстрагирования гидрофобными органическими растворителями, в частности, хлороформом. Селективное извлечение из водных растворов, мочи и плазмы крови 2,4-ДНФ хлороформом достигается при концентрациях цветореагента в водной фазе 0,05–0,07 %. В этих условиях 2-А-4-НФ в экстракт не переходит. Экстракция 2-А-4-НФ может быть проведена после доведения содержания 2,3,5-ТФТ в водной фазе до 10–12 %.

Количественное определение исследуемых веществ осуществляли фотометрическим методом.

Разработанная нами методика рекомендуется для селективного определения 2,4-ДНФ и его метаболита при совместном присутствии в биологических жидкостях (моча, кровь) с относительной погрешностью, не превышающей 3 %.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ
И ИММУНОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИБИОТИКОВ
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ**

О.В. Воронежцева¹, С.А. Еремин², Т.Н. Ермолаева¹

¹Государственный технический университет,
Липецк, Россия, ermolaeva@stu.lipetsk.ru

²Государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия

Фармацевтические препараты, применяющиеся для лечения животных, могут аккумулироваться в пищевой продукции и представляют опасность для человека.

Изучены закономерности извлечения аминогликозидных и тетрациклиновых антибиотиков из мяса и яиц с помощью ацетонитрила, гексана, дихлорэтана, ацетона, метанола, водных растворов и буферных систем с различными значениями рН. Показано, что при применении фосфатного буферного раствора (рН 7,2) и сульфата аммония для осаждения белков достигается практически полное извлечение аминогликозидных антибиотиков из мяса, в системах с ацетонитрилом максимально извлекаются антибиотики различных групп из яиц и тетрациклины из мяса.

Для детектирования антибиотиков в концентратах применяли следующие иммунохимические методы: поляризационный флуоресцентный иммуноанализ, иммунохроматографические стрип-тесты “Velox” и проточно-инжекционный анализ с применением пьезокварцевых иммуносенсоров. Рассчитаны пределы обнаружения антибиотиков и диапазоны определяемых содержаний.

Все примененные нами иммунохимические методы позволяют определять антибиотики на уровне предельно допустимых и более низких концентраций.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ и администрации Липецкой области (грант № 09-03-97566_р_центр_а).

5-УЗ.

**ЭКСТРАКЦИЯ ВЫСШИХ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ
С КАТИОННЫМ КРАСИТЕЛЕМ САФРАНИНОМ Т
И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ В КОЛИЧЕСТВЕННОМ АНАЛИЗЕ**

В.В. Жилко, Е.М. Рахманько

Государственный университет, Минск, Беларусь,
zhylko@yahoo.com, zhylko@tut.by

Обнаружено, что сафранин Т – единственный из известных устойчивых в сильнощелочных средах катионных красителей, хорошо экстрагируемый с анионами, в том числе с гидрофобными карбоновыми кислотами.

На экстракцию сафранина Т с высшими карбоновыми кислотами значительное влияние оказывают рН и длина радикала кислоты. Получены основные константы, характеризующие экстракцию. Установлено, что оптимальными рН для экстракции высших карбоновых кислот с сафранином Т являются рН~12. Показано также, что увеличение констант экстракции высших карбоновых кислот с сафранином Т с повышением рН обусловлено подавлением молекулярной экстракции высших карбоновых кислот органическим растворителем.

Изучено влияние на экстракцию высших карбоновых кислот с сафранином Т состава и природы органического растворителя, а также других факторов. Примеси большинства неорганических и полярных органических анионов не оказывают значительного влияния на экстракцию высших карбоновых кислот.

С использованием сафранина Т разработаны экстракционно-фотометрические методики определения высших карбоновых кислот в водной и органических средах. Проверены их правильность, а также применимость для анализа реальных объектов.

Методики характеризуются низкими пределами обнаружения, воспроизводимостью и селективностью.

5-У4.

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ
ВИБРОЭКСТРАГИРОВАНИЯ ДЛЯ ПЕРЕРАБОТКИ
РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

**В.Л. Завьялов, В.С. Бодров, Т.Г. Мисюра, Н.В. Попова,
Ю.В. Запорожец**

Национальный университет пищевых технологий,
Киев, Украина, zavialov@nuft.edu.ua

В промышленности мелкофракционное растительное сырье или подготовленная к экстрагированию масса не обладают достаточной пористостью для эффективного экстрагирования традиционными способами. Перспективны виброэкстракторы, использующие новый принцип противоточного разделения фаз. Их преимущество определяется гидродинамикой знакопеременных пульсирующих струй, генерируемых элементами (соплами) виброперемешивающих тарелок специальных конструкций. Тарелки создают оптимальные гидродинамические условия для противоточного массообмена благодаря интенсивному микроперемешиванию в поперечном сечении рабочего объема аппарата с минимальным продольным сечением. Развитая при этом значительная межфазная поверхность при исключительно высокой турбулентности в зоне тарелки создает необходимые условия для интенсивного массообмена.

Разработанная конструкция виброэкстрактора представляет собой вертикальный цилиндрический корпус с U-образным устройством для загрузки сырья и выгрузочным лотком. Внутри корпуса расположено уравновешенное вибротранспортное устройство, состоящее из системы штоков с поочередно закрепленными на них вибротранспортирующими тарелками. Экстрагент подается на уровень верхней тарелки и выводится из нижней части аппарата через сепарирующее устройство.

Результаты исследования дальнего действия пульсирующих струй, определяющих уровень продольного перемешивания, транспортирующая способность и массообменные характеристики обобщены в пространственно-временных координатах, а также критериальными уравнениями, которые могут быть использованы при конструировании виброэкстракторов.

5-У5.

**ЭКСТРАКЦИОННАЯ МЕТОДИКА ПРОБОПОДГОТОВКИ ЯБЛОК
ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕБУФЕНПИРАДА**

М.Ф. Заяц¹, Н.В. Петрашкевич¹, С.М. Лещев², М.А. Заяц²

¹Институт защиты растений НАН РБ,
Минск, Беларусь, mikhail_zayat@tut.by

²Государственный университет, Минск, Беларусь,
marina_zayats@tut.by

При $20 \pm 1^\circ\text{C}$ изучено распределение тебуфенпирада между гексаном и водными растворами органических растворителей в системах гексан – ацетонитрил – вода и гексан – метанол – вода. При переходе от воды к метанолу и ацетонитрилу в системах гексан – водно-органические смеси константы распределения (D) тебуфенпирада уменьшаются более, чем на 5 порядков – с $1,07 \cdot 10^5$ до 0,54.

Изменение $\lg D$ тебуфенпирада в зависимости от концентрации ацетонитрила или метанола в водно-органической фазе происходит нелинейно. При одинаковых концентрациях органических растворителей в воде константы D в области концентраций $>90\%$ имеют близкие значения, в интервале концентраций органических растворителей 20–60 % по объему различия в константах распределения возрастают до одного порядка и более.

Разработана экстракционно-газохроматографическая методика пробоподготовки для определения тебуфенпирада в яблоках. Методика пробоподготовки обеспечивает получение хроматограмм без пиков, интерферирующих с пиком определяемого вещества, характеризуется 95 %-ным извлечением тебуфенпирада, стандартное отклонение в пределах 4 %. Предложены условия газохроматографического определения тебуфенпирада при концентрациях на уровне $3,2 \cdot 10^{-3}$ мг/кг, что в 6 раза ниже максимально допустимого для яблок в странах Евросоюза. Методика определения остаточных количеств тебуфенпирада характеризуется высокой точностью и воспроизводимостью.

5-У6.

**ЭКСТРАКЦИОННАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ОГУРЦОВ,
ТОМАТОВ И ЯБЛОК ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АБАМЕКТИНА**

М.Ф. Заяц¹, Н.В. Петрашкевич¹, С.М. Лещев², М.А. Заяц²

¹Институт защиты растений НАН РБ,
Минск, Беларусь, mikhail_zayat@tut.by

²Государственный университет, Минск, Беларусь,
marina_zayats@tut.by

При 20 ± 1 °С изучено распределение абамектина между гексаном и водными растворами органических растворителей в системах гексан – ацетонитрил – вода и гексан – метанол – вода. Установлено, что при переходе от воды к метанолу и ацетонитрилу в системах гексан – водно-органические смеси происходит уменьшение констант распределения (D) абамектина на 5 порядков – с $2,9 \cdot 10^2$ до $3,3 \cdot 10^{-3}$.

Зависимости $\lg D$ абамектина от концентрации ацетонитрила или метанола в водно-органической фазе нелинейны. При одинаковых концентрациях органических растворителей в воде константы распределения в области концентраций >80 % имеют близкие значения, в диапазоне концентраций органических растворителей 20–60 % по объему различия в константах распределения доходят до одного порядка и более.

Изменение состава водно-органической фазы вызывает резкое изменение констант распределения абамектина. Это явление использовано нами для разработки легковыполнимой и эффективной методики очистки абамектина от мешающих компонентов матрицы при количественном определении абамектина в огурцах, томатах и яблоках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методика позволяет определять абамектин при концентрациях на уровне 0,01 мг/кг матрицы, степень извлечения абамектина 76–85 %, стандартное отклонение в пределах 4 %.

**ЭКСТРАКЦИЯ ВИТАМИНОВ ГРУППЫ В
ВОДОРАСТВОРИМЫМИ ПОЛИМЕРАМИ ИЗ ВОДНЫХ СРЕД**

**А.В. Зыков¹, Ю.В. Цыплухина², Н.Я. Мокшина²,
Я.И. Коренман¹**

¹Государственная технологическая академия,
Россия, Воронеж, Alekseyzykov86@yandex.ru

²Военный авиационный инженерный университет,
Россия, Воронеж

Жидкостная экстракция продолжает занимать лидирующее положение среди методов разделения и концентрирования органических веществ. Цель исследования – разработка эффективных экстракционных систем для извлечения витаминов группы В (тиамин гидрохлорид, рибофлавин и рибофлавин-мононуклеотид, пиридоксин гидрохлорид, цианокобаламин) на основе нетоксичных водорастворимых полимеров.

Витамины экстрагировали полиэтиленгликолями, поли-N-винилпирролидоном, поли-N-винилкапролактамом и поли-N-винил-N-метилацетамидом (безреагентная рекстракция). Концентрацию экстрагентов варьировали от 1 до 20 мас. %. Необходимым условием экстракции полимерами является насыщение водной фазы электролитом, понижающим растворимость полимеров в воде. Установлено, что из изученных электролитов наиболее эффективны сульфат аммония и карбонат калия.

Наиболее полно в изученных системах экстрагируется цианокобаламин (витамин В₁₂), степень извлечения достигает 98 %. Несмотря на меньшую степень извлечения других витаминов (от 20 до 70 %), отметим высокий коэффициент концентрирования, который не зависит от концентрации полимеров в изученном диапазоне и в некоторых системах достигает 80. Уравнения, описывающие зависимость степени извлечения витаминов от концентрации полимеров, применимы для решения задач, связанных с прогнозированием степени извлечения. Изученные системы рекомендуются для определения витаминов группы В в различных объектах (культуральные жидкости, фармацевтические препараты, соки).

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

5-У8.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТАЧИХ
ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ
СЕНСОРОМ ПРИ ГАЗОВОЙ ЭКСТРАКЦИИ
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

В.В. Коваленко

Институт геохимии и аналитической химии
им. В.И.Вернадского РАН, Москва, Россия, kovavl@yandex.ru

Газовая экстракция – легковыполнимый способ перевода летучих органических соединений из воды в газ для последующего разделения, суммарного и селективного определения без разделения.

Твердозлектролитные газовые сенсоры на основе стабилизированного диоксида циркония широко применяются в газовом анализе для определения кислорода и окисляемых кислородом веществ.

В потенциометрическом режиме пределы измерения твердоэлектролитного датчика парциального давления кислорода в газе находятся в интервале 10^{-6} до 100 % (об.), погрешность 0,5–10 %.

Теоретически такими сенсорами можно определять летучие растворенные в воде органические соединения с концентрацией от 10^{-5} г/дм³ при коэффициенте распределения $K_{lg} = 1$.

Исследованы аналитические параметры метода в динамическом и проточном вариантах экстракции из водных растворов с использованием проточно-циркуляционного реактора окисления. Изучены водные растворы бензола, толуола, гептана, гексана ($K_{lg} \sim 1$) и водные растворы этилового, пропилового и бутилового спиртов ($K_{lg} > 1$). Диапазон концентраций экстрагируемых веществ в модельных растворах первой группы на уровне 0,001 – 0,5 г/дм³, концентрации растворов спиртов в пределах 0,01 – 10 г/дм³.

Использование инертного газа в качестве экстрагента снижает пределы обнаружения метода в соответствии с законом Нернста.

ЭКСТРАКЦИЯ ДНК ИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Е.В. Короткая, А.Ю. Просеков, И.С. Разумникова

Технологический институт пищевой промышленности,
Кемерово, Россия, irazumnikova@rambler.ru

В последнее время на российском рынке появилась проблема, связанная с распространением генетически модифицированных продуктов, так как потребители настороженно относятся к нетрадиционным пищевым добавкам и технологиям. Между тем опасны не сами генетически модифицированные организмы (ГМО), а кустарное производство таких продуктов. Поэтому важна качественная система контроля за оборотом ГМО на продовольственном рынке Российской Федерации и информированность населения, что особенно важно при введении соответствующей маркировки.

Анализ пищевых продуктов, полученных из/или с использованием ГМО, проводили методом полимеразной цепной реакции (ПЦР).

Набор реагентов «DiatomTM DNA Prep 100» используется для экстракции ДНК практически из всего разнообразия пищевого сырья, продуктов его переработки, полуфабрикатов и пищевых продуктов растительного, животного и смешанного происхождения. Методика экстракционного выделения ДНК основана на твердофазной экстракции преимущественно высокомолекулярной фракции нуклеиновых кислот на частицах сорбента. Минимальное количество образца исследуемого материала, необходимое для проведения анализа, составляет около 0,5 г (0,5 см³). Объем полученного экстракта ДНК (препарат ДНК) из одного образца исследуемого материала (около 0,05 см³) позволяет при необходимости проводить ПЦР с его использованием до 10 раз.

Выполненное нами исследование направлено на получение очищенных нуклеиновых кислот из различных источников с целью проведения специфического скрининга с использованием полимеразной цепной реакции и в конечном счете на контроль безопасности пищевых продуктов и различных добавок.

**МЕЖФАЗНОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ
АМИНОКИСЛОТ И АНТИБИОТИКОВ В СИСТЕМЕ
ВОДНЫЙ РАСТВОР – ОРГАНИЧЕСКИЙ РАСТВОР
СУЛЬФОЭКСТРАГЕНТА**

З.И. Куваева

Институт физико-органической химии НАН РБ,
Минск, Беларусь, lie@bas-net.by

В докладе обсуждаются особенности межфазного распределения некоторых аминокислот и антибиотиков в экстракционной системе водный раствор – раствор динонилнафталинсульфокислоты (HD).

На примере треонина и гомосерина показано, что определяющим фактором экстрагируемости этих аминокислот являются не гидрофобные свойства их молекул, а структурное строение боковой цепи аминокислоты. Различное положение гидроксигруппы алифатического радикала трионина и гомосерина оказывает существенное влияние на степень их извлечения из водной фазы. Наличие имидазольного кольца в молекуле гистидина создает благоприятные условия для дополнительного взаимодействия с HD, наиболее сильно проявляющегося в кислой области.

Обнаружено различное влияние полярности растворителя сульфоекстрагента на межфазное распределение в зависимости от вида противоиона сульфогруппы HD

При экстракции антибиотиков (эритромицина, тобрамицина) межфазное распределение определяется как зарядом молекулы и ее гидрофобностью, так и полярностью растворителя HD. Добавление спирта к HD, растворенной в октане, приводит к увеличению экстрагируемости эритромицина, в то время, как степень извлечения тобрамицина уменьшается.

Установлено, что экстракция эритромицина смесями органических растворителей сопровождается синергетическим эффектом.

**СПОСОБЫ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ ИЗ БЕРЕЗОВОГО ГРИБА
ЧАГИ *INONOTUS OBLIQUUS***

О.Ю. Кузнецова, М.А. Сысоева

Государственный технологический университет,
Казань, Россия, Kuznetsovaolga@mail.ru

Экстракты из трутового гриба чаги *Inonotus obliquus* обладают разнообразными лечебными свойствами, применяются в медицине как средство для лечения и профилактики болезней желудочно-кишечного тракта и онкологических заболеваний различной этиологии.

В докладе обсуждаются различные подходы к получению экстрактов березового гриба чаги. Обобщаются собственные экспериментальные данные по изучению влияния различных способов экстрагирования чаги на формирование сложной полидисперсной коллоидной системы извлечения и на образование пространственной структуры дисперсной фазы, представленной меланинами.

Изучено влияние различных факторов интенсификации процесса извлечения экстрактивных веществ чаги, таких как способ экстрагирования, продолжительность извлечения, размер сырья, замена традиционного экстрагента путем введения комплексонов, органических растворителей, щелочей в различном диапазоне концентраций, разрешенных для применения в фармацевтической промышленности.

Показано, что при различных способах экстрагирования чаги получаются сложные коллоидные полидисперсные системы, сильно отличающиеся по составу и свойствам дисперсионной среды и дисперсной фазы.

Результаты сопоставлены с известными данными, полученными при экстрагировании чаги другими методами, например, с применением ультразвука, СО₂-экстракции, электрического поля и других.

5-У12.

**ПРОТИВОРАКОВОЕ ДЕЙСТВИЕ ЭКСТРАКТА ВИДА
CRATAEGUS MONOGYNA JACQ (БОЯРЫШНИК)**

Ramazan Mammadov¹, Hakan Akça², Olcay Düşen³

^{1,3}Кафедра биологии, Университет Памуккале, Денизли, Турция,
rmammad@yahoo.com

²Кафедра медицинской биологии, Университет Памуккале,
Денизли, Турция

Известны работы по исследованию действия экстрактов *Crataegus* L. на разных клеточных типах. Начиная с XVI века, боярышник используется в медицине. В XIX веке стали применять чай из цветков и листьев боярышника, как кровоочистительное средство, с начала XX века плоды и цветки боярышника рекомендуются как лекарственное средство при заболеваниях сердца и сосудов.

Действующие вещества боярышника (флавоноиды и просианидины) оказывают расширяющее действие на сосуды сердца и улучшают усвоение кислорода сердечной мышцей, она начинает сокращаться сильнее и реже. Кроме того, боярышник снижает кровяное давление и оказывает успокаивающее действие.

На территории Турции распространены 17 видов *Crataegus* L. *C. monogyna* Jacq. один из этих видов. Экстракты приготовлены на основе этилового спирта из сушеных листьев и ягод вида *C. monogyna* Jacq.

Клетки рака легких (PC3 и PC14) инкубированы на экстракты в концентрациях 0,2, 0,1, 0,05, 0,025, 0,0125, 0,01 и 0,001 мг/см³. После окончания инкубационного периода определяли жизнеспособность клеток с применением теста МТТ.

Установлено, что сильное цитотоксическое воздействие (28 %) экстракт боярышника оказывает на клетки рака легких PC3, что значительно больше воздействия на клетки PC14.

**СРАВНЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ СПОСОБОВ ЭКСТРАКЦИИ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ИЗ ЛЕКАРСТВЕННОГО РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

**И.А. Платонов¹, Н.В. Никитченко¹, Л.А. Онучак¹,
В.А. Куркин², Ю.И. Арутюнов¹**

¹Государственный университет, Самара, Россия,
pia@ssu.samara.ru

²Государственный медицинский университет, Самара, Россия,
vakur@samaramail.ru

Разработка эффективных, безопасных и экономически целесообразных экстракционных технологий извлечения биологически активных соединений из сырья лекарственных растений – актуальная задача. Одно из перспективных направлений решения этой задачи является экстракция субкритической водой. Выбор воды в качестве экстрагента обусловлен тем, что она является неогнеопасным, нетоксичным, доступным и экологически безопасным растворителем. Учтено также, что при определенных температуре и давлении диэлектрическая проницаемость воды понижается, в таком состоянии вода способна экстрагировать неполярные органические соединения.

Проведена сравнительная оценка эффективности экстракции биологически активных соединений из лекарственного растения (расторопша пятнистая) субкритической водой в проточном режиме и с применением органических растворителей, например этиловым спиртом. Качественный и количественный анализ полученных экстрактов плодов расторопши проводили методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Экспериментально установлено, что экстракция гидрофобных биологически активных соединений субкритической водой по эффективности количественно сопоставима с экстракцией этиловым спиртом.

*Работа выполнена в рамках проекта №02.740.11.0650
Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг.*

**ИЗУЧЕНИЕ УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИИ АНТАБУСА
ИЗ КРОВИ ЧЕЛОВЕКА**

**А.П. Просветова¹, В.К. Шорманов², Е.П. Дурицын¹,
Н.А. Горбачева³**

¹Медицинская академия им. Н.Н. Бурденко, Воронеж, Россия,
anastasia-prosvetova@yandex.ru

²Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

³Российский Центр судебно-медицинской экспертизы,
Москва, Россия

Изучены особенности экстракции антабуса (тетраэтилтиурамдисульфид) из крови человека органическими растворителями. При выделении антабуса из крови этилацетатом (двукратное настаивание по 45 мин при массовом соотношении изолирующий агент–биоматериал 2:1) степень извлечения антабуса не превышает 7 %. Это свидетельствует о существовании достаточно устойчивых связей между антабусом и специфическими для крови биологическими веществами.

С целью нарушения устойчивости таких связей и повышения степени извлечения антабуса из крови при экстракции этилацетатом изучена возможность введения в биологические пробы электролитов, термическое и ферментативное воздействия на исследуемые образцы крови.

Определение антабуса в экстрактах после предварительной очистки в колонке, заполненной силикагелем, осуществляли методом ВЭЖХ: сорбент «Силасорб-600», подвижная фаза гексан–1,4-диоксан–изопропиловый спирт (15:5:1).

Результаты выполненных нами исследований показали, что при введении в пробы крови, содержащие антабус, фторида натрия степень извлечения анализируемого вещества этилацетатом в разработанных условиях значительно возрастает и достигает 62–73 %.

Ферментативное воздействие (термостатирование биопроб с пепсином или трипсином при 37 °С в течение 10–14 ч) повышает степень извлечения антабуса до 50–80 %.

5-У15.

**ИЗУЧЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ПРОЦЕССОВ ДОСТАВКИ
ПРОТИВООПУХОЛЕВЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ К
ПОРАЖЕННЫМ ТКАНЯМ И ОРГАНАМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
МЕТОДА ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

А.А. Сидорова¹, А.В. Григорьев¹, А.А. Карцова²

¹Государственный политехнический университет,

ЦКП «Аналитическая спектроскопия»,

Санкт-Петербург, Россия, csu@delfa.net

² Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
kartsova@gmail.com

Разработка новых эффективных и совершенствование существующих методов локальной доставки лекарственных препаратов при химиотерапии онкологических заболеваний – одна из наиболее актуальных задач онкологии и клинической биохимии. Важность данного направления определяется высокой токсичностью, ограниченным диапазоном терапевтических концентраций и стоимостью противоопухолевых препаратов.

Для оценки эффективности новых способов транспортировки, исследования фармакокинетики и фармакодинамики, а также контроля системного сброса противоопухолевых лекарственных препаратов (митомидин С, винбластин, мелфалан) нами разработаны и валидированы методики анализа, включающие извлечение аналитов из биологических объектов (ткань легкого, мочевого пузыря, предстательной железы, плазма крови) с последующим хромато-масс-спектрометрическим определением. Наиболее сложным и трудоемким этапом анализа является пробоподготовка, которая в зависимости от объекта исследования может включать гомогенизацию, осаждение белков, гидролиз, твердофазную или жидкость-жидкостную экстракцию. Разработанные методики позволяют осуществлять контроль химиотерапии, оценивать степень и глубину проникновения онкопрепаратов при реализации методов локальной доставки.

Работа проводится совместно с ФГУ «НИИ онкологии им. Петрова Росмедтехнологий» и кафедрой урологии ВМедА им. Кирова.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ
АНТИБИОТИКА ЛЕВОМИЦЕТИНА В ПРОДУКТАХ
С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЖИРА**

Л. И. Соколова, А. П. Черняев, К. О. Белюстова

Дальневосточный государственный университет,
Владивосток, Россия, sokolova@chem.dvgu.ru

Проблема определения остаточных количеств антибиотиков в пищевых продуктах приобретает в последнее время все большую актуальность. Это связано как с внедрением в медицинскую практику новых препаратов, так и с появлением штаммов микроорганизмов, относительно устойчивых к антибиотикам.

Задачи определения малых количеств лекарственных препаратов в различных объектах успешно решаются с использованием твердофазной экстракции (ТФЭ). Перспективными для этих целей являются материалы, получаемые на основе природных цеолитов, в частности, Чугуевского и Кокшаровского месторождений Приморского края.

Содержание левомицетина в пищевых продуктах не нормируется, что связано с трудностью его извлечения. Метод ТФЭ с использованием сорбционного концентрирования в статическом и динамическом режимах позволяет увеличить степень извлечения антибиотика из пищевых продуктов с высоким (>30%) содержанием жира до 60 %.

Нами предлагается методика выделения, концентрирования и определения антибиотика левомицетина в продуктах с высоким содержанием жира. Показано, что метод ТФЭ с применением сорбента, полученного на основе Приморских цеолитов, позволяет не только увеличить степень извлечения антибиотика из пищевых продуктов, но и получать экстракты с чистотой, достаточной для проведения анализа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

**МИЦЕЛЛЯРНО-ЭКСТРАКЦИОННОЕ
КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ БИОЛОГИЧЕСКИ
АКТИВНЫХ СУБСТРАТОВ МОДИФИЦИРОВАННЫМИ
ФАЗАМИ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ**

В.С. Старова, С.А. Куличенко

Национальный университет им. Т. Шевченко, Киев, Украина,
starova_v@univ.kiev.ua

Применение низкотемпературных фазовых переходов в растворах ионных поверхностно-активных веществ (ПАВ) для целей концентрирования способствует созданию экобезопасных гибридных методик определения лабильных биологически активных субстратов. За счет сочетания электростатических и гидрофобных взаимодействий ионные мицеллярные фазы эффективно извлекают заряженные соединения различной гидрофобности.

В докладе обсуждаются оптимальные условия формирования жидких ионно-активных фаз на основе додецилсульфата натрия (ДДСН), обеспечивающих достижение высоких параметров мицеллярной экстракции. В фазе ДДСН наиболее эффективно извлекаются позитивно заряженные органические субстраты. Установлены закономерности распределения лекарственных веществ в модифицированной системе на основе ДДСН.

Предложены прогностические модели, связывающие параметры извлечения фармацевтических субстанций с их гидрофобностью, структурой и протолитическими свойствами. Разработаны спектрофотометрические методики определения катионных форм лекарственных веществ с предварительной мицеллярной экстракцией из биологических жидкостей.

Достигнута высокая эффективность извлечения белков с различной молекулярной массой в анионную фазу ДДСН. Установлен характер влияния различных ПАВ на изоэлектрическую точку белков. На примере гемоглобина показано сохранение каталитической активности белков после концентрирования. Предложены условия мицеллярно-экстракционного извлечения белков из тканей, твердой поверхности и из биологических жидкостей.

**ЭКСТРАКЦИОННО- ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
АНТИОКСИДАНТОВ В ВИНАХ**

Г.Е. Султанова, М.И. Евгеньев, М.К. Герасимов

Государственный технологический университет,
Казань, Россия, evgenev@kstu.ru, sultanova_ge@mail.ru

Одной из основных причин сердечно-сосудистых, онкологических и других серьезных заболеваний, а также преждевременного старения человека является избыток свободных радикалов в организме. Исключительное значение в повышении антиоксидантного статуса организма человека имеют природные биологически активные полифенольные соединения, которые обладают чрезвычайно высокой антиоксидантной активностью (АОА).

Цель исследования состоит в изучении антиоксидантов фенольной природы, входящих в состав вин. Объект изучения – белое вино Алиготе (изготовитель Казанский винзавод).

В докладе обсуждается методика извлечения фенольных веществ из виноградного виноматериала методом жидкость-жидкостной экстракции. Экстрагировали изопентиловым спиртом при pH 1,99 в течение 20 мин, соотношение исходных объемов водной и органической фаз 1 : 1. Параметры экстракции установлены эмпирически.

Степень извлечения фенольных веществ из образца рассчитывали по формуле:

$$(I_1 / I_2) \cdot 100 \%,$$

где I_1, I_2 – индекс Фолина–Чокальтеу до и после экстракции соответственно.

Идентификацию фенольных соединений проводили методом MALDI-TOF MS в лаборатории ИОФХ им. А.Е. Арбузова (Казань). В результате исследований обнаружены антиоксиданты, относящиеся к классам оксibenзойных и оксикоричных кислот, флаванонов, антоцианидинов.

5-У19.

**ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ КСАНТОФИЛЛОВ
ИЗ ЗЕРНА *ZEA MAYS* L**

М.Ю. Третьяков¹, В.И. Дейнека², Р.В. Подкопайло²

¹НИИ сельского хозяйства, Белгород, Россия,
apolon15@rambler.ru

²Государственный университет, Белгород, Россия,
deineka@bsu.edu.ru

Зерно ценного кормового злака *Zea mays* L. (кукуруза) обладает желтой окраской благодаря накоплению в основном двух ксантофиллов – лютеина и зеаксантина, применяемых для профилактики и лечения ретинопатии. Это обуславливает необходимость контроля содержания этих ксантофиллов при селекции новых гибридов кукурузы.

Основная проблема аналитического контроля связана с пробоподготовкой, поскольку спектрофотометрическое и хроматографическое определение суммы лютеина и зеаксантина, а также массового соотношения их в образце не вызывают затруднений. Причина осложнения экстракции ксантофиллов из зерна кукурузы связана со свойствами матрицы (алейроновый слой), в которой практически полностью сконцентрированы ксантофиллы.

Известный способ, включающий измельчение исходного материала с кварцевым песком под слоем экстрагента, малоэффективен, поскольку степень извлечения ксантофиллов не превышает 20–30 %.

В докладе обсуждается методика, предусматривающая предварительное замачивание размолотого материала в дистиллированной воде и последующую экстракцию ксантофиллов тремя-четырьмя порциями ацетона.

Экспериментально установлены важнейшие параметры процесса – степень и способ измельчения зерна; соотношение «материал – вода» и оптимальное время замачивания; соотношение «материал – экстрагент», позволяющий извлекать из зерна более 95 % ксантофиллов.

**ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ВОДНОЙ ЭКСТРАКЦИИ
ФЛАВОНОИДОВ ИЗ ПОЧЕК ТОПОЛЯ**

**Р.Ш. Хазиев, А.А. Тынчерова, А.А. Лакина,
Е.А. Пономарева**

Государственный медицинский университет, Казань, Россия,
anastasia-tyncherova@yandex.ru

Почки тополя применяются в медицине как противомикробное и противовоспалительное средство. Ответственными за эти эффекты считаются флавоноиды почек тополя, доминирующими из которых являются агликоны пиноцембрин и пиностробин. Основная форма использования почек тополя – водный настой. В воде агликоны флавоноидов плохо растворимы.

Цель исследования – изучение перехода флавоноидов в водные экстракты, полученные из почек тополя. Известные методики определения суммы флавоноидов в почках тополя методом прямой спектрофотометрии в УФ области спектра (289 нм) дают завышенные результаты, поскольку при этих длинах волн поглощают и оксикоричные кислоты, присутствующие в почках тополя.

Разработана методика экстракционного разделения флавоноидов и оксикоричных кислот в водных экстрактах из почек тополя. При анализе модельной смеси (кверцетин и кофейная кислота) установлено, что при pH 6,5 кверцетин из водного слоя на 85 % переходит в этилацетатный слой, кофейная кислота на 82 % остается в воде. Разработаны условия экстракционно-фото-метрического определения флавоноидов в водных экстрактах из почек тополя. Погрешность единичного определения не превышает 15 %.

Изучение процесса экстракции флавоноидов из почек тополя проводили с использованием метода математического моделирования. Установлено, что на экстракцию флавоноидов влияют факторы гидромодуля, степень измельченности сырья, условия и продолжительность нагревания. Максимальный выход флавоноидов из почек тополя составляет $24,89 \pm 1,24$ %.

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ГАЗОЭКСТРАКЦИОННОГО
ИЗВЛЕЧЕНИЯ АЛИФАТИЧЕСКИХ СПИРТОВ КАК ФАКТОРЫ
УЛУЧШЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
ИК-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ
В СЛОЖНЫХ СМЕСЯХ И ВОДНЫХ РАСТВОРАХ**

Т.С. Чагир

Национальный университет, Донецк, Украина, t.chagir@ua.fm

Алифатические спирты – широко распространенные составные части пищевых продуктов, бензинов, фармацевтических препаратов. Проблемы, возникающие при анализе таких систем, сводятся, с одной стороны, к необходимости отдельного определения спиртов в сложных смесях (например, оксигенаты топлив), с другой, к достижению полноты извлечения анализируемых форм из водных растворов.

В докладе обсуждаются результаты газоэкстракционного извлечения летучих алифатических спиртов в динамических и статических условиях в зависимости от температуры, присутствия веществ полярного и неполярного характера, их концентрации и других факторов.

Разработаны оптимальные условия подготовки пробы к избирательной экстракции в газовую фазу для количественного ИКС–определения отдельных летучих спиртов при извлечении из водных растворов. Предложена методика измерения абсорбции газовых фаз, полученных в статических условиях с использованием высаливателя непосредственно в газовой кювете.

Разработана экспрессная ИКС-методика определения этанола в алкогольных напитках и некоторых фармацевтических препаратах по поглощению определяемого компонента в газовой фазе.

Предлагаемая методика позволяет исключить стадию отгонки и отличается улучшенными характеристиками избирательности и воспроизводимости.

**ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАКЦИИ
2-НИТРО-4-МЕТИЛАНИЛИНА ИЗ ВОДНЫХ
И ВОДНО-АЦЕТОНИТРИЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**

А.С. Шилова, В.К. Шорманов

Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

Изучена экстракция 2-нитро-4-метиланилина (2-Н-4-МА) из водных и водно-ацетонитрильных растворов гидрофобными и гидрофильными органическими растворителями. В докладе обсуждаются следующие факторы, влияющие на межфазное распределение 2-Н-4-МА: природа экстрагента, насыщение экстрагента водой, рН водного (водосодержащего) слоя, присутствие в водной фазе электролита (высаливателя), его природа и концентрация.

Количество 2-Н-4-МА, извлекаемого из водных и водно-ацетонитрильных растворов, определяли методом электронной спектрофотометрии по интенсивности поглощения диметилформамидных растворов анализируемого вещества при длине волны 284 нм.

Установлено, что наиболее эффективным экстрагентом для извлечения 2-Н-4-МА из водно-ацетонитрильных растворов является этилацетат, насыщенный водой. При этом изменение рН в интервале 1–12 не влияет на степень извлечения 2-Н-4-МА. Степень извлечения возрастает при увеличении содержания воды в системе и достигает относительной стабильности при объемном соотношении вода–ацетонитрил, равном 4:1 и более.

Рассчитана кратность экстракции, необходимая для извлечения заданных количеств 2-Н-4-МА из водных и водно-ацетонитрильных растворов в оптимальных условиях. Установлено, что для практически полного извлечения 2Н-4-МА из водных растворов необходима 1- или 2-кратная экстракция, из ацетонитрильных растворов – 2- или 3-кратная экстракция.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ДИПИРИДАМОЛА В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ
И БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ**

В.К. Шорманов, Л.Л. Квачахия

Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

Изучены особенности экстракции дипиридамола [2,6'-бис-[бис-(β -оксиэтил)-амино]-4,8-ди-N-пиперидинопиримидо(5,4-d)пиримидин] из водных растворов гидрофобными и гидрофильными органическими растворителями в зависимости от природы экстрагента, рН водной фазы, высаливающего эффекта электролитов, вводимых в водную фазу, насыщения органической фазы водой.

Установлено, что наибольшая степень однократной экстракции (99,4–99,8 %) достигается в системах с этилацетатом при насыщении водной фазы хлоридом натрия, рН 4–10 и содержании в водной фазе 5 % гидроксида натрия.

Показана возможность определения дипиридамола, извлеченного из водных растворов, методом электронной спектрофотометрии на основе поглощения в среде ацетонитрил – 1 М раствор серной кислоты (8 : 2 по объему). Данная смесь растворителей устраняет колебательную форму полосы поглощения, при максимуме которой (286 нм) проводились измерения, и позволяет отделить эту полосу от более длинноволновой, но менее интенсивной полосы ($\lambda_{\text{max}} = 404$ нм).

Для определения дипиридамола в водных растворах и биологических жидкостях (моча, плазма крови) проводили двукратную экстракцию этилацетатом при рН 8–10 и насыщении водной фазы электролитом, для последующей реэкстракции дипиридамола в солевой форме применяли 1 М раствор серной кислоты. Полученный реэкстракт разбавляли ацетонитрилом в соотношении 1 : 4 и фотометрировали при длине волны 286 нм.

5-С1.

**СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
НЕКОТОРЫХ МЕСТНОАНЕСТЕЗИРУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ
С АЛИЗАРИНОВЫМ КРАСНЫМ С**

Е.М. Адамова, В.М. Иванов

Государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия, AdamovaEM@mail.ru

При длительном приеме новокаина и лидокаина возможны нежелательные эффекты, поэтому необходим контроль их содержания в биологических объектах.

Изучена экстракция ионных пар (ИП) новокаина и лидокаина с ализариновым красным С (АКС) хлороформом с применением γ -оксида алюминия. Оптимальные условия экстракции ИП хлороформом: интервал рН образования ИП АКС с новокаином и лидокаином в растворе 3.3–3.9 и 3.0–3.9 соответственно; ионная сила раствора 0.1; 5 %-ный избыток реагента; время контакта фаз 1 мин. Молярное соотношение реагентов в обеих ИП 1:1, что объясняет механизм экстракции, как физическое распределение.

На γ -оксиде алюминия происходит хемосорбция АКС в виде его двухзарядного иона. Оптимальные условия сорбции: время контакта фаз 1 мин, масса сорбента 0.1 г. Максимальная концентрация новокаина и лидокаина, определяемая с помощью 0.1 г сорбента, 133.33 и 26.97 мг/см³ соответственно. Определены важнейшие характеристики экстракционных и сорбционных процессов (коэффициенты и константы распределения, степень извлечения). Для всех экстрактов и сорбатов получены цветометрические функции и рассчитаны их молярные коэффициенты. Почти все они линейны в изученных диапазонах концентраций (наиболее чувствительные белизна W и желтизна G). При переходе от экстракции к сорбции нижняя граница определяемых содержаний обоих веществ понижается на порядок. Получены тест-шкалы для определения новокаина и лидокаина в жидкости ротовой полости в указанных диапазонах концентраций.

5-С2.

ЭКСТРАКЦИЯ ВОДОРАСТВОРИМЫХ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ШРОТОВ ПЛОДОВ И СЕМЯН

**В.В. Алабовский¹, И.В. Ватутина¹, И.М. Жаркова²,
Т.Н. Малютина²**

¹ Государственная медицинская академия им. Н.Н.Бурденко,
Воронеж, Россия, vatutina_iv@mail.ru

² Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Шрот (обезжиренная мука) образуется при экстракции масел из плодов или семян растений. Часто шроты рекомендуют применять в качестве источника белков. Однако в них присутствуют разнообразные гидрофильные биологически активные вещества, что обычно не учитывается. Нами проведена экстракция с последующим определением водорастворимых витаминов из шротов семян арбуза, винограда, тыквы, шиповника, льна и плодов расторопши. Определена общая антиоксидантная активность шротов.

Установлено, что в анализируемых образцах шротов содержатся водорастворимые витамины, в том числе витамин С (аскорбиновая кислота). Витамин С является одним из важнейших факторов питания (суточная потребность 70–80 мг). Недостаток или отсутствие витамина С в пище приводит к тяжелому заболеванию (цинга). Наибольшее количество аскорбиновой кислоты обнаружено в шротах из семян тыквы и шиповника, наименьшее – в шроте из семян арбуза.

Антиоксидантную активность (по кверцетину) определяли во всех проанализированных образцах. Максимальные значения отмечены в шротах из семян винограда (2,27 мг/г) и расторопши (1,49 мг/г), минимальное – в шроте из семян льна (0,18 мг/г).

Таким образом, шроты из плодов и семян можно рассматривать в качестве источников биологически активных веществ (в том числе обладающих антиоксидантными свойствами), острый дефицит которых испытывает современный человек, потребляющий рафинированную и неполноценную пищу.

5-С3.

**ВЛИЯНИЕ ЭКСТРАКЦИИ СЫВОТОЧНЫМ АЛЬБУМИНОМ
СВОБОДНЫХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ
ИЗ САРКОПЛАЗМАТИЧЕСКОГО РЕТИКУЛУМА
НА СВОЙСТВА МЕМБРАН**

О.М. Алексеева, А.Н. Голощанов, Е.Б. Бурлакова

Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,
Москва, Россия, olgavek@yandex.ru

Цель исследования – разработка методики получения биологических мембранных препаратов со стандартными характеристиками, что необходимо при использовании мембран как тест-объектов для скрининга фармакологических веществ. Сывороточный альбумин человека (САЧ) полностью освобожден от адсорбированных гидрофобных лигандов при обработке водной взвесью фармацевтического активированного угля при рН 4–5, что позволило «развернуть» молекулу САЧ. Удаление осадка угля при центрифугировании и последующее восстановление рН до физиологических значений (6,5–7,0) привело к получению раствора нативного САЧ, способного связывать большое количество гидрофобных молекул.

Раствором САЧ экстрагировали свободные жирные кислоты из мембран внутриклеточных органелл – двух фракций саркоплазматического ретикулума (СР): тяжелой и легкой, выделенных из белых мышц кролика. Инкубация везикул СР с САЧ проводилась в физиологических условиях. Можно предположить, что экстракция свободных жирных кислот альбуминами из мембран происходит и в организме на клеточном уровне.

Проведенная нами обработка СР увеличивает сопряженность Ca^{2+} -помпы АТФазы SERCA-2, снижая пассивную проницаемость СР. Также происходит усиление активации выхода Ca^{2+} через Ca^{2+} -канал рианодинового рецептора. Достигается стандартизация характеристик основных функциональных активностей.

5-С4.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ФОСФОЛИПИДОВ ИЗ СЫРОГО РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА С ПОСЛЕДУЮЩИМ ОБЕЗВОЖИВАНИЕМ КОНЦЕНТРАТА

С. Алтайулы

Евразийский национальный университет им. Л.Н.Гумилева,
Астана, Казахстан, sagimbek@mail.ru

В подсолнечном масле содержатся сопутствующие вещества и примеси: фосфолипиды, углеводороды, белки, свободные жирные кислоты, пигменты, металлы, перекиси, воски. Фосфатидные концентраты являются одним из ценных побочных продуктов, получаемых при первичной очистке растительных масел. Актуальная задача - интенсификация процесса экстрагирования фосфолипидов из сырого подсолнечного масла с последующим обезвоживанием фосфолипидной эмульсии с целью повышение качества фосфатидных концентратов, а также разработка высокопроизводительных, несложных по конструкции сушильных аппаратов.

Для извлечения из растительных масел фосфолипидов и других гидрофильных веществ осуществляют процесс гидратации, в результате которого формируется термодинамически неустойчивая система, происходит коагуляция фосфолипидов, система разделяется на две фазы (масло и фосфолипидную эмульсию). После центрифугирования в сепараторах получают гидратированное масло и фосфолипидную эмульсию, при этом эмульсия имеет различный состав: 55 – 70% влаги (к общему весу), 15 – 30% фосфолипидов, 15 – 20% масла. Для увеличения срока хранения и улучшения качества пищевых фосфатидных концентратов фосфолипидная эмульсия подвергается обезвоживанию в тонком слое при 60 – 75 С° и остаточном давлении 2,66 кПа до содержания влаги в ней менее 1 %.

Изучены физические (плотность, вязкость, поверхностное натяжение), теплофизические и электрофизические свойства фосфолипидных эмульсий подсолнечных масел. Теоретически и экспериментально обоснованы оптимальные режимные параметры и установлены закономерности процесса нагрева и сушки фосфолипидных эмульсий. Предложены зависимости для расчета скорости и длительности процесса сушки. Разработан проект новой конструкции ротационно-пленочных аппаратов непрерывного действия.

**IMPROVEMENT OF THE STANDARD HUMIC ACID ISOLATION
PROCEDURE BY DEOXYGENATED EXTRACTION SOLUTION**

**Tatjana Andjelkovic, Ruzica Nikolic, Aleksandar Bojic,
Milovan Purenovic, Ivana Kostic**

Department of Chemistry, Faculty of Science
and Mathematics, University of Nis, Serbia

The most common isolation procedure of soil humic substances is extraction with aqueous alkaline solvent. But, under alkaline extraction in contact with air, oxidation of humic acid (HA) occurs and gives rise to partially oxidised and altered HA. This is, in part, overcome by isolation in N₂ atmosphere (IHSS method), but the presence of O₂ in the very alkaline extraction solution may alter HA structure.

Prevention of HA structure alteration during its isolation is important because HA's functional groups determine the transport, bioavailability and deposition of many toxic metal ions and xenobiotics in the environment. In this paper we modified standard IHSS procedure by using MnSO₄ for deoxygenation of alkaline extraction solution.

We investigated the effect of MnSO₄ on O₂ level decrease in alkaline extraction solution. HA were isolated by two methods, IHSS method and modified IHSS method, and were characterized by oxygen containing functional group determination, UV/VIS spectrophotometry and FT-IR spectrophotometry.

Obtained data have shown that HA isolated by modified IHSS method, with deoxygenated alkaline extraction solution has less altered structure.

Keywords: humic acid; isolation; IHSS method; oxygen interference; structure alteration

**ЭКСТРАКЦИЯ 2, 4–ДИМЕТИЛГИДРОКСИБЕНЗОЛА
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ОРГАНИЧЕСКИМИ
РАСТВОРИТЕЛЯМИ**

А.П. Асташкина¹, В.К. Шорманов², М.К. Елизарова³

¹Политехнический университет, Томск, Россия, ara2004@mail.ru

²Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

³Медицинский колледж, Ейск, Россия

Оптимизированы условия извлечения 2,4-диметил-гидроксибензола из водных растворов методом жидкость–жидкостной экстракции. В качестве экстрагентов применяли органические растворители, относящиеся к алканам (гексан), аренам (толуол), галогеналканам (хлороформ), простым эфирам (этоксипэтан), сложным эфирам (этилацетат, бутилацетат), алканами (бутиловый спирт).

Экстракцию проводили при 20 °С путем периодического встряхивания взаимодействующих фаз в течение 4 мин со скоростью 30 перемешиваний в минуту.

Изучено влияние на степень извлечения 2,4-диметил-гидроксибензола различных факторов: химической природы экстрагентов, насыщения экстрагентов водой, присутствия электролитов в водной фазе.

Количество 2,4-диметилгидроксибензола, перешедшее в фазу органического растворителя, определяли спектрофотометрическим методом.

Показано, что оптимальные условия извлечения 2,4-диметилгидроксибензола достигаются при экстракции этилацетатом из водных сред с рН 2–10 при насыщении водного слоя электролитом.

Рассчитывали кратность экстрагирования 2,4-диметил-гидроксибензола, необходимую для извлечения заданных количеств анализируемого вещества в оптимальных условиях. Установлено, что для извлечения 90–99,9 % 2,4-диметилгидроксибензола из водных растворов необходима 1–3 – кратная экстракция.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ 2-МЕТОКСИ-4-АЛЛИЛГИДРОКСИБЕНЗОЛА
В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ЭКСТРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ**

**А.П. Асташкина¹, В.К. Шорманов², М.К. Елизарова³,
О.И. Пугачева²**

¹Политехнический университет, Томск, Россия, ara2004@mail.ru

²Медицинский университет, Курск, Россия,
r-wladimir@yandex.ru

³Медицинский колледж, Ейск, Россия

Изучены особенности экстракции 2-метокси-4-аллил-гидроксибензола (2-МО-4-АГБ) из трупного материала 12 изолирующими агентами в режиме настаивания.

Установлено, что наибольшая степень извлечения 2-МО-4-АГБ достигается при экстракции этилацетатом. Исследована зависимость степени извлечения анализируемого вещества этилацетатом от ряда факторов.

Очистка 2-МО-4-АГБ, выделенного из биоматериала, осуществлялась методом жидкость-жидкостной экстракции на основе особенностей распределения данного вещества в двух-компонентных системах, включающих водный раствор и органический растворитель.

Коэффициенты распределения 2-МО-4-АГБ достигают максимума в системе водный раствор (рН 2–3) – этилацетат при насыщении водного слоя электролитом (высаливатель). Наименьшие коэффициенты распределения установлены при экстракции 2-МО-4-АГБ гексаном из подщелоченного водного раствора, рН 12–13.

Дополнительную очистку 2-МО-4-АГБ проводили в хроматографической колонке, заполненной силикагелем L 40/100 μ , в качестве подвижной фазы применяли смесь гексан–диоксан–изопропиловый спирт в объемном соотношении 40:5:1.

Идентификацию и количественное определение 2-МО-4-АГБ осуществляли методом обращенно-фазовой ВЭЖХ, неподвижная фаза «Nova Pack» С-18, детектор фотодиодной матрицы.

5-С8.

**БИОТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЭКСТРАКЦИЯ САПОНИНА
И КУМАРИНА ИЗ ПЛОДОВ КОНСКОГО КАШТАНА
В КОСМЕТОЛОГИИ**

Ф.П. Балдынова

Восточно-Сибирский государственный технологический университет, Улан-Удэ, Россия,
feodocia@rambler.ru

Известно немало косметических препаратов, полученных с использованием спиртовых и водных экстрактов плодов конского каштана. Одними из основных профилактически действующих компонентов этих плодов являются сапонин и кумарин.

Цель работы состоит в изучении экстракции сапонина и кумарина из плодов конского каштана биотехнологическим способом. Плоды конского каштана ферментировали в творожной сыворотке закваской культуры *Propionibacterium shermanii* в присутствии бентонитовой глины.

В докладе обсуждается биотехнологический способ экстракции действующих компонентов из плодов конского каштана. Способ позволяет не только получить косметический препарат с антиварикозным эффектом, но и улучшить условия культивирования пропионовокислых бактерий, обогатить культуральную жидкость пропионовой кислотой, которая является натуральным консервантом.

Ферментированная основа натуральной косметической маски имеет свои уникальные особенности:

- совмещаются полезные вещества, выделенные из растительного сырья, с продуктами жизнедеятельности микроорганизмов;
- используется ферментированная творожная сыворотка в присутствии бентонитовой глины в качестве основы;
- исключается применение консервантов и спирта, получается натуральный продукт.

5-С9.

**ТВЕРДОФАЗНОЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ГАТИФЛОКСАЦИНА**

С.В. Бельтюкова¹, Е.О. Ливенцова¹, О.И. Теслюк²

¹Национальная академия пищевых технологий, Одесса, Украина,
liventsova_helen@mail.ru

²Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАНУ,
Одесса, Украина

Гатифлоксацин относится к антибиотикам фторхинолонового ряда четвертого поколения. Он оказывает антибактериальное, бактерицидное действие и широко используется в клинической практике при лечении многих инфекций. В связи с этим возникает необходимость определения гатифлоксацина для клинических исследований.

В докладе обсуждается разработка легковыволнимой, чувствительной и надежной методики определения гатифлоксацина в лекарственных формах и питательных средах, основанной на сенсibiliзированной твердофазной люминесценции Eu (III).

Установлено, что комплексы Eu (III) с гатифлоксацином обнаруживают люминесцентные свойства на твердых матрицах, в частности, на ксерогеле. Изучено влияние растворителей и поверхностно-активных веществ на интенсивность люминесценции сорбата. Найдено, что анионное поверхностно-активное вещество – додецилсульфат натрия увеличивает интенсивность люминесценции в 7 раз.

Разработана методика твердофазного люминесцентного определения гатифлоксацина в лекарственных формах и питательных средах с пределом обнаружения $2 \cdot 10^{-9}$ М. Люминесценцию возбуждали при $\lambda_{\text{возб.}} = 365$ нм, интенсивность люминесценции сорбата измеряли при $\lambda_{\text{излуч.}} = 615$ нм. Содержание гатифлоксацина определяли по градуировочному графику.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ В ПОЛЕ СВЧ
ДЛЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

Е.А. Белякова, М.В. Захарова, Ю.Ф. Якуба

Северо-Кавказский зональный НИИ садоводства
и виноградарства РАСХН, Краснодар, Россия,
qloba2001@mail.ru

Листовая диагностика на основе определения подвижных форм щелочных и щелочноземельных металлов, органических, в том числе фенолкарбоновых кислот представляет собой оперативный метод контроля физиологического состояния плодовых, ягодных, цветочных культур и винограда.

Экстракцию подвижных форм ионных и биологически активных веществ очищенного от внешних загрязнений растительного материала проводили с помощью СВЧ-минерализатора «Минотавр-1». Применяли 10 %-ный водный раствор спирта-ректификата «Экстра» в режиме «разложение без давления» с использованием 10 % мощности магнетрона минерализатора. В указанных условиях происходила экстракция подвижных форм щелочных и щелочноземельных металлов, фенолкарбоновых кислот, аминокислот, других физиологически активных веществ листьев и вегетативных частей растений.

Для экстракции общих форм щелочных и щелочноземельных металлов, цинка, марганца, железа из растительных объектов в качестве экстрагента применяли 10 %-ный водный раствор уксусной кислоты, остальные условия аналогично приведенным выше.

Предложенная методика экстракции и последующего анализа экстрактов позволяет получать воспроизводимые и надежные результаты, дающие оперативную информацию о физиологическом состоянии вегетативных частей плодовых, ягодных культур и винограда.

**ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАКЦИИ ВОДЫ
ИЗ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ
МАТЕРИАЛОВ**

Т.А.Бланк, Л.П.Экспериандова

Институт монокристаллов НАНУ,

Харьков, Украина, eksperian@isc.kharkov.com

Вода, обладая уникальными свойствами, может влиять на свойства функциональных материалов. Для определения воды в твердых объектах применяют пиролиз или азеотропную перегонку, но эти методики сложны и требуют специального оборудования. Чаще содержащуюся в таких образцах воду экстрагируют в органический растворитель, затем титруют воду с применением реактива К.Фишера. Установлено, что наилучшим экстрагентом воды из лекарственных препаратов и функциональных материалов является метанол. Правильность таких определений зависит от полноты извлечения воды из твердых проб.

Изучена кинетика экстракции воды метанолом из нерастворимых в метаноле гиалуроната натрия, лактулозы, кристаллогидратов неорганических солей, α - и γ -форм оксида алюминия, монокристаллов KDP, меламинаформальдегидных олигомеров и полимеров, SiO₂-матриц. Показано, что в условиях непрерывного перемешивания метанольных суспензий время полной экстракции воды метанолом (20 см³) из указанных веществ (масса от 0.01 до 5 г) зависит от их природы и составляет от 15 мин до 6 ч. Полноту извлечения воды проверяли по схеме "введено-найдено" и с привлечением независимых методов анализа (термогравиметрия и масс-спектрометрия).

Обсуждаются особенности титриметрического (по К.Фишеру) анализа; установлено, что титрование на фоне метанольного раствора красителя метиленового синего существенно облегчает титрование суспензий и исключает появление значимых систематических погрешностей.

5-С12.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ДИТЕРПЕНОВЫХ ГЛИКОЗИДОВ
И ДРУГИХ ПИЩЕВЫХ КОМПОНЕНТОВ ИЗ ЛИСТЬЕВ СТЕВИИ**

Е.И. Мельникова¹, С.Е. Боева², Я.И. Коренман¹,

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

²Военный авиационный инженерный университет,

Воронеж, Россия, svetse@bk..ru

Для извлечения дитерпеновых гликозидов и других пищевых компонентов из листьев стевии впервые применено экстрагирование ультрафильтратом творожной сыворотки. К предварительно высушенным и измельченным листьям стевии добавляли экстрагент (рН 3,4 – 7,4), соотношение объемов твердой и жидкой фаз 1:6 – 1:12. Экстрагировали 25 – 55 мин при 30 – 50 °С, что исключало разрушение витаминов и флавоноидов. Кислотность экстрагента контролировали потенциометрически (иономер И-130). После экстрагирования проводили двухступенчатую очистку экстракта путем пропускания через колонку с активированным углем, затем через колонки с катионитом КУ-2 и анионитом АВ-17.

В экстракте определяли дитерпеновые гликозиды, витамины В₁, В₂, Е (ОФ ВЭЖХ), аминокислоты (капиллярный электрофорез), флавоноиды, свободные сахара (абсорбционная спектроскопия), макроэлементы – Са, Р (титриметрия). В экстракте идентифицированы 4 дитерпеновых гликозида – стевизид, дулкозид, ребаудиозиды А и С. Результаты аминокислотного анализа показали, что экстракт по сравнению с ультрафильтратом сыворотки отличается повышенным содержанием всех аминокислот, кроме гистидина и триптофана. В большей степени в экстракт переходит глутаминовая кислота (кратность увеличения содержания – более 400 %). Содержание кальция и фосфора остается постоянным, витаминов В₁, В₂ и Е – снижается на 33,3, 40,5 и 29,4 % вследствие частичного перехода в твердую фазу, оставшуюся после экстрагирования.

Разработаны и запатентованы методики экспресс-оценки органолептических характеристик, динамики изменения качества, установления сроков хранения и прогнозирования показателей качества экстракта пищевых компонентов из листьев стевии.

5-С13.

**ВЫБОР ОПТИМАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ
ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ ПРИ ДЕЙСТВИИ
УЛЬТРАЗВУКА В ЭКСТРАКТОРЕ ПЕРИОДИЧЕСКОГО
ДЕЙСТВИЯ**

Н.Н. Бойко, А.И. Зайцев

Национальный фармацевтический университет,
Харьков, Украина, Boykoniknik@mail.ru

Для выбора ориентировочного времени экстрагирования оптимального количества БАВ из растительного сырья в экстракторе периодического действия нами применено уравнение для расчета удельной производительности экстрактора при ультразвуковой экстракции из трав пустырника и хвоща полевого, а также из листа березы бородавчатой:

$$\Pi = \frac{C(t) \cdot V \cdot \psi}{m_0 \cdot (t_{всп} + t)}$$

где Π – удельная производительность экстрактора (количество БАВ, извлекаемое при экстрагировании по отношению к первоначальному их количеству в сырье, г/г·мин;

$C(t)$ – концентрация БАВ в экстракте в данный момент времени, г/100 см³;

V – объем экстрагента, см³;

ψ – объемная часть экстрагента, которая сливается;

m_0 – начальная масса БАВ в растительном сырье, г;

$t_{всп}$ – время вспомогательных работ (загрузка растительного сырья, слив вытяжки, выгрузка шрота) принято равным 120 мин;

t – продолжительность экстрагирования, мин.

На графиках, описывающих процесс экстрагирования БАВ из растительного сырья, выделяются три зоны (быстрого роста, быстрого спада и медленного спада), которые можно разделить точкой максимума I и точкой II, когда происходит смена выпуклости на вогнутость. По нашему мнению, именно точка II более рациональна для остановки процесса экстрагирования, т.к. именно с нее начинается зона медленного спада продуктивности.

**СОРБЦИОННО-ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ХЛОРОГЕНОВОЙ КИСЛОТЫ**

А.А. Бычкова, С.В. Бельтюкова

Национальная академия пищевых технологий,
Одесса, Украина, bychkovaab@mail.ru

Полифенолы, антиоксиданты кофейной ягоды, обладают высокой способностью к нейтрализации свободно-радикальных форм кислорода и антиканцерогенной эффективностью. Основные органические кислоты – источники полифенолов – в составе экстракта кофейной ягоды: хлорогеновая, хининовая, феруловая кислоты. Хлорогеновая кислота – стимулятор центральной нервной системы, интенсифицирует белковый обмен мозговой ткани, способствует изменению тонуса кровеносных сосудов головного мозга и сердца.

Нами разработана тест-методика сорбционно-люминесцентного определения хлорогеновой кислоты в зернах кофе, основанная на регистрации собственной люминесценции препарата, усиленной в присутствии иттрия (III). Оптимизированы условия комплексообразования. Установлены зависимости интенсивности люминесценции ($I_{\text{люм}}$) комплекса от концентрации лиганда, иттрия (III). Исследована сорбция комплекса на пенополиуретане, цеолитах (CaA, NaA), фосфате алюминия, силикагеле, Sephadex G-50, G-75, G-150. Установлено, что наибольшая $I_{\text{люм}}$ комплекса наблюдается на фосфате алюминия. Максимальная $I_{\text{люм}}$ достигается в присутствии 4%-ного раствора уротропина при pH=6 и возрастает в 2 раза в присутствии донорно-активной добавки – триоктилфосфиноксида и анионного ПАВ – лаурилсульфата натрия.

На основании полученных данных разработана методика сорбционно-люминесцентного определения хлорогеновой кислоты в растительном сырье. Определено содержание хлорогеновой кислоты в зернах кофе.

**ЭКСТРАКЦИЯ ГЛЮКОЗЫ АЛИФАТИЧЕСКИМИ СПИРТАМИ
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

**А.А. Бычкова¹, Н.Я. Мокшина², Я.И. Коренман¹,
М.А. Провоторова¹**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

²Военный авиационный инженерный университет
Воронеж, Россия, moksnad@mail.ru

Глюкоза относится к жизненно необходимым биологически активным веществам, содержание которых подлежит контролю во всех фармацевтических препаратах и пищевых продуктах. Отметим, что сведения об экстракции глюкозы из водных сред весьма ограничены, известные коэффициенты распределения не позволяют эффективно извлекать целевой компонент.

Цель исследования состоит в разработке новых экстракционных систем для концентрирования глюкозы из водных сред. Нами изучено влияние природы растворителей и высаливателей на межфазное распределение глюкозы в системах гидрофильный экстрагент (алифатические спирты нормального и разветвленного строения) – насыщенный водно-солевой раствор.

Известно, что спирты изомерного строения характеризуются более низкой экстрагирующей способностью по сравнению с нормальными спиртами. Коэффициенты распределения глюкозы в системах на основе спиртов нормального строения в 1,5–2 раза выше, чем в системах со спиртами разветвленного строения.

Разработаны оптимальные условия экстракции глюкозы: концентрация высаливателя (сульфат аммония) 38 мас. %, исходное соотношение объемов водной и органической фаз 20:1, продолжительность экстракции 5 мин, рН водного раствора 4–5.

Глюкозу определяли в равновесном водном растворе методом хроматографии в тонком слое на пластинах «Silufol». В качестве подвижной фазы применяли смесь растворителей пропиловый спирт–этилацетат–вода–уксусная кислота в объемном соотношении 5:5:3:1 соответственно.

**ЭКСТРАКЦИЯ ФРУКТОЗЫ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ
ГИДРОФИЛЬНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ**

**А.А. Бычкова¹, Н.Я. Мокшина², Я.И. Коренман¹,
К.Б. Ким¹, А.М. Чикалова¹**

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, rusalka_anna@mail.ru

²Военный авиационный инженерный университет
Воронеж, Россия, moksnad@mail.ru

Фруктоза – традиционное сырье в фармацевтической промышленности и в производства пищевых продуктов, в частности, предназначенных для больных сахарным диабетом. Содержание фруктозы в таких продуктах строго нормируется.

Сведения об экстракции фруктозы весьма ограничены. Известны коэффициенты распределения в системах с диэтиловым эфиром и 2-метилпропанолом.

Нами изучена экстракция фруктозы из водных растворов органическими растворителями разных классов (алифатические спирты, алкилацетаты, кетоны), высаливатели - сульфат аммония и карбонат калия. Оптимизированы условия экстракции – природа и концентрация высаливателя, характер растворителя, соотношение объемов водной и органической фаз, pH водного раствора.

Установлено, что эффективными экстрагентами фруктозы являются этилацетат и н-пропиловый спирт. Разработаны оптимальные условия извлечения фруктозы: соотношение объемов водного раствора фруктозы и экстрагента 15:1; продолжительность экстракции 5 мин, высаливатель – сульфат аммония (38 мас. %), pH 4,5–5,5.

В полученном концентрате фруктозу определяли методом восходящей хроматографии в тонком слое на пластинах «Silufol». Расчет площади пятна и построение градуировочной зависимости осуществляли с применением персонального компьютера и офисного сканера.

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КАЧЕСТВЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ
МАТЕРИАЛОВ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА**

В.В. Гаврилюк, Ю.Ф. Якуба

Северо-Кавказский зональный НИИ садоводства
и виноградарства РАСХН, Краснодар, Россия,
globa2001@mail.ru

Известно, что наибольшее влияние на вкус, букет и тип коньяка оказывают продукты гидролиза лигнина. В последующей технологии при составлении купажей используются в качестве вспомогательных материалов умягченная вода, сахарный сироп, колер. Эти компоненты являются дополнительными источниками натрия, магния и кальция, влияющих на розливостойкость, а также продуктов термической деградации сахара (фурфурола, метилфурфурола, оксиметилфурфурола), понижающих органо-лептическую оценку напитка. Определение массовых кон-центраций катионов может быть осуществлено несколькими способами с высокой надежностью; определение производных фурфурола в сиропе или колере затруднено.

Для экстракции производных фурфурола из колера (в том числе приготовленного с добавками коньячного спирта) применяли хладон-112, дихлорметан, смесь метилацетата (или этилацетата) с гексаном. Экстракты анализировали на приборе капиллярного электрофореза серии «Капель». В качестве буферного использовали 10мМ раствор тетрабората натрия в 20 %-ном этиловом спирте, обеспечивающем разделение метилфурфурола и оксиметилфурфурола. Оптимальный экстрагент производных фурфурола из сиропа или колера – смесь метилацетата с гексаном в соотношении 1:1. Достоверность измерений проверена методом добавок, продолжительность экстракционной подготовки и последующего анализа экстрактов не превышает 2 ч.

**НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ
КОНЦЕНТРАТА ЧАЯ**

Д.В. Гогисванидзе, А.Д. Порчхидзе, Н.Н. Гулеишвили

Государственный университет им. А. Церетели,
Кутаиси, Грузия, ninucal@rambler.ru

При производстве концентрата чая для разделения растворимых и нерастворимых веществ чая применяют экстракцию. Переход экстрагируемых компонентов из исходного сырья в растворитель происходит вследствие разности концентраций.

Скорость экстракции зависит от температуры. Обычно в пищевом производстве экстракцию проводят при 100–105 °С, температуру желательно поддерживать на возможно более низком уровне.

Для максимального извлечения экстрактивных веществ из сырья применяли батареи из 6–8 диффузоров (6–8-кратная экстракция). В диффузатор загружали полуфабрикат чая и заливали горячей водой. После настаивания сливали первый экстракт. Разваренные листья заливали новой порцией горячей воды, после настаивания сливали второй экстракт. По такой схеме получали 10 экстрактов, их сушили отдельно на распылительной сушилке “Niro Atomizer”.

Черный быстрорастворимый чай из первой заварки по вкусу и аромату получил оценку 2,5 титестерских балла, сухой концентрат из седьмой и восьмой заварок – оценку 3,0–3,5 балла.

Содержание танина в сухом концентрате, полученном из первой заварки, 24,25 %, из второй – 27,57 % и увеличивается до 45,23 % при восьмой заварке. Соответственно продукт, полученный из первой заварки, содержит 6,49 % катехинов, после восьмой – 17,7 %.

Таким образом, выполненное исследование показало, что, многократная экстракция из полуфабриката черного чая с применением распылительной сушилки улучшает органолептические и химические показатели полученного продукта.

**КИНЕТИКА ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ
КОНЦЕНТРАТА ЧАЯ**

**Д.В. Гогисванидзе, А.Д. Порчхидзе,
Д.Р. Тавдидишвили, А.В. Кипиани**

Государственный университет им. А. Церетели,
Кутаиси, Грузия, p.avtandili@gmail.com

Для изучения механизма экстракции из чайного сырья и формализации кинетики массообмена получены кривые скорости экстракции. Основные элементы установки: экстракционная колонка, насос для рециркуляции растворителя, термостат для поддержания заданной температуры и распылительное устройство, обеспечивающее равномерное орошение слоя экстрагируемого чая. Эксперименты проводили в следующих условиях: предварительно набухшая навеска чая – 1 кг, объем горячей воды – 3 дм³, температура экстрагирующей воды – 85–90 °С, время экстракции – 90 мин, объемная скорость рециркуляции – 20 см³/сек.

По кривым скоростей экстракции найдено, что равновесная концентрация между экстрактом и разваренным листом чая устанавливается в течение 50–60 мин. На кривой экстракции наблюдается аномальное явление – снижение концентрации внешнего экстракта после достижения максимума. «Поровое» пространство чая состоит из совокупности пустых и экстрактосодержащих каналов, диффузионная проводимость которых неравноценна. В некоторых каналах перенос экстрактивных веществ замедлен вследствие ограничений, обусловленных формой и геометрическими параметрами капилляров, сообщающихся с наружной поверхностью узкими проходами, набухаемостью твердого носителя, поверхностными и капиллярными эффектами. Такое разнообразное строение чайного сырья может вызвать отмеченное нами аномальное явление, что подтверждается и другими исследователями при изучении экстракции из разных объектов.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ В КОНТРОЛЕ СОДЕРЖАНИЯ
САХАРИНА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ**

М.О. Горбунова, И.В.Акопова

Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия,
ek-bayan@yandex.ru

Применение заменителей сахарозы, в том числе сахарина и его солей (E954), регламентируется Директивой ЕС 94/36 «О подсластителях и их применении в производстве пищевых продуктов». По ГОСТу их определяют методом ВЭЖХ.

В повседневной практике для определения сахарина применяют неводное титрование хлорной кислотой, индикатор кристаллический фиолетовый. Однако эта методика применима лишь для анализа чистых веществ и смесей подсластителей. Для контроля качества широкого ассортимента продуктов требуется пробоподготовка, позволяющая выделить сахарин из анализируемой пробы и провести его определение титрованием в ледяной уксусной кислоте. Для решения задачи нами применена экстракция сахарина органическим растворителем с последующим его удалением.

Учитывая требования, предъявляемые к экстрагентам, и свойства сахарина, в качестве экстрагента применяли хлороформ. Оптимальные условия экстракции (объем растворителя, кратность и время экстракции) обеспечивают извлечение 93 % сахарина. Изучено мешающее влияние других компонентов в анализируемых объектах. Установлены аналитические характеристики. Экстракционное выделение также необходимо для предварительной идентификации сахарина в пищевых продуктах методом ТСХ.

Модифицированные методики идентификации и количественного определения апробированы и проверены нами при оценке качества безалкогольных напитков, овощных и фруктовых консервов, маринадов, вин. Достоверность полученных результатов контролировали методом ВЭЖХ (ГОСТ 30059-93) и методом добавок.

5-C21.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОТЕНЦИАЛЬНЫХ ТОКСИКАНТОВ
В ПЛАСТИКОВОЙ ПОСУДЕ ЭКСТРАКЦИОННО-
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

М.О. Горбунова¹, Е.М. Баян¹, Е.С. Подкатилова²

¹Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия

²Центр гигиены и эпидемиологии в Ростовской области,
Ростов-на-Дону, Россия, ek-bayan@yandex.ru

В последние десятилетия полимерные материалы получили широкое применение при изготовлении предметов хозяйственно-бытового назначения. В частности, стало обыденным использование одноразовой пластиковой посуды. Сырье для изготовления синтетических материалов – летучие ароматические углеводороды (ЛАУ), содержание которых должно контролироваться из-за их высокой токсичности. Для идентификации и количественного определения ЛАУ применяли газовую хроматографию. При этом основные трудности анализа связаны с пробоподготовкой и концентрированием вредных примесей, т.к. содержание ЛАУ, как правило, ниже порога чувствительности детекторов.

При использовании одноразовой пластиковой посуды ЛАУ попадают в организм человека с продуктами питания. Для анализа посуды на основе полистирола, полиэтилена и полипропилена нами применены экстрагенты, моделирующие пищевые продукты и способствующие наиболее полному извлечению бензола, толуола, ксилолов и этилбензола из исследуемых образцов. Установлены оптимальные условия экстрагирования: объем экстрагента, продолжительность контакта фаз, температура. Результаты определения оценивали по градуировочным графикам и методом добавок.

Пластиковая посуда часто используется для приготовления и разогревания пищи в СВЧ-печах. Установлено, что микроволновое поле увеличивает миграцию ЛАУ. Поэтому для получения достоверных данных о поступлении токсичных веществ в пищу из пластиковой посуды рекомендуется в пробоподготовку ввести стадию воздействия микроволнового поля на анализируемый образец.

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИКЛАМАТА
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ
ЭКСТРАКЦИЕЙ**

М.О. Горбунова, М.А. Мазлина

Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия,
ek-bayan@yandex.ru

В последнее время расширяется производство низкокалорийных продуктов питания и продуктов с пониженной себестоимостью за счет использования синтетических подсластителей, самым экономически доступным из которых является цикламат (Е952). Его содержание в продуктах питания контролируется методом ВЭЖХ в различных модификациях.

Для идентификации и количественного определения цикламата в смесях подсластителей, безалкогольных напитках, овощных и фруктовых консервах, маринадах нами предлагается легковыполнимые методики с предварительным экстракционным выделением цикламата из анализируемого продукта.

В качестве экстрагента применяли этилацетат. Разработаны условия экстракции (объем растворителя, кратность и время экстракции), обеспечивающие извлечение 95 % цикламата. После экстракции этилацетат удаляли выпариванием. Остаток растворяли в воде и использовали для: 1) обнаружения цикламата методом ТСХ (пластины «Sorbfil» 10x10 см; подвижная фаза—ацетон, этилацетат, аммиак в соотношении 60:30:10; проявитель – смесь спиртового раствора бензидина, анилина и насыщенного раствора ацетата меди; $R_f = 0.9 \pm 0.01$); 2) гравиметрического определения цикламата в виде сульфата бария после обработки анализируемого раствора азотистой кислотой; 3) экстракционно-фотометрического определения цикламата в виде N,N-дихлорциклогексиламина.

Методики применимы в анализе различных продуктов. Достоверность результатов контролировали методом ВЭЖХ.

5-C23.

**ИЗУЧЕНИЕ МЕТАБОЛИЗМА ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
В ЛИСТЬЯХ АЙВЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЭКСТРАКЦИИ**

Н.П. Гумбаридзе, А.Д. Порчхидзе, Д.В. Гогисванидзе

Государственный университет им. А.Церетели,
Кутаиси, Грузия, ninuca1@rambler.ru; p.avtandili@gmail.com

В докладе обсуждаются полученные нами данные по превращению хлорогеновой кислоты и флавонолов в результате фотосинтетического воздействия $C^{14}O_2$, которые объясняют происходящий в растениях метаболизм фенольных соединений.

Цель работы – изучение превращения хлорогеновой кислоты и кверцетина в листьях айвы грушевидной.

Побеги айвы длиной около 30 см в стакане с водой помещали в камеру из оргстекла емкостью 200 дм³. В камеру вводили 5 мС $C^{14}O_2$ (из $BaC^{14}O_3$) на 10–13 ч при освещении в 30000–35000 люкс. Из камеры удаляли непоглощенную $C^{14}O_2$ присасыванием воздуха, побеги оставляли в вытяжном шкафу. Листья сушили на воздухе. Пробы листьев (средняя масса около 30 г) измельчали и экстрагировали фенольные соединения 5 раз в течение 30 мин 80 %-ным этанолом.

Этанольные экстракты объединяли и фильтровали. Фильтрат сгущали в вакууме при 40° и промывали хлороформом для очистки от хлорофилла и смол. Из оставшегося экстракта фенольные соединения экстрагировали водонасыщенным этилацетатом. Экстракт фильтровали и сгущали в вакууме при 40° до сухого остатка. Выход составляет ~ 5 %.

Затем проводили фракционирование сухого этилацетатного экстракта. Состав фракции определяли методами хроматографии на бумаге и спектрофотометрии. Полученные данные показали, что содержание хлорогеновой кислоты в начале эксперимента больше, чем при его окончании. Содержание кверцетина после 21 ч увеличивается. Динамика активности кверцетина и хлорогеновой кислоты резко различны.

Можно заключить, что хлорогеновая кислота и кверцетин в листьях айвы подвергаются значительным изменениям при фотосинтетическом воздействии $C^{14}O_2$.

**ЭКСТРАКЦИЯ ПРЕПАРАТОВ АНТИТИРЕОИДНОГО
ДЕЙСТВИЯ ИЗ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ЖИДКОСТИ
И ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ**

А.О. Долинкин

Лаборатория контроля качества лекарственных средств
по Южному федеральному округу,
Ростов-на-Дону, Россия, adolinkin@mail.ru

Гетероциклические тиамиды, в том числе производные имидазола и урацила [1-метилимидазолин-2-тион (ММИ), 1-карбэтокси-3-метилимидазолин-2-тион (Carb) и 6-*n*-пропил-2-тиоурацил (PTU)] относятся к жизненно важным гетероциклическим системам, их действие направлено на регулирование функции щитовидной железы при тиреотоксикозе, болезни Грейвса, других патологиях.

Оптимизированы условия определения ММИ, Carb и PTU методом ВЭЖХ при элюировании смесью (75:25) ацетонитрил-фосфатный буферный раствор (рН 6.86). Определения проводили методом внешнего стандарта на жидкостном хроматографе «Хромос ЖХ-301» с детектором «UVV 104M». Колонка 150×4.0 мм заполнена сорбентом Диасфер-110-С18 с размером частиц 5 мкм. Скорость подачи подвижной фазы 1 см³/мин. Детектировали при максимумах поглощения ММИ (254 нм), PTU (275 нм) и Carb (292 нм). Градуировочные графики линейны в диапазонах концентраций: 0.34–114.17, 0.51–170.23 и 0.56–186.24 мг/дм³, пределы обнаружения 0.29, 0.26 и 0.24 мг/дм³ для ММИ, PTU и Carb соответственно.

Методика апробирована при анализе мочи здорового человека с добавками PTU и Carb. Аналиты предварительно экстрагировали из урины этилацетатом. Вследствие близких значений времен удерживания ММИ и соэкстрагирующихся компонентов матрицы мочи методика не позволяет определять содержание ММИ. Степень извлечения PTU и Carb 70±2 %, пределы обнаружения в моче 0.38 мг/дм³ PTU и 0.35 мг/дм³ Carb.

**ЖИДКОФАЗНОЕ ОКИСЛЕНИЕ И ЭКСТРАКЦИОННАЯ
ФОТОМЕТРИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
РАЗЛИЧНЫХ КЛАССОВ**

Е.В. Елипашева, Г.М. Сергеев

Государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
Нижний Новгород, Россия, Shlena@bk.ru

В практике вещественного анализа органических соединений целесообразно использование селективного окисления аналитов при действии химических акцепторов электрона. Достаточно эффективно применение классических кислот Льюиса, например, гексахлорида сурьмы (V).

В представленном докладе обобщаются результаты систематических исследований авторов, началу которым способствовали работы И.А. Шевчука и сотрудников, по использованию двухфазных окислительно-восстановительных реакций с участием гексахлоридного комплекса сурьмы (V) для экстракционно-фотометрического определения органических соединений различных классов. Среди них тиоамиды, тиодиазолы, тиокарбонные-, бензол- и нафталинсульфо кислоты, амино- и гидрокси фенолы, нафтолы, алифатические- и ароматические амины, другие соединения.

Представлена сравнительная оценка эффективности действия рекомендуемого реагента по отношению к органическим соединениям, содержащим серо-, азот- и гидроксифункциональные группы. Обсуждаются теоретические аспекты взаимодействий, формирующих аналитический сигнал, и способы решения некоторых прикладных задач вещественного анализа.

Установлены закономерности, позволяющие прогнозировать возможности экстракционно-фотометрического определения аналитов в сложных по составу матрицах (объекты окружающей среды, технологические среды) с пределами обнаружения ($10^{-6} - 10^{-4}$) г/дм³.

ЭКСТРАКЦИЯ РУТИНА ПОЛИ-N-ВИНИЛКАПРОЛАКТОМ

О.В. Ерина, В.Ю. Хохлов, Г.В. Шаталов

Государственный университет, Воронеж, Россия,
olesja3112@yandex.ru

Рутин входит в состав многих фармацевтических препаратов и применяется для лечения заболеваний, связанных с нарушением проницаемости сосудов и поражений капилляров. Актуальная аналитическая задача – экстракционное выделение и определение рутина в составе многокомпонентных систем.

Особое значение имеет использование водорастворимых полимеров, проявляющих способность к комплексообразованию и применяемых в качестве экологически безопасных экстрагентов. В ряду таких полимеров – поли-N-виниламиды, в частности, поли-N-винилкапролактан (ПВКЛ), характеризующийся относительно невысокой нижней критической температурой растворения (НКТР) водных растворов, изменяющейся в интервале 32–37 °С.

Полученные количественные характеристики экстракции рутина водным раствором ПВКЛ свидетельствуют о высокой эффективности экстракционной системы поли-N-винилкапролактан – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$; при pH=6,6 и соотношении объемов фаз 5:1 степень извлечения достигает 95 % при однократной экстракции. При нагревании экстракта ПВКЛ–вода–рутин до 40 °С образуется полимерный осадок, в котором экстрагируемый рутин находится в комплексе с ПВКЛ. Установлено, что отфильтрованный осадок растворяется в воде при 20 °С.

Полученные данные подтверждают практически полное извлечение рутина (массовая доля осажденного рутина 94 %). Таким образом, применение поли-N-винилкапролактама в качестве экстрагента позволяет проводить безреагентную реэкстракцию.

Применение других поли-N-виниламидов (поли-N-винилпирролидон, поли-N-винил-N-метилацетамид) для экстракции рутина менее эффективно, чем ПВКЛ, что обусловлено, очевидно, строением элементарного звена полимера.

**ЭКСТРАКЦИЯ КАРБОКСИЛАТОВ ХЛОРОФОРМОМ
В УСЛОВИЯХ СУБСТЕХИОМЕТРИИ**

О.И. Желтвай, И.И.Желтвай

Физико-химический институт им. А.В.Богатского НАНУ,
Одесса, Украина, zselvay@mail.ru

Для извлечения микроколичеств меди (II) из водной фазы применяют экстракцию малополярными растворителями в виде комплексных соединений с карбоновыми кислотами (HR). Экстрагирующийся комплекс включает молекулярные и ионизированные формы кислоты. Полное связывание меди (II) осуществляется при избытке лиганда и происходит при pH, задаваемых буферными свойствами соответствующей HR. Проанализирована возможность решения обратной задачи (полное связывание HR комплекса), что важно при создании аналитической формы для количественного определения карбоновой кислоты.

В субстехиометрических условиях избытка меди (II) соотношение HR и R⁻ в комплексе, равное 1:2, достигается только в узком интервале pH. Это ограничение снимается, если в качестве исходной соли меди использовать ацетат. При этом определяемая кислота входит в состав экстрагируемого комплекса только в молекулярной форме, что устраняет необходимость прецизионной регулировки кислотности водной фазы. Получены количественные соотношения между константами распределения карбоновых кислот, их растворимостью в хлороформе, константами ионизации и полнотой связывания в комплекс с ацетатом меди (II).

На основе полученных данных теоретически обоснована и экспериментально доказана возможность методик экстракционно-фотометрического определения некоторых карбоновых кислот – нестероидных противовоспалительных препаратов (ибупрофен, диклофенак, напроксен, мефенаминовая кислота) в лекарственных формах сложного состава.

ВЫСОКОИНТЕНСИВНЫЙ ЭКСТРАКТОР ДЛЯ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

А.В. Жучков, А.А. Андреев

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, tema_1@mail.ru

Сконструирован высокоинтенсивный ультразвуковой экстрактор (рис. 1), состоящий из корпуса 1, крышки 2, на которой установлена опора вала 3 перемешивающего устройства 4 и патрубок 5 загрузки продукта экстрагирования. Корпус экстрактора снабжен рубашкой обогрева 6, штуцером 7 для ультразвуковых излучателей, а также штуцером 8, предназначенным для различных измерительных приборов.

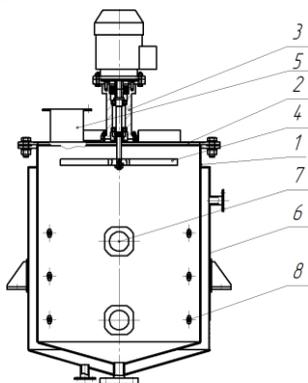


Рис.1. Высокоинтенсивный экстрактор

На данной установке получены экстракты мяты, коры дуба, хвои и соцветий каркаде. Измеряли оптическую плотность, антиоксидантную активность, проводили спектральный анализ экстрактов.

Установлено, что оптическая плотность экстрактов мяты в дистиллированной воде (20⁰С) при воздействии ультразвука на 80–85 % выше, коры дуба – на 100–110 % выше, чем при экстракции в отсутствие ультразвука.

Результаты спектрального анализа также подтвердили эффективность наложения ультразвука на процесс экстрагирования.

Антиоксидантная активность экстрактов хвои при ультразвуковой обработке в течение 10 мин на порядок выше, чем в экстрактах, полученных без озвучивания. Это доказывает повышение интенсивности выхода антиоксидантов из сырья под воздействием ультразвуковых колебаний.

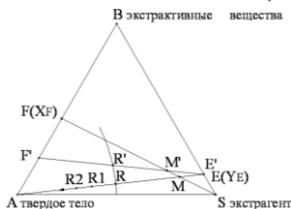
**ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЦЕССА
ЭКСТРАГИРОВАНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ
ВЕЩЕСТВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ
ПРИ ДОСТИЖЕНИИ РАВНОВЕСИЯ**

А.И. Зайцев, Е.В. Гладух, Л.В. Антонова, Н.Н. Бойко

Национальный фармацевтический университет,
Харьков, Украина, Boykoniknik@mail.ru

Существующий графический расчет процесса экстрагирования в треугольных диаграммах для системы твердое тело – экстрагент имеет разбежности, которые противоречат общей теории массообмена. Так, после достижения концентрационного равновесия и свободного стекания экстрагента с растительного сырья получен экстракт E с концентрацией вещества Y_E и рафинат R , которые находятся на луче AE . Если рафинат отжать сильнее, например, прессованием или центрифугированием, то получают рафинат R_1 , R_2 и теоретически можно продолжать вплоть до точки A , получив таким способом полный переход вещества из ЛРС в экстрагент за одну ступень, как при обычном растворении.

Такие несоответствия позволили предположить существование закона распределения вещества между твердой фазой (ЛРС) и жидкой (экстрагент), который можно представить в виде хорды $F'E'$. Причем она имеет разный наклон влево и вправо. Физически это можно объяснить, как процесс сорбции и десорбции вещества на скелете ЛРС, абсорбцией и растворением вещества в экстрагенте. При таком подходе к процессу экстрагирования, отжимая экстракт из ЛРС теоретически насухо и двигаясь по хорде равновесия $F'E'$ влево, в отличие от известных представлений получают, что на твердом теле остается экстрактивное вещество (точка F'). Для более полного истощения требуются дополнительные ступени экстрагирования, что и подтверждается экспериментально.



**ВЫВОД ЗАВИСИМОСТИ КОЭФФИЦИЕНТА
НЕДОИЗВЛЕЧЕНИЯ ОТ СООТНОШЕНИЯ МАССЫ ФАЗ
И КОЛИЧЕСТВА СТАДИЙ ЭКСТРАКЦИИ
ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

А.И. Зайцев, Е.В. Гладух, Л.В. Антонова, Н.Н. Бойко

Национальный фармацевтический университет,
Харьков, Украина, Boykoniknik@mail.ru

В докладе приводится вывод зависимости коэффициента недоизвлечения от массового соотношения твердой и жидкой фаз и кратности экстракции биологически активных веществ из растительного масла.

Для прогнозирования коэффициента недоизвлечения (φ) веществ из растительного сырья необходимо знать следующие составляющие: отношение массы скелета ЛРС (G_F) к массе экстрагента (G_S) (коэффициент избытка растворителя $\beta = G_S/G_F$), отношение массы скелета ЛРС (G_F) к массе удерживаемого экстракта (ΔG_E) (коэффициент удерживания $K_U = \Delta G_E/G_F$), количество ступеней экстрагирования (N), отношение концентрации вещества в твердой фазе (X_i) к концентрации вещества в жидкой фазе (Y_i) (коэффициент распределения вещества между фазами $m = Y/X_i$).

Приводим выведенное нами уравнение (1) зависимости коэффициента недоизвлечения от перечисленных факторов в перекрестном токе экстрагента:

$$\varphi = \frac{1}{\left[1 + \frac{\beta \cdot (K_U + 1)}{\frac{1}{m} + K_U} \right]^N} \quad (1)$$

$$\varphi = \frac{1}{\left(1 + \frac{G_{Ei}}{\Delta G_{Ei}} \right)^N} \quad (2)$$

Уравнение (1) несколько отличается от классического уравнения (2), предложенного для расчетов, например К.Ф. Павловым, П.Г. Романковым и А.А. Носковым.

В уравнении (2) G_{Ei} и ΔG_{Ei} – массы отделяемого раствора (экстракт) и раствора, удерживаемого твердой фазой.

5-С31.

**АНОМАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ГЕТЕРОФАЗНОЙ СИСТЕМЫ
ПЕРФТОРДЕКАЛИН–АЦЕТОНИТРИЛ И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ
ПРИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ
ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

И.Г. Зенкевич, А.С. Кушакова

Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
izenkevich@mail 15.com

Хромато-распределительный метод анализа известен с середины 1960-х г.г. и основан на предварительном распределении аналитов в гетерофазных системах, ограниченно растворимых друг в друге органических растворителей. Это позволяет характеризовать компоненты анализируемых образцов не только индексами удерживания (RI), но и коэффициентами распределения $K_p = C_{\text{неполярн}}/C_{\text{полярн}}$

В любых гомологических рядах при переходе от простейших к высшим гомологам значения как RI , так и K_p закономерно увеличиваются. Симбатный характер таких вариаций проявляется в том, что значения дифференциального параметра j в пределах каждого ряда варьируют в незначительных пределах и могут быть использованы для групповой идентификации аналитов:

$$j = K RI - \lg K_p$$

где K – коэффициент, приводящий гомологические вариации RI и K_p к одному масштабу и зависящий от выбранной комбинации растворителей.

Уникальной особенностью гетерофазной системы перфтордекалин–ацетонитрил являются незначительные по сравнению с другими системами гомологические вариации K_p разных гомологов, ими можно пренебречь. Например, значения K_p нонана, ундекана, тридекана и гексадекана составляют 0.96 ± 0.14 , 0.99 ± 0.14 , 1.05 ± 0.13 и 1.06 ± 0.08 соответственно.

Обсуждаются возможные причины этой аномалии [1].

[1] Зенкевич И.Г., Кушакова А.С. // Журнал физической химии. 2009. Т. 81. №11. С. 2158-2164.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ В ЭЛЕКТРОАНАЛИЗЕ
ЛИПОФИЛЬНЫХ АНТИОКСИДАНТОВ**

**Г.К. Зиятдинова, Э.Р. Гиниятова,
А.А. Гайнетдинова, Г.К. Будников**

Государственный университет, Казань, Россия,
Ziyatdinovag@mail.ru

Липофильные антиоксиданты (АО) как природные, так и синтетические – важные объекты исследований и анализа. Они участвуют в защите липидных мембран клеток от воздействия активных форм кислорода и входят в состав стабилизирующих композиций для различных материалов (технических масел, продуктов питания и т.д.). Поэтому разработка способов определения липофильных АО представляет актуальную задачу.

Найдены рабочие условия экстракции ретинола, α -токоферола и инола из масел ацетонитрилом. Предварительно получено модельное масло, не содержащее рассматриваемых АО. Затем в масло вводили известное количество липофильных АО и экстрагировали их ацетонитрилом. Степень извлечения контролировали кулонометрически и вольтамперометрически. Показано, что количественное извлечение α -токоферола и инола достигается при однократной экстракции в течение 15 мин при объемном соотношении масло : ацетонитрил, равном 1:2,5. Для ретинола, необходима однократная экстракция в течение 10 мин при объемном соотношении масло : ацетонитрил равном 1:2.

На основе полученных данных разработаны методики вольтамперометрического определения ретинола, α -токоферола и инола в лекарственных формах, косметических средствах, технических маслах и пищевых продуктах. Методики легковыполнимы, характеризуются надежностью и рекомендуются для лабораторий пищевой и фармацевтической промышленности и экспертных лабораторий по контролю качества продукции.

**ЭКСТРАКЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ
И СЕЛЕКТИВНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИТАМИНОВ ГРУППЫ В**

**А.В. Зыков¹, Я.И. Коренман¹, Н.Я. Мокшина²,
М.С. Токарев¹, А.М. Махиня¹**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
AlekseyZykov86@yandex.ru

²Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия

Разработка способов разделения биологически активных веществ, в том числе витаминов – одно из приоритетных направлений жидкостной экстракции.

Цель исследования – оптимизация условий экстракционного разделения бинарных и тройных смесей витаминов группы В и их последующего селективного спектрофотометрического определения. Объекты исследования – витамины В₁ (тиамин гидрохлорид), В₂ (рибофлавин) и В₂^{*} (рибофлавин-мононуклеотид), В₆ (пиридоксин гидрохлорид), В₁₂ (цианокобаламин).

Эффективные системы для экстракционного разделения изученных витаминов: изопропиловый спирт – сульфат аммония и этиловый спирт – карбонат калия. Установлено, что практически полностью изопропиловым спиртом разделяются витамины В₁₂ и В₁, фактор разделения $\beta \approx 2050$. При этом степень извлечения витамина В₁₂ достигает 95,4 %; витамин В₁ в тех же условиях извлекается не более, чем на 1 %.

Высокие факторы разделения получены и для других бинарных систем, содержащих витамин В₁₂, например 430 и 320 для смесей витаминов В₂^{*} и В₆ соответственно. Тройные смеси В₁, В₆ и В₁₂; В₁, В₂^{*} и В₁₂; В₂^{*}, В₆, и В₁₂ также характеризуются практически полным извлечением витамина В₁₂, другие компоненты смесей при этом извлекаются незначительно. В смеси В₁, В₂ и В₆ рибофлавин извлекается на 60 %, витамины В₁ и В₂ – менее, чем на 8 %.

Полученные данные рекомендуются для разделения и селективного определения витаминов группы В в водных средах.

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (г/к № П2264).

5-С34.

**ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЭКСТРАКЦИИ ВИТАМИНОВ
ГРУППЫ В ПОЛИ-N-ВИНИЛПИРРОЛИДОНОМ**

**А.В. Зыков¹, Н.Я. Мокшина², Л.В. Внукова¹, Н.С. Колтакова¹,
Я.И. Коренман¹**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
Alekseyzykov86@yandex.ru

²Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия

В связи с развитием фармацевтической и пищевой промышленности разработка новых способов селективного извлечения биологически активных веществ приобретает актуальное значение. Решение задачи возможно с применением нетоксичных водорастворимых полимеров (безреагентная рекстракция).

Цель исследования – применение поли-N-винилпирролидона в качестве экстрагента витаминов группы В (тиамин гидрохлорид, рибофлавин и рибофлавин-мононуклеотид, пиридоксин гидрохлорид, цианокобаламин).

Для экстракции применяли растворы поли-N-винилпирролидона ($M_r = 26000$) с концентрациями 0,5 – 5 мас. %. Для образования двухфазной системы в водный раствор вводили высаливатель. Насыщение водной фазы электролитом повышает количественные характеристики экстракции (коэффициент распределения, степень извлечения). Установлено, что наибольшим высаливающим действием из изученных нами электролитов по отношению к витаминам группы В характеризуются сульфат аммония и карбонат калия.

Витамин В₁₂ практически полностью (на 96 %) извлекается полимером при $C = 1$ мас. %. Степень извлечения других витаминов не превышает 50 %. Полученные зависимости коэффициентов распределения от концентрации полимера описываются линейными уравнениями с высокой степенью достоверности и применимы для прогнозирования степени извлечения витаминов из водных сред, фармацевтических препаратов (растворы для инъекций), культуральных жидкостей (например, актиномицета *Streptomyces griseus*), пищевых объектов (соки, морсы, газированные напитки).

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЙ ЭКСТРАКЦИИ
ПРИ ПОЛУЧЕНИИ СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО ГЕЛЯ**

Л.И. Иванова, Т.Ф. Маринина, Л.Н. Савченко, В.Т. Казуб

Государственная фармацевтическая академия,
Пятигорск, Россия, i_mila_2002@mail.ru

В Пятигорской фармакадемии уже несколько лет применяется электроимпульсная экстракция лекарственного сырья с целью получения биологически активных веществ (БАВ) и изготовления лекарственных форм. В качестве лекарственного сырья нами изучена чага (березовый гриб), содержащая флавоноиды, хромогенный комплекс, полисахариды, птериновые соединения, свободные фенолы, макро- и микроэлементы, фосфолипиды, аминокислоты.

Чагу по характеру биологического действия можно отнести к биостимуляторам, восстанавливающим ферментные системы, и использовать это для получения стоматологического геля. Преимуществом электроимпульсной экстракции является то, что БАВ не выделялись отдельно и в гель не вводились, гель получали одновременно с БАВ в электроимпульсном аппарате, в качестве экстрагента применен полиэтиленоксид 400. Это намного ускорило получение лекарственной формы.

Экстрагирование под действием электрических разрядов позволяет не только повысить эффективность процесса, сократить время переработки, но и провести обеззараживание экстракта в процессе обработки. Параметры экстракции: температура 20 °С, соотношение сырье–экстрагент 1:15, длительность импульса 0,75 мкс, длительность фронта импульса 5 нс, амплитуда импульса 25 Кв, расстояние между электродами 0,33 мм, количество импульсов 500 в серии с частотой следования 2 Гц. Выход БАВ (в частности, хромогенного комплекса) при этом увеличивается и сохраняются их нативные свойства. Для придания гелю оптимальных консистентных свойств применяли ПЭГ 1500 в соотношении 1:3.

**СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ ФЛЮИДНАЯ СО₂-ЭКСТРАКЦИЯ
КОМПЛЕКСА БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ
ВЕРБЛЮЖЬЕЙ КОЛЮЧКИ КИРГИЗСКОЙ
*ALHAGI KIRGHISORUM SCHRENK***

**А.Т. Калиев, Б.К. Ескалиева, Г.Ш. Бурашева,
Ж.А. Абилов**

Казахский национальный университет им. аль-Фараби,
Алматы, Казахстан, balakyz@mail.ru

Объект исследования – верблюжья колючка киргизская (*Alhagi Kirgisorum Schrenk*), произрастает в достаточном количестве только в Казахстане.

Методом СО₂-экстракции (давление 150 bar, температура 40 °С, соразворитель 10 %-ный этиловый спирт, скорость соразворителя 10 г/мин) получен желто-зеленый экстракт. Экстракт анализировали на газожидкостном хроматографе с применением масс-спектрологии. В экстракте идентифицированы 19 веществ, среди которых преобладают альдегиды, кетоны, сложные эфиры.

С применением СО₂-экстракции (давление 200 bar, соразворитель 10 %-ный этиловый спирт, скорость соразворителя 10 г/мин) получен темно-зеленый экстракт. Этот экстракт также проанализирован на газожидкостном хроматографе с применением масс-спектрологии. Результаты анализа показали, что в экстракте содержатся 23 вещества, преобладающие соединения – гексил, октиловый эфир, нанодекан, 1-октадецен. Изменяя концентрацию и скорость соразворителя (5 %-ный этиловый спирт, скорость соразворителя 15 г/мин), при повышенном давлении и температуре 40 °С получен коричневый экстракт. В этих условиях методом СО₂-экстракции количественно извлекаются флавоноиды и дубильные вещества конденсированного ряда.

Биологически активный комплекс, полученный СО₂-экстракцией, проявляет антиоксидантную активность (76 %), стандарт – рутин.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОНЦЕНТРАЦИЙ
ГИДРОКСИАРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА КОЛОНКАХ
С ИМПРЕГНИРОВАННЫМ ПЕНОПОЛИУРЕТАНОМ**

**С.П. Калинкина, П.Т. Суханов, Л. А. Харитоновна,
О.Е. Ивахненко, М.Н. Якушева**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, kharitonova1960@rambler.ru

Фенол, 1- и 2-нафтолы, их сульфопроизводные (фенол-4-сульфо-кислота, 1-нафтол-5-сульфо-кислота, 2-нафтол-4-сульфо-кислота), а также нитрознафтолы (1-нитрозо-2-нафтол, 2-нитрозо-1-нафтол) относятся к загрязнителям природных и сточных вод производства красителей, полимерных материалов, парфюмерных и фармацевтических препаратов, лаков и красок.

Разработаны методики определения микроколичеств гидроксиароматических соединений в водах, включающие концентрирование их на колонках с пенополиуретаном (ППУ), импрегнированным смесями дибутилфталата (ДБФ) и трибутилфосфата (ТБФ) с нонаном.

Методика суммарного определения нитрознафтолов основана на пропускании подкисленной водной пробы через колонку, заполненную ППУ, импрегнированным смесью ДБФ–нонан (1:1), промывании колонки водой и десорбирующим раствором, фотометрировании десорбата. Полнота извлечения нитрознафтолов 92–93 %, относительная погрешность 10 %.

Методика определения нафтолов в присутствии сульфокислот основана на различной сорбируемости при пропускании через колонку с ППУ, импрегнированного эквимолярной смесью ТБФ – нонан (загрузка ППУ экстрагентом 48 %). Нафтолы хорошо сорбируются и остаются в колонке, сульфокислоты не удерживаются колонкой и остаются в водном растворе. Методика раздельного определения фенола и 1-нафтола включает их двухстадийное концентрирование. Селективное определение токсикантов в концентрате осуществляют методом нормально-фазовой ВЭЖХ, относительная погрешность в пределах 18 %.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОМ
ТИТРОВАНИИ СОЛЕЙ ЧЕТВЕРТИЧНЫХ АММОНИЕВЫХ
И ФОСФОНИЕВЫХ ОСНОВАНИЙ КИСЛОТНЫМИ КРАСИТЕЛЯМИ**

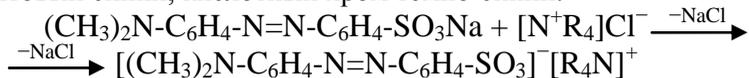
И.В. Каранди, М.М. Бузланова

Институт элементоорганических соединений
им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия,
margaret@ineos.ac.ru

Известна способность четвертичных аммониевых оснований взаимодействовать с кислотными красителями с образованием нерастворимых ионных ассоциатов, экстрагируемых хлороформом.

В докладе обсуждается возможность использования ряда кислотных красителей при двухфазном потенциометрическом титровании солей четвертичных аммониевых и фосфониевых оснований. В присутствии органического растворителя при титровании раствором красителя экстрагируется продукт взаимодействия, что обеспечивает четкую фиксацию точки эквивалентности. При титровании применяли окислительно-восстановительный индикаторный электрод и каломельный электрод сравнения. Скачок потенциала в интервале + 250 мВ : + 90 мВ.

Исследована возможность экстракции продуктов взаимодействия четвертичных аммониевых и фосфониевых оснований со следующими красителями: метиловый оранжевый, эриохромцианин R, эриохром черный, бриллиантовый желтый, сульфоназо, ксиленоловый оранжевый, феноловый красный, бромфеноловый синий, арсеназо, ализариновый желтый, бриллиантовый синий, кислотный хром темно-синий.



При использовании $0,5 \times 10^{-2}$ М растворов титранта можно анализировать растворы солей четвертичных аммониевых и фосфониевых оснований с концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^3$.

INVESTIGATION FOR THE EFFECT OF EXTRACTS ISOLATED FROM (*BRASSICA NAPUS* SPP. *OLEIFERA*) (KANOLA-KOLZA) SPECIES ON REPLICATION OF RAT HEPATOCYTES

Yeşim Kara, Ramazan Mammadov, Merve Parlak, Özgün Teksoy, Mahmut Yıldıztekin

Pamukkale University, Faculty of Science and Arts.,
Department of Biology, Kınıklı-Denizli, Turkey
rmammad@yahoo.com

B. napus ssp. *oleifera* L. oil is rich of vitamin E and has an important antioxidant effect in reducing the risk of chronic cardiac diseases. The studies were carried out on rats. At the core of this study, there is a surgical operation carried out on the liver. To this end, the rats were classified into two groups.

From these groups, one of them is control group, the other one is first and second group upon which the studies were led. As a result of the resection, certain amount of the rat liver is taken, being cut. The hepatositis of operation results fulfilled on rats are 50% respectively.

Immediately after the hepatic tissue is taken, the rats were kept alive, stitching their abdominal region. The surgical operation was fulfilled in Pamukkale University Medical Science Faculty Experimental Research Unit. Generally hepatositis replication is treated by apoptosis method. Therefore, this study is led by the extractions got out of *B. napus* ssp. *oleifera* L. species (%0,5 and %1 concentration).

The liver enzymes of ALT, AST, GGT, which were regularly taken from cardiac area during six weeks, and UREA rate, whose variation in blood could be observed in the kidney functions, were altogether taken into consideration. At the end of this study, a statistically significant decrease was demonstrated in ALT and UREA values in the control group, group I as result of hepatic dissection.

5-С40.

МЕТОДЫ OFF- И ON-LINE КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ИОННЫХ И НЕЙТРАЛЬНЫХ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В РЕЖИМЕ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

**А.А. Карцова, Е.А. Бессонова, Е.В. Объедкова,
В.А. Даванков**

Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
kartsova@gmail.com, Lena_pol@inbox.ru

Изучены возможности *on-line* концентрирования (*стэкинг*, *динамический рН-скачок*, *свипинг*) ионогенных (полифенолы, биогенные амины и их метаболиты, белки) в условиях капиллярного зонного электрофореза и нейтральных (стероидные гормоны) аналитов в режиме мицеллярной электрокинетической хроматографии. Показана перспективность использования свипинга для концентрирования стероидных гормонов с добавкой 5 мМ β-ЦД в матрицу образца; стэкинга с большим вводом пробы (30 мбар, 90 с) для биогенных аминов, позволяющего достичь предела обнаружения 50 нг/см³ и стэкинга с обращением полярности (50 мбар, 300 с) при определении альбумина (~15 мкг/ см³).

Полученные результаты востребованы в практике клинической медицины. Снизить пределы обнаружения возможно также грамотной стратегией *off-line* концентрирования при подготовке пробы к анализу. В современной лабораторной практике особое место занимает метод твердофазной экстракции, порой вытесняющей жидкостную. Значительные перспективы открываются при использовании сверхсшитых полистиролов.

Нами применен сорбент Puqosep 270 с развитой нанопористой структурой, большим свободным объемом и удельной поверхностью. Сверхсшитый полистирол пригоден для концентрирования гидрофобных и гидрофильных лекарственных препаратов из биологических объектов (моча, сыворотка крови). Сопоставлены результаты и получены оценочные характеристики

ки эффективности жидкостной экстракции, а также твердофазной экстракции на сорбентах C_{18} и Purosep 270.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-C41.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ПРОПОЛИСА ИЗ СТОМАТОЛОГИЧЕСКИХ ЭЛАСТОПЛАСТОВ

**Ю.А. Красникова¹, Л.В. Лыгина², В.В. Калмыков²,
Е.В. Смирнов¹, Н.И. Лесных¹**

¹Государственная медицинская академия, Воронеж, Россия

²Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
IHW000@yandex.ru

В настоящее время производятся десятки фармацевтических форм из прополиса, содержащих более 25 соединений, в т.ч. флавоноиды и производные кверцетина. Прополис благотворно влияет на регенерацию тканей, что особенно важно в послеоперационный период. Цель работы – создание полимерных композиций на основе полисилоксанов, насыщенных прополисом и обеспечивающих длительное его экстрагирование в водную среду.

Проведено многократное экстрагирование активных веществ водно-спиртовыми растворами. Получены фракции с различной степенью лиофильности. Изучены силиконовые стоматологические композиции на основе Molloplast, Soft-Liner и ПМС, в состав которых вводили прополис (6–10 мас. %, 18–100 °С). Исследована кинетика миграции компонентов прополиса в водную среду в течение 28 суток. Для большинства композиций максимальное извлечение происходит в первые 2 суток, концентрация отдельных фракций прополиса 3,0 – 4,5 мг/см³.

Незначительное содержание экстрактивных веществ в композициях на основе пластмассы Soft-Liner (1,2 мг/см³) и стабильная миграция в течение 7 суток наблюдались для композиций на основе Molloplast 2,2 мг/см³, на 28 сутки – 1,2 мг/см³. На основании анализа физико-механических свойств композиций установлено, что пластмасса Molloplast имеет менее развитую трехмерную структуру, что способствует выделению фракций с низкой молекулярной массой. Таким образом, экстрагирование биологически активных веществ связано со степенью очистки

прополиса от воскообразных соединений (их в прополисе примерно 25 %) и зависит от структуры полимеров.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С42.

**ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ СЫРЬЯ
НА ПРОЦЕСС ЭКСТРАГИРОВАНИЯ ИЗ ЧАГИ**

О.Ю. Кузнецова, А.И. Носов, М.А. Сысоева

Государственный технологический университет,
Казань, Россия, Kuznetsovaolga@mail.ru

Чага (*Inonotus obliquus*) – это трутовый гриб, произрастающий на березе. Экстракты чаги применяются для профилактики и лечения предраковых заболеваний и рака различной этиологии. На основе экстрактов чаги готовят лекарственные препараты «Бефунгин» и «Настойка чаги». В последнее время получены новые биологически активные добавки – «Чаговит», «Чаголюкс», а также косметические средства – крем «Чага для ран», бальзам В. Дикуля, гель-бальзам «Доктор-Чага» и другие.

Хромогены или меланины – основное действующее вещество водных извлечений чаги, обуславливающие терапевтическую активность препаратов чаги. Помимо них в извлечения чаги входит также большое количество соединений различной природы, например, производные фенолов, полисахариды, лигнин, клетчатка, зольные элементы.

В докладе обсуждаются полученные нами экспериментальные данные по получению экстрактов чаги методом ремачерации с предварительной обработкой сырья водными растворами органических растворителей в широком диапазоне концентраций. Оптимизированы условия предварительной обработки сырья – способ обработки, ее продолжительность, концентрация экстрагента, температурные условия.

Анализ полученных экстрактов и выделенных из них меланинов проводили по сухому остатку, зольности, выходу меланинов, содержанию углеводов и фенольных соединений. Анти-

оксидантную активность измеряли кулонометрически с применением электрогенерированного брома.

Остаточное содержание экстрагента в извлечениях определяли методом ЯМР-спектроскопии.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С43.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ МИНЕРАЛЬНОЙ И ОРГАНИЧЕСКОЙ СОСТАВЛЯЮЩИХ КОСТНОЙ ТКАНИ

Е.А. Маловская, С.А. Лемешева, О.А. Голованова

Государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, Россия, eka-m19@yandex.ru

В настоящее время интенсивно развивающимся направлением науки является биоминералогия, изучающая минеральные образования в организме человека. Важнейший представитель группы физиогенных биоминералов – костная ткань. Известно, что это органо-минеральное образование имеет сложный многокомпонентный состав, включающий трудноразделимые минеральные и органические составляющие. Изучение костной ткани тесно сопряжено со значительными методическими трудностями, так как для выделения органического матрикса необходимо проводить деминерализацию кости.

Цель исследования состоит в разработке методики экстракционного разделения минеральной и органической составляющих костной ткани человека с сохранной структурой апатита.

Сущность предлагаемой методики заключается в последовательном экстрагировании органических веществ 1 %-ным раствором хлорида натрия и смесью хлороформ–спирт в объемном соотношении 2:1. Экстракционное концентрирование проводили при комнатной температуре в течение 3 суток.

Данные рентгенофазового анализа подтверждают эффективность разработанной нами методики для извлечения белковых соединений из костной ткани с сохранной структурой апатита.

Таким образом, методика экстракционного разделения позволяет извлекать органическую компоненту костной ткани без разрушения структуры гидроксилатапата и получать новые данные о патогенных изменениях в костных тканях.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-C44.

INVESTIGATION FOR THE EFFECT OF EXTRACTS ISOLATED FROM *CRATAEGUS MONOGYNA* JACQ. SPECIES ON REPLICATION OF RAT HEPATOCYTES

**Ramazan Mammadov¹, Gülten Taşdelen¹,
Barboros Şahin², İsmayıl Ferhat²**

¹Pamukkale University, Faculty of Science and Arts., Department of Biology, Kınıklı-Denizli, Turkey, rmammad@yahoo.com

²Faculty of Medicine, Experimental Research Center, Pamukkale University, Kınıklı-Denizli, Turkey

Seventeen species are found in family Rosaceae *Crataegus* L. in Flora of Turkey. Since ancient times people plant leaves flowers and fruits prepared *Crataegus* L. using drugs to treat heart disease have. In this study, effect on the liver were investigated *C. monogyna* Jacq. plants extractions. In the experiments carried out on rats, the upper right part of the abdomen was cut with 3 millimetres incision and %50 percent of the liver were dissected then these operation were classified into three groups. One of these groups was control, second and third groups (n = 5). The extractions derived from the extractions of *C. monogyna* Jacq. (to second groups of rats in %0,5 and to third groups of rats in % 1,0 concentration) were added into the water of rats to enable them drink it orally.

The liver enzymes of ALT, AST, GGT, which were regularly taken from cardiac area during six weeks, and UREA rate, whose variation in blood could be observed in the kidney functions, were altogether taken into consideration. At the end of this study, a statistically significant decrease was demonstrated in ALT and UREA values in the control group, group I as result of hepatic dissection. A statistically significant increase is found in ALT and UREA values both in group II applied with %0.5 concantrate and group III applied with %1.0 concantrate, whereas a statistically significant decrease in

UREA is observed only in group III. It is shown that, %0.5 *C. monogyna* Jacq. extract applied to group II gives hazard to rat liver functions but not to kidney functions, whereas %1.0 extract applied to group III rats gives hazard to both liver and kidney functions.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-C45.

УСТАНОВЛЕНИЕ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКОЙ ПОРЧИ ВАНИЛИНСОДЕРЖАЩЕГО КРЕМА ЭКСТРАКЦИОННО- СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Н.В. Маслова, П.Т. Суханов, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
imbruliya@mail.ru

В ванилинсодержащем креме под действием кислорода воздуха и температуры свыше 16 °С ванилин (3-метокси-4-гидроксibenзальдегид) легко трансформируется в ванилиновую (3-метокси-4-гидроксibenзойную) кислоту, которая придает кремовым изделиям привкус пыли.

Задача исследования состоит в разработке способа определения ванилина и ванилиновой кислоты в водных экстрактах, полученных из кондитерского крема. Для извлечения аналитов из экстрактов применяли бинарные смеси гидрофильных растворителей на основе ацетона, образующие самостоятельную фазу в присутствии высаливателя (сульфат аммония), второй компонент смеси – изопропиловый или диацетоновый (4-гидрокси-4-метил-2-пентиловый) спирт.

Оптимизированы условия экстракционного извлечения ванилина и ванилиновой кислоты (состав смеси растворителей, температура, продолжительность экстрагирования, концентрация высаливателя). Установлены количественные характеристики процесса – коэффициенты распределения и степень извлечения ванилина и ванилиновой кислоты.

Аналиты в концентратах определяли спектрофотометрически на приборе Shimadzu-UV-Mini-1240 при 200 нм (ванилиновая кислота) и 260 нм (ванилин), $l = 1$ см. Установлено, что

в свежеприготовленном креме присутствует только ванилин, спустя 5 дней идентифицируется ванилиновая кислота, что свидетельствует о начале микробиологической порчи ванилинсодержащего крема.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С46.

НОВЫЙ ТВЕРДОФАЗНЫЙ РЕАГЕНТ НА ОСНОВЕ ПЕНОПОЛИУРЕТАНА

Х.А. Мирзаева, Д.С. Закалова, М.А. Бабуев

Дагестанский государственный университет,
Махачкала, Россия, babuev@mail.ru

Для извлечения тяжелых металлов из растворов сложного состава хорошо зарекомендовали себя комплексообразующие сорбенты, полученные путем иммобилизации селективными органическими реагентами. В этом отношении принципиальное значение имеют пенополиуретаны (ППУ), характеризующиеся высокой эффективностью, химической устойчивостью, экономической целесообразностью и отсутствием собственной окраски, что немаловажно при разработке легковыводимых тест-методик.

Изучена сорбционная способность ППУ, модифицированного азокрасителем 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН), для концентрирования и определения кадмия в объектах окружающей среды. Оптимизированы условия получения модифицированного сорбента ППУ–ПАН. Установлено, что ПАН сорбируется на ППУ в области pH 5,5–8,5 при 60-минутном перемешивании, степень извлечения 88–90 %, максимальная емкость сорбента 210 мг/г.

Показана возможность применения модифицированного сорбента для количественного извлечения кадмия за счет взаимодействия с функциональными группами ПАН непосредственно на матрице сорбента. Количественное извлечение (98–99 %) достигается при 40–60-минутном контакте сорбент – сорбат.

Диапазон линейности цветовой шкалы сохраняется при изменении концентрации кадмия от 0,2 до 2,4 мкг/см³ (рН 7,2).

Сорбент в качестве твердофазного реагента применен нами для разработки сорбционно-спектрофотометрической и визуальной тест-методик определения кадмия.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С47.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РАЗЛИЧНЫХ СПОСОБОВ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФТАЛАТОВ В ВОДЕ

А.Ю. Михеева, И.А. Васильева

ЗАО «Центр исследования и контроля воды»,
Санкт-Петербург, Россия, welcome@aqua-analyt.com,
micheeva_alena@mail.ru, vasilyevai@mail.ru

К приоритетным загрязнителями окружающей среды отнесены шесть эфиров фталевой кислоты: диметилфталат, диэтилфталат, ди(*n*-бутил)фталат, бензилбутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат и ди(*n*-октил)фталат. Основная сложность определения фталатов заключается в высокой вероятности загрязнения образца фталатами из лабораторного фона, поэтому анализ должен быть ориентирован на использование минимального количества реактивов и материалов.

В докладе представлены результаты применения двух способов экстракции для извлечения фталатов из водных матриц: традиционной жидкость-жидкостной в делительной воронке и микроэкстракции. Оценено содержание фталатов при проведении контрольных экспериментов и установлены нижние границы диапазона измерений.

Степень извлечения фталатов устанавливали при экстракции различными растворителями в присутствии высаливателя и без него. Варьируемый параметр – объем экстрагента (гексан) и количество вводимого в водную фазу высаливателя (хлорид натрия).

Для минимизации влияния фоновых загрязнений применяли микроэкстракцию. Фталаты экстрагировали из большого объема воды (0,25 дм³) в малый объем растворителя (1–2 см³),

экстракт анализировали без предварительного концентрирования. На основе полученных экспериментального материала разработана методика определения фталатов в пробах питьевых, природных и сточных вод. Методика аттестована в системе Ростехрегулирования и внесена в Федеральный реестр.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С48.

ДИАГНОСТИКА ГИНЕКОЛОГИЧЕСКИХ ЗАБОЛЕВАНИЙ ПО ЭФФЕКТИВНОСТИ МИКРОЭКСТРАКЦИИ ПАРОВ ГАЗОВ-ТЕСТЕРОВ В ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ПОЛИМЕРОВ

**А.А. Мишина¹, Т.А. Кучменко¹, В.В. Битюкова²,
И.А. Тюркин²**

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, an-mishina@yandex.ru

²Государственная медицинская академия им. Н.Н. Бурденко,
Воронеж, Россия

В современной медицинской практике возникает необходимость использовать наряду с традиционными методами диагностики тест-способы оценки состояния пациентов для быстрой постановки диагноза и контроля курса лечения, т.к. при высокой точности и специфичности недостатком традиционных методов является большая продолжительность (от 2 часов до 7-8 дней), часто неприемлемая для сохранения жизни и своевременного лечения человека.

Цель исследования – изучение эффективности микроэкстракции паров-тестеров (алифатические, циклические амины, карбоновые кислоты) в тонкие пленки полимеров – модификаторов пьезовесов и оценка возможности применения их для скрининг-диагностики гинекологических заболеваний.

Исследование микроэкстракции паров-тестеров в тонкие пленки полимеров проводили методом пьезокварцевого микро-взвешивания на установке «МАГ-8» со специальным программным обеспечением. В качестве микроэкстрагентов изучены стандартные хроматографические, специфические и универсальные полярные фазы и индифферентные покрытия. Пьезокварцевые резонаторы с пленками и фазами на электродах экспонировали в парах равновесной газовой фазы биоптата для избирательной экстракции паров-тестеров, определяющих наличие или степень выраженности заболевания. Для обработки анали-

тических сигналов массива сенсоров применен метод главных компонент.

Установлено, что результаты пьезокварцевого взвешивания микроэкстрактов коррелируют с результатами традиционных методов диагностики гинекологических заболеваний.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С49.

**МИКРОЭКСТРАКЦИЯ АРОМАТОБРАЗУЮЩИХ
КОМПОНЕНТОВ СЛИВОЧНОГО МАСЛА НА ТОНКИХ ПЛЕНКАХ
МОДИФИЦИРОВАННЫХ СЕНСОРОВ**

С.И. Нифталиев, Е.И. Мельникова, А.А. Селиванова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, sanna130485@rambler.ru

Селективность определений методом пьезокварцевого микровзвешивания достигается нанесением на электроды массметрических резонаторов тонких пленок модификаторов, избирательно экстрагирующих определяемые компоненты. В качестве модификаторов электродов сенсоров применяли растворы полиэтиленгликоля и его эфиров, полистирола, β -аланина, tween-40, тетрабензоатпентаэритрита, тритона X-100, дициклобензо-18-краун-6 эфира в толуоле.

Объекты исследования – легколетучие ароматобразующие органические вещества сливочного масла, идентифицированные хроматографически: муравьиная, уксусная, пропионовая, масляная кислоты, формальдегид, ацетальдегид, этилацетат. Мультисенсорная система непродувного типа обеспечивает независимость получаемых результатов от скорости продвижения пробы в ячейке детектирования.

Ароматобразующие соединения сорбируются пленкой модификатора, при этом изменяется частота собственных колебаний пьезокварцевого сенсора. Аналитический сигнал резонатора зависит от сродства аналита и модификатора, определяемого их природой, массы пленки, а также температуры микроэкстракции.

Установлены общие закономерности микроэкстракции легколетучих органических веществ, рассчитана мольная чувствительность пленок сорбентов к анализам и их эффективность.

На основании полученных данных микроэкстракция рекомендуется для отдельного определения органических веществ различных классов в воздухе, а также для разработки новых способов оценки качества пищевых продуктов, и их подлинности.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С50.

ЭКСТРАКЦИЯ ПРЕБИОТИКОВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

Е.В. Ожимкова

Государственный технический университет, Тверь, Россия,
eozhimkova@mail.ru

В последние годы возросли нарушения пищевого статуса населения, иными словами, люди перестали получать с пищей необходимые для поддержания нормального функционирования организма вещества. Одной из актуальных проблем становится дефицит пищевых волокон (пребиотиков), снижающий резистентность организма к неблагоприятным факторам окружающей среды. С дефицитом пищевых волокон в пище связывают развитие ряда заболеваний и состояний, таких, как рак толстой кишки, синдром раздраженного кишечника, запоры, желчно-каменная болезнь, сахарный диабет, ожирение, атеросклероз, ишемическая болезнь сердца, варикозное расширение и тромбоз вен нижних конечностей.

Одним из перспективных источников растительных гликанов, которые могут проявлять свойства пребиотиков, является шрот лекарственного сырья. Для экстракции гетерополисахаридов шалфея и валерианы нами применены растительные материалы, остающиеся после получения медицинских настоек, что позволяет более полно использовать ценное растительное сырье. Экстрагированные из лекарственного сырья гликаны анализировали современными физико-химическими методами (высокоэффективная жидкостная хроматография, инфракрасная Фурье-спектроскопия, фотонно-корреляционная спектроскопия).

Установлен моносахаридный состав полученных гетерополисахаридов; подтверждено наличие уоновых кислот и их производных, что позволяет рассматривать данные гликаны в качестве перспективных компонентов функциональных продуктов питания, повышающих иммунный статус.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С51.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ ЛИПОФИЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ ПЛОДОВ БОЯРЫШНИКА

Л.В. Омариева, А.Ш. Рамазанов

Дагестанский государственный университет,.

Махачкала, Россия, lizka78@mail.ru

В масложировой промышленности для выделения липидов из маслосодержащего растительного сырья широко используется процесс экстрагирования. Экстрагирование липофильных веществ из плодов боярышника органическим растворителем с целью получения масла плодов боярышника не изучено. Для установления оптимальных технологических параметров процесса экстрагирования нами исследовано влияние способа подготовки сырья, температуры и продолжительности экстрагирования.

Объект исследования – плоды боярышника пятипестичного. Экстрагирование проводили настаиванием при комнатной температуре и исчерпывающим экстрагированием петролейным эфиром в аппарате Сокслета при кипении эфира.

Для выяснения влияния дисперсности на выход липидов экстрагировали из измельченных до 0,5 мм цельных плодов боярышника с семенами. Установлено, что из измельченного сырья выход липидов составляет 16,5 %, из измельченных плодов – 4,2 %. При последующем измельчении плодов боярышника выход липидов составляет 11,9 %. При «холодном» экстрагировании из измельченных плодов количество извлекаемых липидов снижается.

Экстрагирование при температуре кипения растворителя увеличивает в масле содержание свободных кислот, при извлечении липидов при комнатной температуре кислотное число

значительно ниже. Йодное число при экстрагировании липидов в условиях повышенных температур снижается. Эфирное число и число омыления практически не зависят от температурных условий экстрагирования. В дальнейшем липиды экстрагировали петролейным эфиром при температуре кипения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С52.

ЭКСТРАКЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИГМЕНТОВ В КУЛЬТУРНЫХ И ДИКОРАСТУЩИХ РАСТЕНИЯХ

И.Г. Орлова¹, Н.А. Галушко², И.Б. Нахушева¹

¹НОЦ «Технологии живых систем и биологические материалы» государственного университета и Южного научного центра РАН, Ставрополь, Россия, orlova-19@yandex.ru

² НИИ сельского хозяйства РАСХН, Михайловск, Ставропольский край, Россия, natasotka@mail.ru

С применением экстракционно-спектрофотометрического метода изучены онтогенетические изменения содержания хлорофилла и каротиноидов в культурных растениях и дикорастущих пастбищных видах. Пигменты растений экстрагировали полярными растворителями – 80 %-ным ацетоном, петролейным эфиром и неполярным растворителем (96 %-ный этиловый спирт) по ускоренному методу Я.И. Милаевой и Н.Н. Примака (1969). Оптическая плотность растворов измеряли на спектрофотометре СФ-46.

Максимальная концентрация пигментов в пшенице отмечена на VIII этапе органогенеза. Накопление пигментов в процессе органогенеза в растениях тритикале и ржи происходит однотипно с пшеницей. Соотношение хлорофиллов а/б не зависит от применения минеральных удобрений и биологически активных веществ и в среднем составляет в зависимости от развития растений 1,5 – 3,5.

Из видов местной флоры содержание каротиноидов в *Festuca valesiaca* Gaudin достигает 1,69, хлорофиллов – 8,26 мг/г сухого вещества. В *Poterium polygamum* Waldst. Et Kit. содер-

жание хлорофиллов в фазе цветения варьирует от 5,0 до 13,8, каротиноидов – от 1,3 до 3,5 мг/г сухого вещества.

Применение разных экстрагентов позволяет изучить онтогенетические изменения содержания пигментов не только в культурных, но и в дикорастущих растениях.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»
5-С53.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ И КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ В АНАЛИЗЕ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

**О.А. Пахомова¹, С.И. Нифталиев¹, Я.И. Коренман¹,
Н.Я. Мокшина²**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
sabukhi@gmail.com

²Военный авиационный инженерный университет, Воронеж, Россия

Производство аминокислот микробиологическими, ферментационными и химическими методами достигает промышленных масштабов. Основная сложность получения целевых аминокислот заключается в извлечении отдельных компонентов из ферментационных растворов и их разделении.

Экстракционное извлечение тирозина и глицина из водных растворов с последующим кондуктометрическим детектированием экстракта позволяет селективно определять аминокислоты, исключая стадию реэкстракции.

Тирозин и глицин экстрагировали из насыщенных водно-солевых растворов. Экстракт анализировали методом кондуктометрического титрования. Титрант – этанольный раствор КОН, обеспечивающий максимальный скачок на кривой кондуктометрического титрования и надежность индикации точки стехиометричности. Кондуктометрические измерения проводили в стандартной ячейке с платиновыми электродами. Постоянную ячейки находили с применением раствора хлорида калия, коэффициенты распределения и степень извлечения аминокислот рассчитывали по известным формулам.

Максимальное разделение достигается при концентрации тирозина 0,008 мг/см³ и глицина 0,012 мг/см³ и соотношении компонентов смеси гидрофильных растворителей (бутиловый спирт, этилацетат и ацетон) 6:1:3. При однократной экстракции в разработанных условиях степень извлечения тирозина составляет 15 %, глицина – 97 %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С54.

ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ЭКСТРАКТОВ ТИРОЗИНА И ФЕНИЛАЛАНИНА

**О.А. Пахомова¹, С.И. Нифталиев¹, Я.И. Коренман¹,
Н.Я. Мокшина²**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
pakhomchik@mail.ru

²Военный авиационный инженерный университет, Воронеж, Россия

Разработка легкоосуществимых способов определения аминокислот относится к приоритетным биотехнологическим и аналитическим задачам. Решение возможно с применением экстракции гидрофильными растворителями и последующего детектирования концентрата методом капиллярного электрофореза.

Изучена экстракция тирозина и фенилаланина из водных растворов тройной смесью гидрофильных растворителей (бутиловый спирт – этилацетат – ацетон). Концентрат анализировали на установке для капиллярного электрофореза «Капель-105» с применением источника высокого напряжения положительной полярности.

Содержание тирозина и фенилаланина определяли с помощью встроенного фотометрического детектора при 254 нм. Запись и обработку данных осуществляли с применением программного обеспечения «МультиХром».

Для разделения аминокислот в качестве добавки к фоновому электролиту применяли боратный буферный раствор (рН =

= 9,18). При таком рН аминокислоты существуют в виде анионов и таутомеров с биполярной ионизированной структурой.

Экспериментальные результаты свидетельствуют о возможности получения электрофореграмм тирозина и фенилаланина с четким разрешением растворителей.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С55.

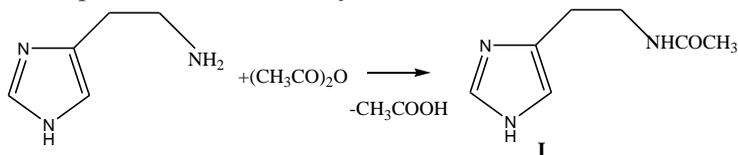
МОДИФИКАЦИЯ, ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ И ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИСТАМИНА

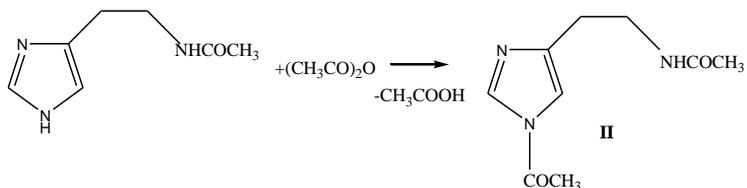
Ю.Ю. Петрова, А.А. Дренин, К.А. Кокорина

Государственный университет, Сургут, Россия,
uur.71@mail.ru

Гистамин (имидазол-4-этиламин) – гетероциклическое соединение, принадлежащее к группе биогенных аминов. Образуется из гистидина путем декарбоксилирования под действием гистидиндекарбоксилазы и распадается в реакциях дезаминирования и метилирования. Является основанием по аминогруппе и пиридиновому азоту.

В докладе предлагается ацилировать гистамин с целью его экстракционного извлечения, например из слюны, и последующего определения методом ГХ или ГХ-МС. Ацилировали непосредственно основание (гистамин) и его соль (дигидрохлорид), которые переводили в основания по реакции с аммиаком в этанольном растворе. Ацилирование проводили уксусным ангидридом в пиридине в течение 1 суток.





На газовом хроматографе «Кристалл 2000» получены хроматограммы ацилированного продукта, возможно, моноацетил- (I) или диацетил- (II) гистамина, с t_R 1,1–1,3 с, что обеспечивает экспрессность газохроматографического определения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-C56.

**РАЗРАБОТКА УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИИ СТРЕПТОЦИДА
РАСТВОРИМОГО ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

А.В. Пилипенко, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, pilipenkoandrey@yandex.ru

Цель исследования – разработка эффективной экстракционной системы для извлечения стрептоцида растворимого (СР) из водных растворов. В качестве экстрагентов применяли частично или полностью растворимые в воде н.бутиловый и изопропиловый спирты, 1,4-диоксан, бутилацетат.

Для образования самостоятельной органической фазы в водный раствор до экстракции вводили высаливатель – хлорид калия, сульфит натрия или сульфат аммония. Соли влияют на диэлектрическую проницаемость среды, способствуют обмену молекул воды в ближайшем окружении СР и экстрагента, повышают количественные характеристики экстракции (коэффициент распределения, степень извлечения).

В равновесной водной фазе СР определяли спектрофотометрически (Shimadzu UV mini-1240, кварцевая кювета, $l = 1$ см, $\lambda = 254$ нм).

Изучено влияние рН водного раствора, продолжительность контакта фаз, соотношения их объемов и температуры на экстракцию СР из насыщенного водно-солевого раствора.

Экспериментально установлены условия экстракции, в которых достигается наиболее полное извлечение СР: температура 21 ± 1 °С, исходное соотношение объемов водной и органической фаз 10:1; продолжительность экстракции 5-6 мин. Более длительное контактирование фаз не приводит к увеличению количественных характеристик процесса.

Установлено, что в системе изопропиловый спирт – сульфат аммония – водный раствор СР при рН $6,5 \pm 0,3$ коэффициент распределения СР равен 30, степень однократного извлечения 68 %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С57.

**ЭКСТРАКЦИЯ НОРСУЛЬФАЗОЛА ГИДРОФИЛЬНЫМИ
РАСТВОРИТЕЛЯМИ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

А.В. Пилипенко, О.А. Кривошеева, Я.И. Коренман

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, pilipenkoandrey@yandex.ru

Цель исследования – разработка экстракционных систем для извлечения норсульфазола из водных растворов с применением гидрофильных растворителей разных классов (н.бутиловый спирт, 1,4-диоксан, н.бутилацетат). Обязательное условие экстракции такими растворителями – введение в водный раствор высаливателя, способствующего образованию двухфазной системы. Установлено, что среди изученных электролитов (галогениды, сульфаты щелочных и щелочноземельных металлов и аммония) максимальным высаливающим действием по отношению к норсульфазолу характеризуется сульфат аммония.

Норсульфазол экстрагировали из насыщенного водно-солевого раствора сульфата аммония при исходном соотношении объемов водной и органической фаз 10:1. После экстракции водную фазу отделяли и анализировали методом УФ-спектрофотометрии (Shimadzu UV mini-1240, кварцевая кювета, $l = 1$ см, $\lambda = 283$ нм).

Количественные характеристики экстракции СР приведены в таблице ($n = 3$; $p = 0,95$):

экстрагент	коэффициент	степень
------------	-------------	---------

	распределения	извлечения, %
н.бутиловый спирт	230±30	94,8
1,4-диоксан	180±20	93,5
н.бутилацетат	30±5	74,6

Установлено, что в системе с н.бутиловым спиртом коэффициент распределения норсульфазола достигает 230, степень однократного извлечения – 94,8 %. Это можно объяснить образованием сольватных комплексов норсульфазола с ОН-группами спирта. н.Бутиловый спирт рекомендуется для практически полного извлечения норсульфазола из водных растворов.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С58.

ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАКЦИИ ВИТАМИНОВ В₂ и В₆ н–БУТАНОЛОМ В ПРИСУТСТВИИ ВЫСАЛИВАТЕЛЕЙ

Е.И. Полянских¹, Е.М. Рахманько², О.В. Шуляковская¹

¹Республиканский научно-практический центр гигиены,

Минск, Беларусь, rspsh@rspsh.by

²Государственный университет, Минск, Беларусь,

analysx@it.org.by

Водорастворимые витамины В₂ (рибофлавин) и В₆ (пиридоксин) участвуют в редокс-реакциях, протекающих в организме человека. Закономерности их экстракции изучены недостаточно.

Изучены кислотно – основные свойства витаминов В₂ и В₆, установлены константы диссоциации. Молекулярные формы витаминов В₂ и В₆ существуют в интервале рН 2–9 и 6–8 соответственно и экстрагируются н-бутанолом. Коэффициенты распределения (D) равны 0,45±0,05 и 0,7±0,05 в отсутствие высаливателя. В качестве высаливателей применяли Na₂SO₄, (NH₄)₂SO₄, K₂SO₄, CaCl₂, NaCl, NH₄Cl, KCl.

Установлено, что сульфаты высаливают витамины. Наибольшим высаливающим эффектом характеризуется насыщенный раствор (NH₄)₂SO₄ – 10-кратное увеличение коэффициента D рибофлавина и 5-кратное – пиридоксина.

Добавки хлоридов калия, натрия и аммония высаливают, хлорида кальция – всаливают пиридоксин. Это обусловлено

участием атомов кислорода ОН–групп витамина в сольватации катиона Ca^{2+} .

Изученные хлориды всаливают рибофлавин. Возможно, это объясняется участием нескольких атомов кислорода гидроксильных групп одновременно в сольватации K^+ , NH_4^+ , Na^+ по аналогии с другими веществами (краун-эфиры, полиэфиры).

Полученные результаты применены нами для разработки методик выделения и концентрирования рибофлавина и пиридоксина при определении этих витаминов в различных объектах.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С59.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ
ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ОСНОВАННОЕ
НА ЭКСТРАКЦИИ И АНАЛИЗЕ ВСЕГО
КОНЦЕНТРАТА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ – МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

А.И. Ревельский, А.О. Демин, И.А. Ревельский

Государственный университет им.М.В. Ломоносова,
Москва, Россия, sorbent@yandex.ru

В контроле качества фармацевтических препаратов (в том числе и дженериков) все более актуальной задачей становится определение примесей органических соединений.

Необходимо заметить, что содержание примесей, способных влиять на качество конечной продукции и, как следствие, являться причиной побочных действий фармацевтического препарата, может быть настолько низким, что возможность применения таких часто используемых методов анализа фармпрепаратов, как тонкослойная хроматография и жидкостная хроматография в сочетании с большинством спектральных методов ограничена.

Особенно сложная задача состоит в определении неизвестных примесей. Метод ВЭЖХ-МС (в том числе с МС-МС вариантом) решает многие задачи. Но для определения средне-летучих термостабильных органических примесей (особенно на

следовом уровне) метод газовой хроматографии – масс-спектрометрии имеет свои явные преимущества.

В докладе показана возможность регистрации следов примесей в образцах субстанций фармацевтических препаратов методом хромато-масс-спектрометрии в режиме электронной и химической ионизации в сочетании со способом ввода в хроматограф больших по объему проб (до 500 мкл). До анализа образцов субстанций условия эксперимента отработаны на модельной смеси фармпрепаратов, которые выполняли функцию имитаторов примесей.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С60.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИБИОТИКОВ ТЕТРАЦИКЛИНОВОЙ ГРУППЫ И ЛЕВОМИЦЕТИНА МЕТОДОМ ОФ ВЭЖХ В ОБЪЕКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО И БИОЛОГИЧЕСКОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

А.О. Руденко¹, А.А. Карцова²

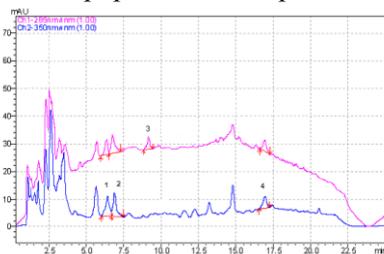
¹Институт токсикологии Федерального медико-биологическое агентства России, Санкт-Петербург, Россия,
andrew_r@inbox.ru

² Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

Разработана методика определения антибиотиков тетрациклиновой группы и левомицетина в комбикормах и мясе методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с УФ-детектированием (285 и 350 нм). Хроматографический анализ проводили на жидкостном хроматографе Shimadzu LC-20 Prominence в режиме градиентного элюирования. В качестве подвижной фазы использовали смесь метанол : раствор перхлората триэтиламмония (рН=2,2).

Подготовка объектов включала жидкостную экстракцию антибиотиков (0,1 М HCl), очистку и концентрирование экстрактов методом твердофазной экстракции на сорбенте на основе сверхсшитого полистирола с привитыми сульфогруппами (MN 502) с применением принципа лигандного обмена (металл-комплексобразователь – Cu(II); элюент – 10 %-ный водный раствор аммиа-

ка). Проводим хроматограмму экстракта мяса после очистки и концентрирования на сорбенте MN 502.



IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С61.

ЭКСТРАКЦИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ В ПРИСУТСТВИИ ПРИРОДНОГО КРАСИТЕЛЯ КАРМИНА

Н.Ю. Санникова, Я.И. Коренман, П.Т. Суханов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, cpu@inbox.ru

Для придания красной окраски мясным и кондитерским изделиям, а также кисломолочным продуктам все большее применение находят пищевые красители (природные и синтетические). Большинство синтетических красителей – сульфазосоединения, потенциально опасные для здоровья человека. Природные красители (красный и желтый кармины) – биологически безвредные вещества, содержащие полифенолы, органические кислоты, витамины.

В докладе обсуждается способ экстракционного концентрирования красных синтетических красителей E122, E124 и E129 в присутствии красного кармина.

Изучена экстракция красителей из водно-солевых растворов (высаливатель – хлорид натрия). Установлены общие закономерности экстракции при различном содержании в системе экстрагента и высаливателя. Интерпретировано влияние природы растворителей на полноту извлечения красителей в оптимизированных условиях.

Установлено, что синтетические красители в присутствии красного кармина практически полностью экстрагируются этилацетатом из насыщенных водно-солевых растворов. Равновесное соотношение объемов водной и органической фаз 10 : 1, продолжи-

тельность экстракции 10 мин. В этих условиях красный кармин практически не экстрагируется, степень извлечения синтетических красителей достигает 94–96 %. Концентраты и равновесные водные растворы анализируют спектрофотометрически.

Разработанный и запатентованный способ позволяет количественно определять в составе пищевого продукта (например, в безалкогольных напитках типа «Coca-Cola») синтетические красители в присутствии природного красителя – красного кармина.

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С62.

ПРИМЕНЕНИЕ ГИДРОФИЛЬНЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИИ СУЛЬФОАЗОКРАСИТЕЛЯ E110

**Н.Ю. Санникова, Я.И. Коренман, П.Т. Суханов, М.О. Зюзина,
И.А. Панфилова, А.В. Забаурин**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, snu@inbox.ru

Производственные воды пищевой промышленности содержат сульфазокрасители, что повышает окисляемость вод и оказывает негативное влияние на биоценоз водоемов. Разработка экстракционных систем для практически полного извлечения красителей из водных сред – актуальная аналитическая задача.

Объект исследования – сульфазокраситель E110 (Солнечный закат), легко растворим в воде, термо-, свето- и кислотоустойчив. Для экстракции красителя применяли гидрофильные растворители разных классов (спирты, эфиры, кетоны).

Установлено, что максимальные коэффициенты распределения достигаются в системах с ацетоном, изопропиловым спиртом и 1,4-диоксаном. Экстракция бинарными смесями этих растворителей сопровождается синергетическим эффектом, рассчитаны коэффициенты синергетности.

Разработан и запатентован способ извлечения сульфазокрасителя E110 из водных растворов, заключающийся в экстракции красителя смесью 1,4-диоксан – изопропиловый спирт в соотно-

шении 60 и 40 мас. %. В водный раствор предварительно вводили высаливатель (сульфат аммония) для образования двухфазной системы. Соотношение объемов органической и водной фаз 1 : 10, продолжительность экстракции 10 мин. В равновесной водной фазе краситель определяли фотометрически по собственному светопоглощению. Степень извлечения красителя E110 достигает 99 %.

Способ рекомендуется для извлечения красителя E110 из соков и безалкогольных напитков.

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С63.

ЭКСТРАКЦИЯ ТАРТРАЗИНА ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕМ ПЭГ-5000

**Н.Ю. Санникова, Я.И. Коренман, П.Т. Суханов
С.Б. Томнатова,**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, snu@inbox.ru

Тартразин – синтетический краситель E102, широко применяемый в пищевой промышленности для придания желтой окраски готовым продуктам. Для извлечения тартразина из водных сред, в том числе из безалкогольных напитков, применяют органические растворители (гидрофобные и гидрофильные), все они оказывают вредное воздействие на организм человека, и поэтому такой способ извлечения тартразина не может найти широкого применения в производственных лабораториях на пищевых предприятиях.

В докладе обсуждается разработанный и запатентованный нами способ экстракции тартразина без применения органических растворителей. В качестве экстрагента для решения задачи впервые применен водорастворимый полимер – полиэтиленгликоль (ПЭГ-5000) фармакопейной чистоты.

В анализируемый напиток вводили легкорастворимый электролит – сульфат аммония. Присутствие высаливателя необходимо для образования двухфазной системы, механизм действия соли хорошо изучен и сводится в основном к снижению

растворимости полимера в водной фазе. Затем добавляли раствор полимера с концентрацией 2 мас. % и экстрагировали тартразин 20 мин. Предварительные исследования показали, что в течение этого времени достигается межфазное равновесие.

После расслаивания системы органический слой удаляли и в водном растворе фотометрически определяли концентрацию тартразина по собственной окраске. Коэффициент распределения (D) вычисляли по отношению равновесных концентраций в органической и водной фазах, $D = 90 \pm 7$ ($n = 3$, $P = 0,95$).

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С64.

**ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ
НА ЭКСТРАКЦИЮ КРАСИТЕЛЕЙ АЗОРУБИНА И ПОНСО 4R**

**Н.Ю. Санникова, П.Т. Суханов, Я.И. Коренман,
И.И. Терехова, Н.Н. Титова, Е.Ю. Санникова**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, сnu@inbox.ru

Синтетические красители азорубин и понсо 4R широко применяются для придания красной окраски продуктам питания. Однако процессы, происходящие при хранении продуктов, содержащих красители, и их влияние на организм человека изучены недостаточно.

Продукты питания – многокомпонентные системы, состоящие из белков, жиров, углеводов, которые образуют с красителями прочные комплексы, что затрудняет анализ. Цель исследования – изучение влияния состава пищевого продукта на экстракционные характеристики красителей.

В качестве белоксодержащего продукта нами изучен кисло-молочный напиток (кефир). Для осаждения белков в напиток добавляли соль (сульфат аммония), красители экстрагировали ацетоном. Из свежеприготовленного кефира ацетоном извлекается 50 % азорубина и 37 % понсо 4R, из кефира с истекшим сроком годности или не подлежащего хранению – 17 и 12 % соответственно.

Изучено влияние сахарозы на экстракцию красителей ацетоном из водных растворов сульфата аммония. При низком содержании сахароза не влияет на экстракцию красителей, при концентрации выше 15 % степень извлечения красителей снижается в 1,5 и более раз.

Установлено, что крахмал на экстракционные характеристики изученных красителей существенного влияния не оказывает. Полученные результаты рекомендуются для применения в лабораториях предприятий при определении синтетических красителей в пищевых продуктах и напитках.

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы (з/к № П2264).

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-С65.

COMPARISON OF DIFFERENT EXTRACTION TECHNIQUES FOR ELECTROCHEMICAL HISTAMINE DETERMINATION

**Jaroslava Švarc-Gajić, Zorica Stojanović,
Zvonimir Suturovića, Snežana Kravić**

Faculty of Technology, Department of Applied and Engineering
Chemistry, University of Novi Sad, Serbia,
jaroslava@tf.uns.ac.rs

In this work different extraction techniques were applied for histamine extraction from canned food samples aiming to the optimisation of the sample preparation.

The extracts were analysed by chronopotentiometry. The efficiency of classical solid/liquid extraction with reflux system, cold ultratirex extraction, ultrasonic extraction and microwave-assisted extraction was compared in order to define the most efficient, convenient, simple and rapid sample preparation procedure. All extractions were performed by methanol and chronopotentiometric quantitation of histamine was performed by analyses of obtained extracts by constant current histamine oxidation on thin film mercury electrode.

Microwave-assisted extraction was chosen as the most convenient extraction technique, in respect to extraction efficiency, simplicity and duration.

Further investigations were conducted to optimise the power of magnetron and extraction time.

Keywords: histamine, microwave-assisted extraction, ultrasonic extraction, cold ultraturex extraction, chronopotentiometry.

References:

- [1] J. Švarc-Gajić, Z. Stojanović, Z. Suturović, N. Marjanović, S. Kravić, *Analytical Letters*. 2008. V. 41. P. 2153–2161.
- [2] I. G. Casella, M. Gatta, *J. Electroanal. Chem.* 2000. V. 494. P. 12-18.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-C66.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ЦЕФАЛОСПОРИНОВЫХ АНТИБИОТИКОВ НА МОДИФИЦИРОВАННЫХ СОРБЕНТАХ

**Л. И. Соколова, Д. Д. Центнер, И. В. Чучалина,
Е. М. Сазикова**

Дальневосточный государственный университет,
Владивосток, Россия, sokolova@chem.dvgu.ru

В качестве высокоэффективных противоинфекционных средств в медицинской практике широко используются цефалоспориновые антибиотики. Определение остаточных количеств многих из них в биологических объектах – актуальная задача, сложность которой, прежде всего, состоит в пробоподготовке. Необходимо использовать методы, позволяющие сконцентрировать вещество в достаточных для анализа количествах.

Целью работы является исследование возможности применения модифицированных кремнеземов для концентрирования цефалоспориновых антибиотиков и последующего определения их методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Исследовали образцы сорбентов, приготовленные из рисовой шелухи по технологии, разработанной в Институте химии Дальневосточного отделения РАН.

Приводим степень извлечения антибиотиков сорбентами с разным содержанием кремния:

сорбенты	цефазолин	цефуроксим	цефтриаксон
№ 1 (SiO ₂ – 96%)	87,00%	90,10%	29,40%
№ 2 (SiO ₂ – 99%)	90,90%	75,40%	63,60%
№ 3 (SiO ₂ + C)	99,00%	48,70%	73,50%
№ 4 (SiO ₂ ·nH ₂ O)	99,00%	84,20%	53,10%

Для концентрирования цефазолина целесообразно применение карбонизированного кремнезема и кремневой кислоты, для цефуроксима – сорбента с содержанием диоксида кремния 96 %. Максимальная степень извлечения цефтриаксона достигается при использовании карбонизированного кремнезема.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С67.

ЭКСТРАКЦИЯ ЭКЗОИНУЛИНАЗЫ ИЗ КУЛЬТУРАЛЬНОЙ ЖИДКОСТИ *PENICILLIUM SP 225*

В.И. Стойко, В.Л. Айзенберг, А.П. Капичон
Институт микробиологии и вирусологии НАНУ,
Киев, Украина, v_stoiko@mail.ru

В настоящее время в Украине не организовано производство ферментных препаратов микробного происхождения. Отечественная промышленность испытывает дефицит в препаратах пищевого и медицинского назначения, в частности инулиназы.

Такие препараты могут найти применение в биотехнологии, например, для получения фруктозных сиропов, сахаристых веществ, в диетическом питании, предназначенном для больных диабетом, для определения содержания фруктозы в пищевых продуктах, а также при производстве молочной кислоты и этилового спирта.

В отделе физиологии и систематики микромицетов Института микробиологии и вирусологии НАНУ селекционирован

высокотехнологичный штамм гриба *Penicillium* sp. 225. Это продуцент экзоинулиназы, охарактеризованный по основным культурально-морфологическим и физиолого-биохимическим свойствам. Установлены оптимальные технологические параметры культивирования продуцента.

Изучены условия выделения ферментного препарата инулиназы и некоторые его физико-химические свойства. При экстракции препарата экзоинулиназы применяли такие органические осадители, как этиловый и изопропиловый спирты, а также ацетон.

В докладе отмечается, что наилучшим осадителем является этиловый спирт, взятый в объемном соотношении культуральная жидкость : осадитель, равном 1 : 3,5. В разработанных нами условиях выход фермента со степенью очистки 1,53 составляет 75,3 %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-C68.

EXAMINATION OF EXTRACTION EFFICIENCY OF HISTAMINE FROM CANNED FISH BY APPLYING CHRONOPOTENTIOMETRY

**Zorica Stojanović, Jaroslava Švarc-Gajić,
Zvonimir Suturović, Snežana Kravić**

Faculty of Technology, Department for Applied and Engineering
Chemistry, University of Novi Sad, Serbia
zokastojanovic@gmail.com

Histamine can cause poisoning as a result of the ingestion of food containing high levels of this compound. Its complete extraction from complex food samples is of great importance in food analysis. In this study, efficiency of different solvents was evaluated for histamine extraction from canned fish. Perchloric acid, trichloroacetic acid, hydrochloric acid, methanol, methanol–water (1:1, v/v), ethanol–water (1:1, v/v), methanol–phosphate buffer (1:1, v/v) and butanol were tested as extraction solvents. The reflux extraction technique was used for 1 h at 80 °C.

Extraction of canned fish with three different solvents (hydrochloric acid, methanol, and methanol–water) provided similar yields of histamine determined by chronopotentiometry on a thin film mercury electrode.

The methanol was adopted as an optimal extraction agent because it provided the simplest sample preparation and enabled complete exhaustion of the sample.

Keywords: histamine, extraction efficiency, canned fish, chronopotentiometry.

References:

[1] M. H. Silla-Santos. *International Journal of Food Microbiology*. 1996. V. 29. P. 213-231.

[2] J. Karovičová, Z. Kohajdová. *Chemical Papers*. 2005. V. 59. P. 70- 79.

[3] J. Švarc-Gajić, Z. Stojanović, Z. Suturović, N. Marjanović, S. Kravić, *Analytical Letters*. 2008. V. 41. V. 2153–2161.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С69.

ПРИМЕНЕНИЕ СЕЛЕКТИВНЫХ МИКРОЭКСТРАКЦИОННЫХ СИСТЕМ С ON-LINE ПЬЕЗОКВАРЦЕВЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ В ПРОМЫШЛЕННОМ МОНИТОРИНГЕ

**Р.У. Умарханов, Т.А. Кучменко, А.Е. Небольсин,
О.Ю. Никифорова**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, rus_270487@mail.ru

Для контроля остаточных концентраций опасных газов в застойных зонах емкостных аппаратов придерживаются технологических регламентов продувки или применяют дорогостоящие хроматографы.

Цель исследования – разработка способа контроля содержания аммиака в тупиковых частях реактора смешения в режиме реального времени с применением масс-чувствительного детектора на основе сенсора с микроконцентрирующим слоем полиэтиленгликоля адипината (ПЭГА).

Для стендовой установки с проточным пьезосорбционным детектором оптимизированы рабочие параметры. Исследована микроэкстракция аммиака в тонкие пленки ПЭГА, модифицированного многослойными углеродными нанотрубоками (МУНТ) в широком диапазоне расходов потока и концентрации сорбата. Более универсальным покрытием сенсора является модифицированная МУНТ пленка ПЭГА, характеризующаяся высокими концентрирующими параметрами; устойчивостью в потоке; обратимостью и быстротой процессов. По результатам микроэкстракции аммиака в тонкие пленки ПЭГА рассчитаны его остаточные концентрации в тупиковых зонах. Результаты сопоставлены с расчетами математической модели распределения вреднодействующих газов в реакторе смешения.

Применение модифицированного пьезосенсора для определения остаточных концентраций газов позволяет получить адекватную математическую модель описания распределения аммиака в прямых штуцерах и уточнить параметры модели для изогнутых.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-C70.

**INVESTIGATION ON THE EFFECTS OF GEOPHYTE PLANT
(*URGINEA MARITIMA* L. (BAKER)) ON THE NON-SPECIFIC
IMMUNITY OF SEA BASS (*DICENTRARCHUS LABRAX* L. 1758)**

**Gülşen Uluköy¹, Ramazan Mammadov¹, Esin Baba²,
Seda Yüksel Akınlar²**

¹Pamukkale University, Faculty of Science and Arts.,
Department of Biology, Kınıklı/Denizli, Turkey
rmammad@yahoo.com

²Mugla University Fisheries Faculty, Department of Aquaculture,
Mugla-Turkey,

This study has been conducted to determine the effects on the some non-specific immune parameters of the sea bass (*Dicentrarchus labrax* L. 1758) which were exposed to *Urginea maritima* L. (Baker) geophyte plant extract. To serve the purpose, two different concentrations (0.5mg/fish and 2mg/fish) and the control, three groups were formed. Each group comprised of fifty

fish and one of the groups was the control group. The extract from *U. maritima* was applied to fish in pre-determined concentrations by using intraperitoneal injection method. On the 1st, 7th, 14th, 21st, 28th and 35st days following the injection, 5 fish randomly chosen from each tank and blood samples were taken by tail cutting. Some blood parameters such as the total number of leukocyte, the level of hematokrit, and neutrophil cells were determined in blood samples taken within the same day. The percentage of leukocyte cell type, condition factor and other changes in the some parameters were monitored and analyzed at the end of the trial. Besides, the changes which took place in the condition factor, total protein amount and other parameters were assessed and analyzed.

At the end of the trial, when the data from sea bass which had been injected two different doses of *U. maritima* extract were evaluated, it was observed that in the experiment groups which were exposed to 2mg/ fish and 0.5mg/fish concentrations were induced some of the non-specific immune parameters in comparison with the control group.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

5-C71.

**ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ ПРОБ
НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЭКСТРАКЦИОННОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ
ЖИРОРАСТВОРИМЫХ ВИТАМИНОВ
ПРИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ
ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ МЕТОДОМ ВЭЖХ**

В.Н. Филимонов, Л.Н. Балятинская, И.В. Волохова

Новомосковский институт – филиал РХТУ им. Д.И.Менделеева,
Новомосковск, Россия, vladfilimonov@rambler.ru

Цель исследования состоит в оптимизации условий экстракционного извлечения жирорастворимых витаминов групп А, Е, D при хроматографическом контроле фармацевтических препаратов в режиме нормально-фазовой ВЭЖХ. В качестве экстрагентов применяли смеси гексана с 1,2-дихлорэтаном, изо-пропиловым спиртом, н.бутиловым спиртом в соотношениях от 100:0 до 0:100 с шагом изменения концентраций 20 об.%.

Извлечение витаминов осуществляли при механических воздействиях и ультразвуковых (УЗ) колебаниях, генерируемых излучателем низкочастотного ультразвукового диспергатора, в течение 3–5 мин на частоте 22 кГц с интенсивностью 1–10 Вт/см². Ультразвуковую обработку проводили с использованием диспергатора УЗДН-1.

Концентрирование полученного экстракта достигалось упариванием до заданного объема при температуре 50–60 °С. Интенсификация стадии упаривания осуществлялась пропуском над поверхностью жидкости потока газообразного азота.

Концентрат (10–100 мкл) хроматографировали в режиме изократической нормально-фазовой ВЭЖХ.

При УЗ обработке субстратов степень извлечения витаминов повышается. Применение УЗ-экстрагирования по сравнению с эмульгированием сокращает расход экстрагентов в 2–5 раз и времени в 3–8 раз, при этом эффективность извлечения жирорастворимых витаминов достигает 99 % .

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С72.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИОННОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЖИРОРАСТВОРИМЫХ ВИТАМИНОВ ПРИ АНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ МИКРОКАПСУЛИРОВАННЫХ КОРМОВЫХ ПРЕПАРАТОВ МЕТОДОМ ВЭЖХ

В.Н.Филимонов, Л.Н.Балютинская, В.С.Переведенцева
Новомосковский институт – филиал РХТУ им. Д.И.Менделеева,
Новомосковск, Россия, vladfilimonov@rambler.ru

При контроле содержания жирорастворимых витаминов (ЖРВ) групп А, Е, Д в микрокапсулированных кормовых препаратах для животноводства предварительную подготовку образцов к хроматографическому анализу перспективно проводить методом жидкостной экстракции.

Эффективность экстракционного извлечения ЖРВ гексаном и его смесями с изопропиловым спиртом снижается в присутствии пищевых добавок и наполнителей (лактоза, декстрин,

казеин, меласса). Предварительная обработка анализируемых смесей диполярными апротонными растворителями устраняет помехи от примесей углеводов. Однако при этом образуется нерасслаиваемая эмульсия, препятствующая переводу аналитов в органическую фазу; степень извлечения ЖРВ не превышает 45 %.

Добавление в экстракционную систему нормальных алифатических спиртов разрушает эмульсию и приводит к возрастанию коэффициентов распределения вследствие образования молекулярных комплексов витаминов с высшими спиртами.

Наиболее устойчивые комплексы образуются в смесях гексан –дециловый спирт. Добавление полярного соразстворителя при экстракции витамина D₂ сопровождается проявлением антагонистического эффекта.

В докладе приводятся оптимальные условия экстракционного извлечения жирорастворимых витаминов при аналитическом контроле микрокапсулированных кормовых препаратов (гранулит-Е, микровит-А, видеин D₃, гранулит-D₂) методом нормально-фазовой ВЭЖХ.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С73.

ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

**А.Р. Холова, М.Ю. Вожаева, Л.И. Кантор,
И.А. Мельницкий, Н.В. Труханова, Е.А. Кантор**
МУП «Уфаводоканал», Уфа, Россия,
uwc@uwc.ufanet.ru

Анализ содержания нефтепродуктов (НП) в воде связан с их предварительным извлечением из воды и концентрированием. Определение летучих фракций НП проводят после автоматического парофазного концентрирования в динамическом или статическом варианте.

При определении ограниченно-летучих фракций обычно для концентрирования применяют твердофазную или жидкость-жидкостную экстракцию. В последнем варианте выбор экстрагента приобретает особое значение, поскольку по мере наход-

дения НП в воде вследствие естественных процессов «выхолащивания» изменяется характерное для данной фракции НП распределение компонентов. При этом в первую очередь теряется основная часть – парафины нормального и изомерного строения. Более стабильны ароматические компоненты, их извлечение связано с применением более селективных экстрагентов.

Для определения застарелых загрязнений воды дизельным топливом (ДТ) нами предлагается использовать в качестве экстрагента хлористый метилен, в системе с которым достигается селективность и воспроизводимость получаемых результатов.

Для идентификации загрязнителей применяли заранее выбранные реперные соединения ароматической природы, входящие в состав ДТ. Показано, что изученные реперы благодаря устойчивости к биодеградации долго сохраняются в воде, соотношения их концентраций остаются постоянными и близкими к соотношению концентраций в исходных загрязнителях. Полученные данные характеризуют степень загрязнения воды ДТ.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С74.

ПРОБЛЕМЫ ЭКСТРАКЦИОННО-ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

В.В. Хрипушин, Н.В. Маслова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, koh@vgta.vrn.ru

Накоплена база данных по цветным реакциям, применяемым в анализе. Цифровые технологии позволяют количественно измерять параметры цвета, что обуславливает актуальность исследования возможностей компьютерной цветометрии в качественном и количественном анализе. Определение микроколичеств окрашенных компонентов связано с их предварительным концентрированием, например, путем экстракции гидрофобными и гидрофильными растворителями, а также водорастворимыми полимерами на основе N-виниламидов. Методика апробирована на примере экстракции вани-

лина и ванилиновой кислоты и позволяет определять их при концентрациях на уровне 10^{-3} – 10^{-6} мкг/см³.

Исследовали морфологические характеристики изображения (формы, размера или числа структурных единиц цифрового изображения) и формализовали его известными математическими методами.

Для измерения цветометрических характеристик экстрактов применяли планшетный сканер HP Scanjet 3570C со слайд-адаптером и дополнительной насадкой для анализа прозрачных окрашенных образцов. Изображение регистрировали с применением графических программ, поддерживающих протокол TWAIN, цветометрический и морфологический анализ цифровых изображений проводили с использованием программного обеспечения, в среде математического пакета Matcad.

Метрологические характеристики методик на основе цифрового видеосигнала изучены недостаточно. Нами установлена воспроизводимость и правильность некоторых методик, полученные данные сопоставлены с результатами известных визуальных (органолептических) и спектрофотометрических методик.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С75.

ОСОБЕННОСТИ ВЫДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ДЕЦИСА ПРИ СУДЕБНО-ХИМИЧЕСКОМ ИССЛЕДОВАНИИ БИОЛОГИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

Е.Н. Чигарева, В.К. Шорманов, О.В. Белоусова

Медицинский университет, Курск, Россия, r-wladimir@yandex.ru

В докладе обсуждаются некоторые особенности экстракции дециса [(S)-альфа-циано-3-феноксibenзил-(1R,цис)-3-(2,2-дибромвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат] из биологического (трупного) материала 11 органическими растворителями в режиме настаивания.

Установлено, что наибольшая степень извлечения дециса из биологических объектов достигается при экстракции 1,4-диоксаном. Целесообразно проводить трехкратное настаивание 1,4-диоксаном при массовом соотношении экстра-

гента и биоматериала 2:1 и продолжительности каждого настаивания не менее 45 мин.

Исследована возможность очистки дециса от гидрофильных эндогенных веществ биоматериала методом жидкость-жидкостной экстракции. Изучены особенности распределения дециса в системе из двух взаимонесмешивающихся фаз, одна из которых смесь воды с 1,4-диоксаном, вторая – гидрофобный органический растворитель. В докладе обсуждается влияние на характер межфазного распределения природы гидрофобного растворителя, рН гидрофильной фазы и присутствия в ней электролитов.

Очистку дециса от гидрофобных эндогенных веществ биоматериала осуществляли в колонке, заполненной силикагелем L 40/100 μ , элюент – смесь гексан–1,4-диоксан–изопропиловый спирт в объемном соотношении 150:5:1.

Определение дециса в экстрактах проводили методом ВЭЖХ: колонка размером 150×3,9 мм с сорбентом «Nova Pack» C-18, подвижная фаза – смесь ацетонитрила с 0,025 М раствором дигидрофосфата калия (4:1).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С76.

**МИКРОЭКСТРАКЦИЯ ГАЗОВ–ТЕСТЕРОВ ПОРЧИ
ЗЕРНА ПШЕНИЦЫ**

Е.С. Шенцова, А.С. Лесных

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
lesnykh87@list.ru

Аромат зерна изучен на анализаторе запахов «МАГ-8» с применением методологии «электронный нос».

В качестве измерительного массива применяли семь сенсоров на основе пьезокварцевых резонаторов ОАВ-типа с базовой частотой колебаний 10,0 МГц и разнохарактерными пленочными сорбентами на электродах. Покрывтия выбраны в соответствии с задачей исследования: два – сильнополярных гидрофильных; два – среднеполярных; два – универсальных (для лег-

ких неорганических газов и органических легколетучих соединений); один – полярный.

Пробы термостатировали при $20 \pm 1^\circ\text{C}$, помещали в герметичный стеклянный сосуд с полимерной мягкой мембраной, выдерживали при постоянной температуре не менее 30 мин. Отбирали индивидуальным для каждой пробы шприцем 5 см^3 равновесной газовой фазы и вводили в ячейку детектирования.

Время измерения 40 с, режим фиксирования откликов сенсоров – градиентный $1/3 \dots 6/5$ с, не менее семи откликов с каждого сенсора в матрице.

Полученные кинетические «визуальные отпечатки» равновесных газовых фаз позволили идентифицировать компоненты смеси легколетучих соединений, содержащихся в зерне с различной степенью порчи. Площадь кинетических «визуальных отпечатков» изменялась с увеличением концентрации выделяющихся соединений. Результаты проведенных исследований позволили определить интенсивность процессов порчи зерна, протекающих при его хранении.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

5-С77.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ФТОРОРГАНИЧЕСКИХ
РАСТВОРИТЕЛЕЙ ИЗ МИНЕРАЛЬНЫХ КИСЛОТ
И ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТОДОМ
ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОСКОПИИ**

В.В. Якшин, М.В. Михеев

ОАО «Ведущий научно-исследовательский институт
химической технологии», Москва, Россия, vyakshin@bk.ru

При переработке облученного ядерного топлива исследуются процессы экстракционного извлечения радионуклидов цезия и стронция растворами краун-эфиров во фторорганических растворителях. При этом важнейшим показателем эффективности процесса являются потери растворителя в мине-

ральных кислотах как на стадии экстракции, так и реэкстракции радионуклидов.

Нами предложен способ определения содержания фторорганических растворителей в минеральных кислотах (HNO_3 , HCl) путем экстракции хлороформом и последующего определения методом хромато-масс-спектрологии.

Исследованы потери 1,1,5-тригидрооктафторпентанола (CTn_2), 1,1,7-тригидрододекафторгептанола (CTn_3), метанитро-трифторметилбензола (МНТФБ) и их смесей в 0,1–7 моль/дм³ HNO_3 и 0,1–7 моль/дм³ HCl . Установлено, что потери в растворах HNO_3 больше, чем в HCl и возрастают с увеличением концентрации кислот. Смеси CTn_3 и МНТФБ имеют более низкие растворимости по каждому из компонентов. Содержание балластных примесей в водных растворах существенно влияет на растворимость фторорганических соединений. Растворимость CTn_3 в 3 моль/дм³ HNO_3 понижается с 1,38 до 0,64 г/дм³ при добавлении 1 моль/дм³ NaNO_3 и до 0,50 г/дм³ при введении 2 моль/дм³ NaNO_3 . При экстракции смесью 80 % МНТФБ, 20 % CTn_3 и 0,1 моль/дм³ дициклогексил-18-краун-6 потери CTn_3 не превышают 0,079 г/дм³ при потерях МНТФБ 0,70 г/дм³.

СЕКЦИЯ 6

**ЭКСТРАКЦИЯ
В ЭКОАНАЛИТИКЕ**

6-У1.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ХЛОРАНИЛИНОВ
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ В ВОДЕ МЕТОДОМ
ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

М.В. Алферова, И.В. Груздев, Б.М. Кондратенко

Институт биологии Коми научного центра Уральского
отделения РАН, Сыктывкар, Россия, gruzdev@ib.komisc.ru

Анилин и его хлорпроизводные широко применяются в качестве основных или промежуточных веществ в синтезе пигментов, фармацевтических препаратов и красителей, что делает сточные воды этих производств одним из основных источников поступления анилинов в окружающую среду. В естественных условиях хлоранилины могут образовываться при гидролитической или биохимической деструкции широко применяемых пестицидов и антисептиков.

Для повышения эффективности концентрирования хлоранилинов при газохроматографическом определении нами предлагается применение предварительной дериватизации этих соединений молекулярным бромом по реакции электрофильного замещения.

Введение атомов брома в молекулы хлоранилинов приводит к значительному увеличению коэффициентов распределения (D), которые в системе толуол–вода характеризуются значениями в диапазоне от 3000 до 6000. Высокие значения D бромпроизводных позволяют применить в аналитическом цикле определения хлоранилинов вариант микрожидкостной экстракции ($\tau = 500\text{--}1000$).

Применение микроэкстракции позволяет не только достичь высоких коэффициентов концентрирования, но и повысить селективность определения анализируемых соединений. Пределы обнаружения хлоранилинов в воде составляют 0.005 мкг/дм^3 , что в 100–1000 раз ниже значений ПДК, установленных для этих соединений.

**РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ
В СИСТЕМАХ С БИНАРНЫМИ ЭКСТРАГЕНТАМИ**

Ю.А. Заходяева, А.А. Вошкин, В.В. Белова, А.И. Холькин

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН,
Москва, Россия, kholkin@igic.ras.run

Органические кислоты широко используются в пищевой и фармацевтической промышленности. Многие продукты питания и напитки являются продуктами ферментативного брожения и содержат органические кислоты, выделение, разделение и определение которых является важной аналитической задачей.

Изучено распределение монокарбоновых кислот в системах с бинарными экстрагентами на основе триоктиламина (ТОА) или триоктимиламмония (ЧАО) и органических кислот с широким диапазоном констант диссоциации (pK_a от 1.5 до 10). Полученные ряды экстрагируемости кислот в системах с бинарными экстрагентами на основе ЧАО и ТОА показали, что наиболее полно экстрагируются масляная и капроновая кислоты, менее всего практически во всех изученных системах извлекается молочная кислота.

Получены ряды экстракционной способности бинарных экстрагентов на основе ЧАО и ТОА. При экстракции монокарбоновых кислот солями ЧАО экстракционный ряд коррелирует с константами кислотной диссоциации исходных органических кислот: *n*-третбутилфенолят \gg каприлат $>$ диалкилфосфинат $>$ диалкилмонотиофосфинат $>$ диалкилфосфат $>$ динонилнафталинсульфонат $>$ диалкилдитиофосфинат триоктилметиламмония. Установлено, что экстракционная способность бинарных экстрагентов на основе ЧАО значительно выше, чем для солей ТОА.

Таким образом, проведенные исследования показали возможность эффективного извлечения монокарбоновых кислот в системах с бинарными экстрагентами на основе ТОА и ЧАО.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 10-03-00188).

**ПРИМЕНЕНИЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКИХ
И ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ В ПОЧВАХ**

Д.Г. Левшин, М.А. Запевалов

НПО «Тайфун», Обнинск, Россия, zapevalow@mail.ru

При проведении геоэкологических изысканий на площадках часто требуется определение суммарного содержания фенолов в почвах, грунтах и донных отложениях. Для решения этой задачи нами разработана экстракционно-фотометрическая методика определения фенолов без отгонки, что существенно сокращает продолжительность анализа.

В докладе излагается методика определения фенолов, которая заключается в том, что фенолы экстрагируют из почв бутилацетатом в кислой среде, после разделения фаз проводят реэкстракцию фенолов 1М NaOH, затем повторно экстрагируют фенолы бутилацетатом в виде комплекса с 4-аминоантипирином и по интенсивности окраски экстракта определяют концентрацию суммы фенолов.

Для определения индивидуальных фенолов применяют хроматографические методы. Капиллярная газовая хроматография с ЭЗД отличается высокой чувствительностью к галогензамещенным органическим соединениям. Поэтому одним из приемов в анализе фенола и его замещенных является двойная дериватизация, предусматривающая бромирование ароматического ядра [1] и последующее ацилирование гидроксильной группы.

Нами исследованы различные методы извлечения фенолов из почв с целью разработки надежной и воспроизводимой методики их определения в почвах. Оценены метрологические характеристики методики.

[1] Я.И. Коренман, И.В.Груздев, Б.М. Кондратенок. Журнал аналитической химии. 2001. Т.56. № 6. С.574-578.

6-У4.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ
И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОГРАНИЧЕННО-ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ СИСТЕМАХ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ
И ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ**

М.В. Милюкин

Институт коллоидной химии и химии воды им. А.В. Думанского
НАНУ, Киев, Украина, m_milyukin@mail.ru

Хлорорганические пестициды (ХОП), полихлорированные бифенилы (ПХБ), полиароматические углеводороды (ПАУ) способны аккумулироваться в липидной ткани живых организмов и вызывать различные заболевания. Поэтому проблемы аналитической химии водных систем (вода, донные отложения, биота) – выделение, концентрирование, идентификация и определение этих токсичных соединений на уровне наноконцентраций остаются актуальными. Для их решения необходим системный подход как на общеметодологическом уровне, так и в части совершенствования всех стадий и процедур пробоподготовки.

Разработана методология исследования ХОП, ПХБ, ПАУ в природных и питьевых водах, донных отложениях и биоте с использованием адекватных экстракционных способов пробоподготовки и современных хроматографических и хромато-масс-спектрометрических методов анализа – газовой хроматографии с электронно-захватным и масс-селективным детектированием (ГХ/ЭЗД, ГХ/МС), ВЭЖХ, позволяющая получить достоверные и воспроизводимые результаты.

Определены уровни содержания ХОП, ПХБ и ПАУ в природной и питьевой водах, донных отложениях и биоте бассейна Днепра и Черного моря. Для оценки надежности и правильности разработанных схем анализа, методик пробоподготовки и определения ХОП и ПХБ в донных отложениях и биоте методом ГХ/МС и ГХ/ЭЗД и ПАУ методом ВЭЖХ использовали NIST Standard Reference Materials 1944 и 2977 и BS-1/OC (IAEA, Монако, Украина).

6-У5.

**ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ
СМЕШАННЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ:
ПРИМЕНЕНИЕ В ЭКОАНАЛИТИКЕ**

Е.А. Подолина¹, О.Б. Рудаков²

¹Филиал Московского института стали и сплавов,
Электросталь, Россия, podolina@elpol.ru

²Государственный архитектурно-строительный университет,
Воронеж, Россия

Инструментальные методы предъявляют специфические требования к растворителям, используемым для выделения, концентрирования и определения фенолов.

Рассмотрены экстракционные и аналитические свойства индивидуальных и смешанных гидрофобных, гидрофобно-гидрофильных и гидрофильных растворителей на примере спиртов, эфиров, кетонов, лактонов, лактамов и ацетонитрила. Получено, что на экстракционную способность влияют физико-химические параметры растворителей и условия проведения эксперимента.

Установлено, что на коэффициенты распределения (D) фенолов влияют поверхностное и межфазное натяжение, проницаемость и суммарная полярность растворителей, а жидкостно-жидкостную экстракцию следует проводить в присутствии высаливателей (сульфата аммония или лития) или при пониженных температурах (-10°C).

Установлены эффективные экстракционные системы, которые рекомендованы для экстракционно-инструментального определения фенолов в различных объектах. Так, гидрофобные экстракционные системы рекомендованы для экстракционно-спектрофотометрического определения «фенольного индекса», а гидрофобно-гидрофильные и гидрофильные экстракционные системы – для экстракционно-спектрофотометрического, экстракционно-электрохимического и экстракционно-хроматографического раздельного определения различных фенолов.

6-У6.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДОЭКСТРАГИРУЕМОГО ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ПОЧВЫ В ВОДНЫХ ЭКСТРАКТАХ МЕТОДОМ ОКСИТЕРМОГРАФИИ

Т. В. Титова, С. В. Моржухина, Б. К. Зуев

Международный университет природы, общества и человека
«Дубна», Дубна, Россия, tam-tit@yandex.ru

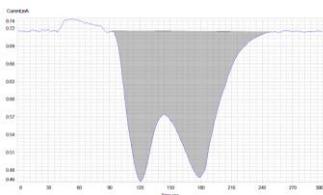
Водоэкстрагируемое органическое вещество почвы представляет собой наиболее подвижную часть почвы и имеет большое значение в формировании химического состава почвенного профиля.

Цель исследования состоит в количественном определении водоэкстрагируемого вещества, необходимого для оценки динамики накопления и вымывания его из почвы.

Для решения задачи нами применен метод окситермографии, основанный на высокотемпературном программируемом окислении органического вещества в потоке бинарной смеси газов кислород – инертный газ (аргон) и количественном определении молекулярного кислорода, затраченного на это окисление. Аналитическим сигналом является ток, проходящий через регистрирующую ячейку, пропорциональный количеству кислорода в бинарной смеси. Площадь пика над кривой соответствует суммарному количеству кислорода, пошедшему на окисление и выраженному в единицах термического потребления кислорода ($\text{мг O}_2/\text{дм}^3$), эта величина аналогична ХПК.

Окситермограмма водного экстракта дерново-подзолистой почвы представлена на рисунке. Кривая характеризуется двумя четкими пиками, которые условно можно отнести к веществам и структурам с различной степенью окисления.

Таким образом, метод окситермографии позволяет количественно определить содержание водоэкстрагируемого органического вещества в водном экстракте, а также оценить его окисляемость.



6-У7.

**ЭКСТРАКЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
МИКРОКОМПОНЕНТОВ В ЧЕРНОЗЕМЕ ВЫЩЕЛОЧЕННОМ**

**С.Е. Цыплаков, В.В. Котов, С. А. Соколова,
К.Е. Стекольников**

Государственный аграрный университет им. К. Д. Глинки,
Воронеж, Россия, tsyplakov@mail.ru

Объект исследования – чернозем выщелоченный малогумусный среднемощный тяжелосуглинистый, на покровных суглинках. Изучены почвы, не содержащие минеральных и органических удобрений (абсолютный контроль), с двойной дозой внесения азота, фосфора и калия и обработанные дефекатом (отход производства свекловичного сахара, содержащий карбонат кальция). Предложена новая методика последовательной экстракции микроколичеств тяжелых металлов из чернозема выщелоченного на основе химического фракционирования по усовершенствованной схеме Тессиера. Методика характеризуется экспрессностью, образованием вытяжек различных форм аналитов в виде растворов, пригодных для спектрофотометрического анализа.

Предварительные исследования физико-химических свойств чернозема выщелоченного позволили сделать вывод о пригодности такого типа почвы для экстракции различных форм тяжелых металлов из фазы-носителя по предложенной методике. Содержание железа в фильтрах определяли фотометрически по реакции с сульфосалициловой кислотой. Относительное стандартное отклонение не превышает 5 %. Содержание аналитов в вытяжках определяли на атомно-абсорбционном спектрометре «Спектр-5», погрешность 2–20 %. Данные СФ анализа по определению различных форм железа хорошо согласуются с результатами ААС.

Изучено влияние органо-минеральной системы удобрений на содержание различных форм тяжелых металлов в черноземе выщелоченном.

6-У8.

**ИЗУЧЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ОЛОВООРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ КАТОДНОЙ
ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ**

В.В. Ягов, П.А. Горкин, В.В. Коваленко

Институт геохимии и аналитической химии

им. В.И. Вернадского РАН, Москва, Россия, vladvy@rambler.ru

Оловоорганические соединения (ООС) отличаются высокой биологической активностью и опасны для человека. Широкое применение ООС в качестве стабилизаторов и катализаторов при производстве полимеров приводит к постоянному контакту людей с этими токсикантами. Кроме того, многолетнее применение трибутилолова в противоположающихся покрытиях является серьезной проблемой морской экологии. Изучение экстракции ООС важно для разработки новых методик определения ООС и выяснения механизмов токсического действия этих соединений.

Экстракцию ООС из водных растворов органическими соединениями изучали методом катодной электрохемилюминесценции на Al-электроде. Метод позволяет экспрессно определять соли диалкил- и триалкилолова с заместителями CH_3 – C_4H_9 в водной фазе при $C = 1 - 1000$ мкг/дм³.

Коэффициенты распределения (D) производных пропил- и бутилолова при экстракции высшими карбоновыми кислотами достигают 10^6 , такие соединения эффективны для концентрирования ООС. Замена кислот соответствующими сложными эфирами снижает D на 2–3 порядка. Экстракция предельными углеводородами еще менее эффективна.

Минеральные кислоты удерживают ООС в водной фазе тем сильнее, чем меньше комплексообразующая способность аниона к ООС. Нейтральные соли способствуют переходу гидрофобных ООС в органическую фазу.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 08-03-00987-а).

6-С1.

**ОЧИСТКА ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ ОТ РАСТВОРЕННОГО
ТРИБУТИЛФОСФАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ
ЭКСТРАКЦИИ И СОРБЦИИ**

Н.Л. Багнавец

Сельскохозяйственная академия им. К.А. Тимирязева,
Москва, Россия, bagnavec@rambler.ru

Проблема очистки фосфорной кислоты, получаемой вскрытием фосфатного сырья минеральными кислотами, от примесей успешно решается методом экстракционной очистки. В качестве экстрагента для этого часто применяют трибутилфосфат (ТБФ). Реэкстракт отличается высокой степенью очистки по основным примесям: Fe^{3+} , Al^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , SO_4^{2-} , SiF_6^{2-} , F^- . Однако в очищенной экстракционным способом фосфорной кислоте (ФК) содержится некоторое количество растворенного экстрагента, что ограничивает ее применение для получения кормовых и пищевых фосфатов.

Изучена очистка ФК от ТБФ на кремнийсодержащих сорбентах – силикагеле и диметилдихлорсилане. Готовили модельные растворы ФК с концентрацией 5 – 6 моль/дм³, что соответствует концентрации ФК в реэкстракте, содержащем 0,1 – 0,6 г/дм³ ТБФ, и растворимости ТБФ в растворах ФК. Исходный раствор смешивали с определенным объемом сорбента, перемешивали и через 1 ч (время достижения равновесия) определяли хроматографически содержание ТБФ в водном растворе.

Для построения изотерм сорбции по уравнению материального баланса рассчитывали концентрацию ТБФ в сорбенте. Строили изотермы сорбции и выбирали сорбент с большим коэффициентом распределения. Более гидрофобному диметилдихлорсилану, обладающему большим сродством к фосфорорганическому растворителю, соответствует более крутая изотерма сорбции.

Применение изученных сорбентов для очистки фосфорной кислоты снижает концентрацию растворенного трибутилфосфата более, чем в 2 раза.

6-С2.

**КОМБИНИРОВАННОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИОННОГО
ВЫМОРАЖИВАНИЯ И ПАРОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ В АНАЛИЗЕ**

**В.Н. Бехтерев, Е.А. Кабина, Т.М. Чехова,
В.Д. Остапишин**

Научно-исследовательский Центр курортологии и реабилитации,
Сочи, Россия, vic-bekhterev@yandex.ru

Расширение арсенала методов выделения органических, особенно гидрофильных, веществ из водных сред продолжает оставаться актуальным. Важнейшие критерии – высокая эффективность извлечения аналита, снижение термического и химического воздействия на пробу, оптимизация, улучшение экономических показателей и сокращение многостадийности.

Новый подход, основанный на экстракции органических веществ в условиях намеренного формирования границы раздела фаз в исследуемом образце, весьма продуктивен для решения конкретных аналитических задач, например в контроле качества пищевых продуктов, фармакологических исследованиях, экологическом мониторинге.

На экстракционном вымораживании (ЭВ) [1] основана экспресс–методика определения кофеина в крови (предел обнаружения 0,5 мкг/см³) и определения бензодиазепинов в моче (предел обнаружения оксазепам 0,1 мкг/см³, феназепам 0,3 мкг/см³), консервантов в жировых эмульсиях (предел обнаружения сорбиновой и бензойной кислот 20 мкг/см³). Метод парофазной экстракции (ПФЭ) [2] позволяет обнаруживать природные биологически активные органические вещества в сульфидных минеральных водах (Мацеста) и в сочетании с ЭВ оптимизировать определение летучих жирных кислот в воде.

Теоретические основы ЭВ и ПФЭ позволяют прогнозировать эффективность экстракционных систем, перспективы их дальнейшего аналитического и технологического применения.

[1] Бехтерев В.Н. Патент РФ № 2303476 (2007).

[2] Бехтерев В.Н., Кабина Е.А. Патент РФ № 2296716 (2007).

**ИЗВЛЕЧЕНИЕ РАКЕТНОГО ТОПЛИВА
НА ОСНОВЕ УГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ ТОРФА**

**К.Г. Боголицын¹, С.С. Хвиузов¹, Д.С. Косяков²,
А.Ю. Кожевников², А.Д. Ивахнов²**

¹Институт экологических проблем Севера Уральского
отделения РАН, Архангельск, Россия, dirnauka@ierp.ru

²Государственный технический университет,
Архангельск, Россия

Актуальная аналитическая задача – разработка методики определения содержания ракетного топлива на основе углеводородов в почвах, включающей эффективное выделение анализируемых компонентов. Сверхкритический диоксид углерода как неполярный экстрагент обладает высокой растворяющей способностью по отношению к углеводородам. Применение диоксида углерода соответствует принципам «зеленой» химии.

Объект исследования – торф, относящийся к болотистым верховым почвам, которые формируются при избыточном увлажнении и характерны для мест падения отработанных частей ракет-носителей на европейском Севере России.

Экстракцию углеводородного ракетного топлива проводили при давлении 100–300 атм и температуре 60–120°C на приборе СКФЭ-400 (Институт аналитического приборостроения РАН, Россия). Для удаления полярных соединений из экстракта использовали метод колоночной хроматографии. Определение углеводородов проводили методом инфракрасной спектроскопии на ИК-Фурье спектрофотометре IR Prestige-21 (Shimadzu, Япония).

Установлены оптимальные условия проведения сверхкритической флюидной экстракции углеводородов ракетного топлива из торфа диоксидом углерода, коэффициент извлечения 92 %. Проанализировано влияние температуры и давления на полноту извлечения углеводородов.

**ЦИКЛИЧЕСКОЕ ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ С АВТОНОМНЫМ
ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ
ПРОБООТБОРОМ**

**А.В. Булатов, Е.А. Михайлова, А.Ю. Шишов,
А.Л. Москвин, Л.Н. Москвин**

Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
mihailova_katya@inbox.ru

Одна из важных задач экологического мониторинга природных вод и химического контроля качества сбросных вод – определение в них нефтепродуктов (НП). Актуальность усовершенствования методик определения НП в водных средах вызвана их широким распространением в хозяйственной деятельности человека и вредным воздействием на окружающую среду.

Известные подходы к автоматизации методик химического анализа, основанные на принципах проточно-инжекционного и последовательного инъекционного анализа, неприемлемы для сложных многостадийных определений НП в воде. Циклический инъекционный анализ позволяет подойти к решению общей проблемы автоматизации таких методик.

Разработана автоматизированная методика определения НП в водных средах в варианте циклического инъекционного анализа.

Циклическая инъекционная методика определения НП в водных средах с ИК-детектированием включает предварительное выделение их из пробы воды непосредственно в процессе пробоотбора путем фильтрации через экстракционно-хроматографическую колонку с CCl_4 в качестве неподвижной фазы. Носитель неподвижной фазы – пористый политетрафторэтилен. Нижняя граница определяемых концентраций – 20 мкг/дм³ при объеме пробы 2 дм³, время анализа 10 мин.

Авторы выражают благодарность за финансовую поддержку РФФИ (Грант 10-03-00007-а).

6-С5.

**ЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ ИЗ ПРОДУКТОВ
ПИТАНИЯ ПРИ ИХ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ**

Н.В. Буневич¹, С.М.Лещев², О.В. Шуляковская¹

¹Республиканский научно-практический центр гигиены,
Минск, Беларусь, rspsh@rspsh.by

²Государственный университет, Минск, Беларусь,
analysx@it.org.by

Экстракционные методы широко применяются для концентрирования и разделения компонентов с целью определения микроколичеств органических загрязнителей окружающей среды.

Известная методика определения полихлорированных бифенилов (ПХБ) и хлорорганических пестицидов (ХОП) в продуктах питания основана на их извлечении неполярными и малополярными растворителями (смесь гексан – ацетон или дихлорметан), обработке H_2SO_4 и определении методом ГЖХ.

С целью замены стадии сернокислотного разрушения жировой основы продуктов питания нами предложено извлекать ПХБ и ХОП полярными растворителями, хорошо зарекомендовавшими себя при выделении из углеводородных растворов высокогидрофобных органических веществ.

В экстракционных системах октан – полярные растворители (ацетонитрил, диметилформаид, диметилсульфоксид) изучено распределение гексахлорбензола, изомеров гексахлорциклогексана (ГХЦГ), ДДТ и некоторых продуктов его метаболизма, а также ПХБ, содержащих от 3 до 7 атомов хлора.

Рассчитаны константы распределения (D): для ДДТ и его метаболитов $D = 0,01 - 0,80$; для изомеров ГХЦГ $0,01 - 0,50$; для гексахлорбензола $0,5 - 0,9$; для ПХБ $0,5 - 1,5$.

Методика 'экстракционной пробоподготовки основана на переводе ПХБ и ХОП в углеводородный раствор и последующем их извлечении полярным растворителем с одновременным отделением от матрицы (жиры, углеводороды).

6-С6.

**КОМПОЗИЦИОННЫЕ ФЛОКУЛЯНТЫ – КОАГУЛЯНТЫ
КАК ЭКСТРАКЦИОННЫЕ РЕАГЕНТЫ ДЛЯ ВОДООЧИСТКИ**

**М.А.Волкова¹, А.Н.Недугов², А.В. Кайсин²,
Н.П.Кудрявцев², А.Ю.Лялина¹**

¹Государственный университет, Пермь, Россия,
margo@psu.ru

² ЕНИ ПГУ, Пермь, Россия

В водоочистке широко используются коагулянты (соли алюминия и железа) и флокулянты (органические и неорганические полимеры). Распространенный коагулянт – сульфат алюминия, флокулянт – активная (активированная) кремниевая кислота. Разработан способ обработки нефелина серной кислотой [1]. Нами получен композиционный алюмокремниевый флокулянт-коагулянт (АКФК), содержащий алюминий (в пересчете на Al_2O_3) не менее 6 %, кремния (в пересчете на SiO_2) не менее 6,5 %.

Выделенный по новой технологии АКФК представляет собой белое вещество в гранулах, что расширяет возможности его применения. Изучена эффективность композиционного АКФК при очистке сточных вод, содержащих органические и неорганические загрязняющие вещества. Для этого к образцам воды добавляли АКФК различной концентрации, барботировали воздухом и контролировали показатели качества воды. При дозе коагулянта 50–80 мг/дм³ в пересчете на Al_2O_3 степень экстракционного извлечения загрязняющих веществ составляет 70–95 %.

Контролировали остаточное содержание алюминия в воде после ее очистки. Все показатели не превышали ПДК. Таким образом, композиционный АКФК может быть применен в качестве экстрагента загрязняющих веществ при водоочистке.

[1.] Пат. № 2225838 РФ, МПК⁷ C01F/56.Способ получения алюмосиликатного коагулянта / Н.Е. Кручинина, В.Н. Турниер, Б.С. Лисюк, В. Ким. - Оpubл. 20.03.04. Бюл. № 8.

**ЭКСТРАКЦИЯ ТРИАЗИНОВЫХ ГЕРБИЦИДОВ
ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**

А.Ю. Гусарова, Н.Н. Лукьянова, В.А. Сурнин

НПО «Тайфун», Обнинск, Россия,

gusarova@typhoon.obninsk.ru

Содержание симм-триазиновых гербицидов в объектах окружающей среды строго контролируется. Известны методики определения отдельных триазиновых гербицидов в воде, универсальная методика анализа смеси гербицидов отсутствует. Нами изучена экстракция 7 триазинов (атразина, десметрина, дипропетрина, метрибузина, прометрина, пропазина, симазина) из водных растворов органическими растворителями с целью выбора оптимального экстрагента. Триазины извлекали из воды с аттестованной добавкой определяемых веществ методом жидкостной экстракции, экстракты анализировали на газожидкостном хроматографе, снабженным ТИД.

Для экстракции смеси триазиновых гербицидов из водных растворов применяли растворители различной полярности (гексан, бензол, хлороформ, хлористый метилен). Исследовали влияние на степень извлечения гербицидов количества экстрагента, рН, наличия высаливателя, модификатора (этиловый спирт) и добавок.

Степень извлечения колебалась в пределах 2–86 % (экстрагент гексан), 14–17 % (хлористый метилен), 47–67 % (хлороформ), 48–94 % (бензол). Наибольшая степень извлечения достигается при рН 8 – 11. Добавление высаливателя повышает эффективность экстракции. При введении в воду спирта степень извлечения бензолом увеличивается и достигает 90 %, хлороформом – уменьшается с 60 до 10 %.

Оптимальные условия экстракции смеси триазиновых гербицидов из воды: экстрагент бензол (15 см³), объем воды 1 дм³, объем добавляемого спирта 1 см³.

Методика апробирована в производственных условиях.

6-С8.

**ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ
БАЗАЛЬТОВОГО ВОЛОКНА И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ**

М.В. Дидик¹, Н.Н. Гарифуллина²

¹Удмуртский государственный университет, Ижевск, Россия,
kmv@uni.udm.ru

²ОАО «ИЭМЗ «Купол»», Ижевск, Россия

Изучено распределение тяжелых металлов между твердой фазой (базальтовое волокно БВ; активированный уголь БАУ-А) и водным раствором.

Исследована кинетика твердофазной экстракции. Межфазное распределение соединений Ni^{2+} и Cu^{2+} неравномерно во времени: в течение 90 мин до установления равновесия происходит чередование процессов экстракция–реэкстракция, что связано со структурой поверхности экстрагентов (неравномерное распределение активных центров). Максимальная экстракция происходит в течение первых 10 мин контакта фаз, при этом скорость экстракции на БВ на порядок выше, чем на БАУ-А. Процесс лимитируется диффузией аналитов к поверхности твердого экстрагента, что подтверждает зависимость скорости процесса от гидродинамических факторов.

Изотерма экстракции на БАУ-А имеет классический вид, на БВ – S-образный вид. В области низких концентраций аналитов заполняются поры твердого экстрагента, изотермы практически совпадают. С повышением концентраций аналитов на БВ сорбируется в основном Ni^{2+} , наибольшая скорость экстракции Cu^{2+} достигается в системе с БАУ-А. Рассчитана сорбционная емкость изученных твердых экстрагентов.

С повышением температуры скорость установления межфазного равновесия снижается, что свидетельствует об экзотермическом характере изучаемого процесса.

Выполненное исследование подтверждает перспективность базальтового волокна, как твердофазного экстрагента для извлечения аналитов из водных растворов.

6-С9.

**ПАРОФАЗНЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
ЛЕТУЧИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ПОЧВЕ**

М.А. Запевалов, А.Г. Лапин, Н.Ф. Лапина

НПО «Тайфун», Обнинск, Россия, zapevalow@mail.ru

Летучие ароматические углеводороды (АрУ) – бензол, толуол, этилбензол, кумол, хлорбензол, *пара*-ксилол, *орто*-ксилол, мезитилен, стирол, псевдокумол – относятся к классу токсичных соединений. Многие из них обладают мутагенными и канцерогенными свойствами и нормируются в окружающей среде, в том числе в почве: ПДК в почве составляют 0,3 мг/кг для бензола, толуола, кумола и *n*-ксилола, 0,1 мг/кг для стирола. К наиболее опасным источником загрязнения почв АрУ относятся разливы в местах добычи и транспортировки нефти, а также места расположения складов горюче-смазочных материалов и автозаправочные станции.

Определение АрУ в почвах проводили парофазным методом на газовом хроматографе «Кристалл 2000М», снабженным дозатором равновесного пара ДРП-1, с применением внутреннего стандарта. Для повышения достоверности идентификации и количественного определения массовой доли АрУ использовали два детектора – ПИД и ФИД. Диапазон измеряемых содержаний от 0,005 до 0,8 мг/кг почвы.

Проведена оценка метрологических характеристик методики на серии образцов для контроля, приготовленных на основе трех видов стандартных образцов почв: чернозема типичного (СЧТ-1); серозема карбонатного (ССК-1) и дерново-подзолистой супесчаной почвы (СДПС-1).

Установлено, что суммарная погрешность результатов анализа (показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет 50 % в диапазоне измеряемых концентраций от 0,005 до 0,05 мг/кг и 30 % – в интервале измеряемых концентраций от 0,05 до 0,8 мг/кг для всех исследованных ароматических углеводородов.

**ЭКСТРАКЦИЯ ГАЛОГЕНУГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ МОРСКИХ
ГИДРОБИОНТОВ**

**Д.И. Иевлев, Л.И. Соколова, О.И. Маринина,
Е.С. Ча, Н.Н. Трофименко**

Дальневосточный государственный университет,
Владивосток, Россия, ievlevdmitriy@mail.ru

Галогенсодержащие углеводороды аккумулируются, трансформируются, разрушаются и перераспределяются в морской среде, в объектах окружающей среды и передаются через пищевые цепи. Находясь в кормовых объектах, галогенсодержащие углеводороды постоянно поступают в организм рыб, они обладают свойством растворяться и накапливаться в жирах, поэтому не выводятся из организма.

Исследования содержания углеводородов, в том числе галогенированных, в прибрежных водах Приморского края ранее не проводились.

Изучена возможность применения периодической экстракции различными органическими растворителями для наиболее полного извлечения галогенированных углеводородов из морских гидробионтов : корюшка малоротая (*Hypomesus pretiosus*), красноперка (*Scardinius erythrophthalmus*), двустворчатый моллюск (*Ruditapes mollusca*), асцидия (*Ascidia chordata*), пиленгас (*Mugil soiyu*, навага (*Eleginus gracilis*).

В исследованных образцах методом ГХ-МС идентифицировано от 2 до 10 галогенированных углеводородов, содержание некоторых значительно превышает ПДК для рыбохозяйственных водоемов.

Установлено, что использование дихлорметана в качестве экстрагента позволяет наиболее полно провести экстракцию галогенированных углеводородов из исследуемых объектов. Степень извлечения углеводородов из образцов гидробионтов дихлорметаном составляет $72,52 \pm 1,56$ %.

**ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ
ХЛОРФЕНОЛОВ В ВОДЕ**

**Е.Н. Киреева, А.И. Васильева, Н.В. Труханова,
И.А. Мельницкий, Л.И. Кантор**
МУП «Уфаводоканал», Уфа, Россия,
Kireeva11@mail.ru

Необходимость определения хлорфенолов в питьевой воде связана с возможностью их образования при водоподготовке на стадии обеззараживания хлором. В последнее время наиболее перспективным для определения в воде фенола и его замещенных становится метод ВЭЖХ с амперометрическим детектированием, позволяющий оценивать содержание фенолов на уровне *ppb* без предварительного концентрирования. Однако этот метод имеет ряд ограничений.

Традиционные хроматографические методики оценки содержания фенолов в воде включают стадию пробоподготовки с применением экстракционного концентрирования, имеющего существенные недостатки: трудоемкость, низкая воспроизводимость данных и потери при упаривании экстракта вследствие летучести многих фенолов. При этом точность определения не всегда удовлетворяет требованиям ГОСТ 27384-2002.

Нами разработана методика количественного определения трех хлорфенолов в пробах питьевых и природных вод методом ВЭЖХ с УФ-детектированием при оптимальных длинах волн поглощения. Пробоподготовка сочетает однократную жидкость-жидкостную экстракцию компонентов хлористым метиленом, концентрирование экстракта путем упаривания со сменой растворителя на ацетонитрил. Последняя стадия является обязательным условием получения достоверных результатов.

Установлено, что смена растворителя увеличивает эффективность извлечения хлорфенолов в среднем на 30 % и повышает воспроизводимость результатов анализа. При этом показатели качества методики соответствуют нормам ГОСТ 27384-2002.

**МИКРОЭКСТРАКЦИЯ ЛЕГКОЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ
РАСТВОРИТЕЛЕЙ ИЗ ВОЗДУХА
В ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ПОЛИМЕРОВ**

Д.А. Кудинов, Я.И. Коренман, Т.А. Кучменко

Государственная технологическая академия,
Россия, Воронеж, d_kudinow@mail.ru

Все бóльшую актуальность приобретает разработка миниатюрных сенсорных устройств, предназначенных для анализа воздуха. Их применение возможно при наличии алгоритма расчета результатов анализа сложных смесей, а также оценке последовательности извлечения веществ на пленках модификаторов из газовых смесей на основе откликов пьезорезонатора в парах индивидуальных соединений.

Объекты исследования – распространенные органические растворители: алкилацетаты $C_2 - C_5$, кетоны (ацетон, метил-этилкетон), ацетонитрил, толуол. Изучена микроэкстракция аналитов в тонкие пленки–модификаторы различной полярности (сквалан, тетрабензоатпентаэритрит ТБПЭ). Модификаторы – устойчивые сорбенты, характеризуются хорошей адгезией и термостабильностью. В идентичных условиях получены изомеры микроэкстракции ацетона и толуола в пленки полимеров. Установлены области Генри, зависимость эффективности сорбции от их полярности. Оптимизирована масса пленок модификаторов (10 – 20 мкг), она зависит от их природы и условий регенерации. Оценена сорбционная емкость и время половинной сорбции при 20 °С.

Установлено, что время и скорость микроэкстракции не зависят от массы пленки и составляют 30 – 120 с. Наиболее устойчивые и воспроизводимые результаты микроэкстракции ацетона и толуола получены на пленках ТБПЭ. Учитывая, что толуол проявляет повышенное сродство к пленке ТБПЭ, а также различия в кинетических характеристиках процессов экстракции и реэкстракции, этот модификатор рекомендуется для отдельного определения ацетона и толуола в воздухе.

6-С13.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ
И СПЕКТРАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ
И ИОНОВ МЕТАЛЛОВ В ВОЛОСАХ ВЬЕТНАМЦЕВ**

Le Phuoc Cuong, М.И.Евгеньев, И.И.Евгеньева

Государственный технологический университет, Казань, Россия,
le_p_cuong@mail.ru

Волосы человека накапливают токсичные соединения в течение их роста. Это обуславливает необходимость разработки надежных способов определения в волосах человека неорганических и органических токсикантов, например пестицидов.

Разработана методика ИСП-АЭС и хромато-масс-спектрального определения токсичных неорганических (тяжелые металлы) и органических (хлор- и фосфорорганические пестициды) соединений в волосах вьетнамцев после экстракционного извлечения токсикантов.

Экстракцию ионов металлов из волос проводили 65 %-ной азотной кислотой с применением микроволнового излучения и высокого давления speedwave MWS-3+ (Германия), продолжительность экстракции 30 мин. Твердофазная экстракция пестицидов из волос проведена элюентом – хлористым метиленом после кислотного гидролиза (экстракция хлорорганических соединений) или этилацетатом после щелочного гидролиза (экстракция фосфорорганических пестицидов).

Установлена корреляция между содержанием токсикантов в волосах вьетнамцев и их полом, возрастом, временем проживания в России. Оценено соотношение токсичных органических соединений и активности ферментативных систем метаболизма ксенобиотиков (N-ацетилтрансфераза, цитохром P450) в волосах вьетнамцев.

Полученные результаты позволяют сопоставлять карты экологического природного неблагополучия регионов и оценивать взаимозависимости многосторонних связей между человеком и средой обитания.

6-C14.

**МОНИТОРИНГ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ,
ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ
И ПОЛИАРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ДОННЫХ
ОТЛОЖЕНИЯХ И БИОТЕ ВОДНЫХ СИСТЕМ УКРАИНЫ**

**М.В. Милюкин¹, А.В. Терлецкая¹, Т.В. Воробьева¹,
М.М. Скринник², Т.А. Богословская¹**

¹Институт коллоидной химии и химии воды им. А.В.Думанского
НАНУ, Киев, Украина, m_milyukin@mail.ru

²ОАО “Биофарма”, Киев, Украина, max_skrynyk@mail.ru

Хлороорганические пестициды (ХОП), полихлорированные бифенилы (ПХБ) и полиядерные ароматические углеводороды (ПАУ) – стойкие загрязняющие вещества антропогенного происхождения. Их высокая токсичность и устойчивость к разложению под действием физико-химических и биологических природных факторов обуславливают актуальность определения этих соединений в водных системах.

Проведена сравнительная оценка по разработанной методологии уровней содержания ХОП, ПХБ и ПАУ в донных отложениях и биоте водных систем Украины, полученных методом хромато-масс-спектрометрии в режиме селективного мониторинга ионов и методом высокоэффективной жидкостной хроматографии при многоволновом УФ-детектировании при их исчерпывающем жидкостно-экстракционном способе извлечения в аппарате Сокслета.

Определены интервалы общих уровней содержания ХОП, ПХБ и ПАУ в объектах исследования (2006–2009 г.г.): донные отложения – ХОП (сумма 4,4'-DDE, 4,4'-DDD, 4,4'-DDT) – 0,4–2198; ПХБ (сумма тетра- – гептахлоризомеров) – 0,1–12690; ПАУ (сумма 16 приоритетных загрязняющих веществ данного класса) – 10–82681 мкг/кг и, соответственно, биота – ХОП – 1,0–217; ПХБ – 2,0–3186; ПАУ – 10–30 мкг/кг.

Оценена эффективность, точность и правильность методик пробоподготовки и анализа проб донных отложений и биота по различным Standard Reference Materials.

**БИОСОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ТОКСИКАНТОВ
С ПРИМЕНЕНИЕМ ПИВОВАРЕННЫХ ДРОЖЖЕЙ**

А.М. Насимов, С.Д. Аронбаев

Государственный университет им. А.Навои,
Самарканд, Узбекистан, diron51@mail.ru

В докладе обсуждаются биосорбционные возможности осадочных пивоваренных дрожжей *Saccharomyces cerevisiae*. Изучена сорбция Cd^{+2} , Pb^{+2} , Cu^{+2} клеточными оболочками дрожжей при различной их предварительной обработке. Определены основные характеристики биосорбции аналитов при разных концентрациях их солей, концентрации биосорбента, а также pH водного раствора.

Биосорбционная способность биомассы дрожжей снижается в ряду $\text{Pb}^{+2} > \text{Cd}^{+2} > \text{Cu}^{+2}$. Время контакта дрожжевой суспензии с модельными растворами для достижения сорбционного эффекта (90 % от исходной концентрации аналита) 20 – 60 мин

Обсуждается механизм сорбции. Установлен приоритетный вклад функциональных групп в биосорбцию, убывающий в ряду: карбоксильные > аминогруппы > фосфорильные > сульфогидрильные > липиды.

Сопоставлена эффективность различных методов иммобилизации клеточной биомассы на твердых носителях. Оценена «клеточная» емкость твердого носителя при использовании физических и химических методов с включением биомассы в сальгинатный и полиакриламидные гели, а также биосорбента, полученного активацией носителя металлохелатным методом (обработка TiCl_4).

Высказано мнение, что биосорбционные способности дрожжей *S.cerevisiae* и их клеточных оболочек позволяют рекомендовать их как биосорбент тяжелых металлов, радионуклидов, токсинов. Это открывает перспективу их использования в промышленности и экологии, когда применение синтетических сорбентов экономически не целесообразно.

6-С16.

**МИКРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СПОСОБ УСТАНОВЛЕНИЯ
КОЭФФИЦИЕНТОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ
НЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

А. В. Никулина, Р. У. Умарханов, Т. А. Кучменко, Р.П. Лисицкая
Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, nik_a_68@mail.ru

Цель исследования – разработка способа установления коэффициентов распределения нелетучих органических соединений в системах на основе летучих органических растворителей с применением микрогравиметрии (пьезокварцевое микро-взвешивание). Способ применим для анализа однокомпонентных экстрактов.

Для примера в качестве определяемого вещества приводится *m*-нитроанилин, экстрагент – толуол. Экстракцию проводили при различных исходных концентрациях *m*-нитроанилина без изменения рН раствора, соотношение объемов равновесных водной и органической фаз 10:1.

Полученные равновесные экстракты наносили на пьезокварцевый резонатор, десольватировали в сушильном шкафу при 60 °С до постоянной частоты колебаний сенсора и взвешивали концентрат. Условие пьезокварцевого детектирования – введение в экстрагент пленкообразователей (воск, стеарин). В качестве фазы сравнения взвешивали концентрат, полученный из экстракционной системы без определяемого вещества. По результатам микровзвешивания рассчитывали коэффициент распределения (*D*). Для *m*-нитроанилина в системе вода – толуол $D = 45 \pm 3$.

Правильность установления коэффициентов распределения оценивали фотометрическим методом, она составляет не менее 90 %. Предлагаемый способ сокращает затраты реактивов (объем равновесного экстракта, необходимый для определения, не превышает 2 мкл) и не требует применения дорогостоящих фотометрических реагентов. Продолжительность выполнения – 45 мин.

**ЭКСТРАКЦИЯ НИТРОФЕНОЛОВ ВОДНЫМИ РАСТВОРАМИ
СОПОЛИМЕРОВ N-ВИНИЛКАПРОЛАКТАМА
И 1-ВИНИЛ-1,2,4-ТРИАЗОЛА**

**Л.А. Парфэ¹, В.А. Кузнецов¹, Е.В. Чурилина²,
Г.В. Шаталов¹**

¹Государственный университет, Воронеж, Россия,
LUTH@LIST.RU

²Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Азотсодержащие фенолы – приоритетные загрязнители природных вод. Распространенным приемом концентрирования органических соединений является жидкостная экстракция. Для концентрирования азотсодержащих фенолов применяются гидрофильные и гидрофобные растворители.

Использование двухфазных водных систем на основе водорастворимых полимеров, не содержащих вредодействующих органических растворителей, значительно расширяет возможности экстракционных методов извлечения, разделения и концентрирования.

Сведения об экстракционных характеристиках фенолов в системах на основе водорастворимых полимеров практически отсутствуют. Водорастворимые полимеры класса N-виниламидов применяются в битехнологии для разделения белков, клеток, ферментов, других биологически активных веществ.

Заметное место в ряду полимеров занимает поли-N-винилкапролактама, что связано с наличием широкого спектра практически важных свойств: гидрофильность, низкая токсичность, биосовместимость, способность к комплексообразованию со многими органическими и биологическими объектами. Гомо- и сополимеры с азольными циклами характеризуются большим разнообразием физико-механических, химических и биологических свойств, что дает возможность применять их в различных областях науки и техники.

Высокая комплексообразующая способность полимеров класса N-виниламидов и N-винилазолов к соединениям фенольной природы позволяет применять их для выделения и концентрирования фенольных соединений из водных сред.

6-С18.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОПЛАНАРНЫХ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ
БИФЕНИЛОВ В БИОТЕ БАССЕЙНА ДНЕПРА**

М.М. Скринник¹, М.В. Милюкин²

¹ОАО “Биофарма”, Киев, Украина, max_skrynnyk@mail.ru

²Институт коллоидной химии и химии воды им. А.В.Думанского
НАНУ, Киев, Украина, m_milyukin@mail.ru

Из соединений класса полихлорированных бифенилов (ПХБ) к самым токсичным относятся копланарные ПХБ. Потребление рыбы в пищу – один из основных источников попадания диоксиноподобных веществ в организм человека. В водных экосистемах вклад копланарных ПХБ в общую токсичность в диоксиновом эквиваленте превосходит вклад полихлорированных дибензо-*n*-диоксинов (ПХДД) и дибензофуранов (ПХДФ) вместе взятых. Хотя индексы эквивалентной токсичности копланарных ПХБ на порядки ниже, чем ПХДД и ПХДФ, их концентрация в тканях гидробионтов и донных отложениях существенно выше и достигают уровня значений мкг/кг мокрого веса. Их вклад в общую диоксиновую токсичность в тканях гидробионтов может достигать 80 %. Остальные 20 % приходятся на долю ПХДД и ПХДФ. Токсичность 12 копланарных ПХБ на порядки превосходит токсичность всех остальных изомеров и родственных соединений (congeners).

Среди копланарных ПХБ наибольший вклад в величину токсичности (до 99 %) вносят изомеры – 3',3',4,4'-тетра-3,3',4,4', 5-пента- и 3,3',4,4',5,5'-гексахлорбифенилы. Первый из них, обладая относительно низкой токсичностью, встречается в окружающей среде в высоких концентрациях, второй – самый токсичный, как правило, вносит больше половины суммарной токсичности ПХБ. Методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии определены концентрации копланарных ПХБ в мышечных тканях рыб бассейна Днепра и рассчитаны их вклады в величину токсичности в эквиваленте 2,3,7,8-тетрахлор-*n*-дибензодиоксина.

6-С19.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ВЫДЕЛЕНИЕМ ПРИ ПРОБООТБОРЕ

**И.И. Тимофеева, Е.А. Михайлова, А.В. Булатов,
А.Л. Москвин, Л.Н. Москвин**

Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
peremenka567@gmail.com

Содержание фенолов – одним из основных нормируемых показателей, характеризующих качество водных сред [1]. Для их определения в водах преимущественно используется фотометрическая методика по реакции образования антипиринового красителя [2]. Для определения фенолов в водных средах на уровне их предельно допустимых концентраций необходимо их предварительное выделение и концентрирование.

В докладе обсуждается разработанная нами фотометрическая методика определения фенолов по реакции образования антипиринового красителя. Методика включает предварительное выделение фенолов из пробы воды непосредственно при пробоотборе путем ее фильтрации через хроматографическую колонку, заполненную трибутилфосфатом (неподвижная фаза). Носитель неподвижной фазы – пористый политетрафторэтилен.

При выполнении массовых анализов используется серия однотипных колонок, соответствующая числу отбираемых проб. Колонки рассчитаны на прокачку проб объемом до 50 см^3 , пределы обнаружения фенолов на уровне $0,5 \cdot 10^{-5} \text{ мг/дм}^3$.

[1] ГН 2.1.5.689-98. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования.

[2] ИСО 6439-90. Качество воды. Определение фенольного индекса с 4-аминоантипирином.

Авторы выражают благодарность РФФИ за финансовую поддержку (Грант 10-03-00007-а).

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗООБРАЗНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ
С ПРИМЕНЕНИЕМ ГЕТЕРОСТРУКТУР
С КОМБИНИРОВАННЫМ ПОКРЫТИЕМ**

С.А. Титов, Н.Н. Безрядин, Ю.Н. Власов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, taip@nm.ru

Необходимое условие применения жидкостной экстракции в анализе органических соединений – наличие экспресс-методик детектирования экстрактов. Обнаружить летучие соединения в экстрактах можно с применением методологии электронного носа.

Основа “E-nose” – матрица, состоящая из сенсоров, их чувствительность к компонентам газовой смеси различна. Широкое распространение получили адсорбционные газовые сенсоры на основе SnO₂. Однако они работают только при 200÷400°С, т.е. нужны устройства подогрева, повышающие стоимость датчиков и сокращающие срок их службы.

Использование SnO₂ в составе гетероструктур Si-SiO₂-SnO₂ обеспечивает достаточно высокую чувствительность газовых датчиков на основе этих структур и при комнатной температуре. Условие достижения высокой чувствительности – существование тонкой пленки SiO₂ на поверхности Si, т.к. граница кремний–диоксид кремния имеет низкую плотность поверхностных состояний. Однако ввиду близости пленки SiO₂ к области пространственного заряда в полупроводнике она вносит большой вклад в отклик датчиков Si-SiO₂-SnO₂ на тестируемые запахи. Это может значительно искажать работу датчика.

Предложены датчики на основе гетероструктур InP-In₂S₃-SnO₂ с малой плотностью поверхностных состояний. Электрофизические свойства In₂S₃ не изменяются при включении посторонних веществ, т.к. In₂S₃ – полупроводник со стехиометрическими вакансиями, примеси в которых электрически неактивны.

**ГАЗОВАЯ ЭКСТРАКЦИЯ КАК МЕТОД АНАЛИЗА
НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА
В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

**Н.Е. Тюлина, А.Д. Зорин, В.Ф. Занозина, М.В. Хмелева,
М.В. Николаева**

Научно-исследовательский институт химии государственного
университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия,
hmelevmar@mail.ru

Несимметричный диметилгидразин является компонентом ракетного топлива, он относится к высокотоксичным соединениям. В связи с этим возникает необходимость контроля содержания несимметричного диметилгидразина в объектах окружающей среды (воздух, вода, почва).

Несимметричный диметилгидразин – соединение нестойкое и реакционноспособное, поэтому отбор проб воздуха проводят с использованием хемосорбции. Пробу отбирают на стеклянную трубку, заполненную стеклянным сорбентом, смоченным раствором серной кислоты. При этом образуется нелетучий устойчивый комплекс – сульфат гидразина.

Анализ выполняют методом газовой экстракции (статический вариант). Пробу помещают в стеклянный флакон, предварительно заполненный гидроксидом калия. Флакон помещают в металлическую формы для герметизации и выдерживают при температуре 80 °С в течение 15 мин. При этом происходит реакция превращения сульфата гидразина в летучий гидразин, который переходит в газовую фазу.

Предварительно нагретым шприцом из флакона отбирают 1 см³ газовой фазы и вводят в газовый хроматограф. Анализ выполняют на газовом хроматографе «Цвет-800» с термоионным детектором.

Предел обнаружения несимметричного диметилгидразина в воздухе по разработанной нами методике составляет $6 \cdot 10^{-5}$ мг/м³ при отборе пробы воздуха объемом 100 дм³.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ И НЕФТЕПРОДУКТОВ
В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ – АНАЛИТИЧЕСКИЕ ЗАДАЧИ
И ИХ РЕШЕНИЯ**

В.Н. Фокин¹, К.И. Жилинская², Я.И. Коренман¹

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
korenman@vgta.vrn.ru

²Государственный медицинский университет, Одесса, Украина

Разработан и запатентован способ обнаружения, идентификации и определения фенолов и нефтепродуктов в водных средах. Способ включает экстракционное извлечение углеводородов, люминесцентное обнаружение и газохроматографический анализ концентратов.

Нефть и нефтепродукты селективно экстрагируют гексаном в присутствии NaCl. Высаливатель снижает взаимную растворимость фаз и значительно повышает степень извлечения определяемых соединений. Экстракт пропускают через хроматографическую колонку, заполненную активированным Al₂O₃. Нефтепродукты обнаруживают по люминесценции концентрата.

Фенолы извлекают этилацетатом из водной фазы, оставшейся после экстракции нефтепродуктов. После отделения органической фазы и ее очистки избыток экстрагента испаряют. Для снижения потерь летучих фенолов на экстракт перед упариванием действуют раствором этилата натрия в безводном этаноле. Летучесть образующихся фенолятов незначительна по сравнению с фенолами.

Фенолы разделяют и определяют методом газожидкостной хроматографии с применением высокотемпературной фазы средней полярности. Хроматографические сигналы количественно интерпретируют методом внутреннего стандарта. Отметим эффективность фторфенолов в качестве внутреннего стандарта. Они легко отделяются от природных фенолов и не образуются в водах при биохимических процессах.

Способ применен при анализе вод Карпатского и Закарпатского нефтеносных регионов Украины, а также воды рек Дон, Донец и Воронеж.

6-С23.

**ЭКСТРАКЦИЯ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА
ИЗ ПОЧВЫ С ПОСЛЕДУЮЩИМ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ
ОПРЕДЕЛЕНИЕМ**

М.В. Хмелева, Н.Е. Тюлина, А.Д. Зорин, В.Ф. Занозина

Научно-исследовательский институт химии государственного
университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия,
hmelevmar@mail.ru

Известно, что несимметричный диметилгидразин является неустойчивым соединением. При взаимодействии с кислородом, влагой и органическими компонентами почвы он может образовывать целый ряд дочерних продуктов.

Анализ литературных источников показал, что приоритетным методом экстракции несимметричного диметилгидразина из почвы является отгонка с водяным паром с последующим определением в виде комплекса несимметричного диметилгидразина с *para*-нитробензальдегидом.

Разработан способ экстракции несимметричного диметилгидразина из почвы 1,5 %-ным раствором H_2SO_4 . При взаимодействии с H_2SO_4 несимметричный диметилгидразин образует устойчивое соединение – сульфат диметилгидразина. Для последующего определения содержания несимметричного диметилгидразина в экстракте его помещают в герметичный флакон, содержащий КОН, и выдерживают 15 мин при 80 °С. При этом сульфат диметилгидразина при взаимодействии с избытком КОН вновь образует несимметричный диметилгидразин, который при данной температуре переходит в паровую фазу.

Для газохроматографического анализа отбирают 1 см³ газовой фазы. Анализ проводят на газовом хроматографе «Цвет-800» с термоионным детектором. При выполнении эксперимента применяют стеклянную колонку, заполненную Хроматоном N-AW- HMDS с нанесенным 15 % Карбоваксом 20 М и обработанную 5 %-ным раствором КОН.

Предел обнаружения несимметричного диметилгидразина в пробе почвы составляет $4 \cdot 10^{-4}$ мг/кг.

СЕКЦИЯ 7

**ЭКСТРАКЦИЯ В ХИМИЧЕСКОЙ
И НЕФТЕХИМИЧЕСКОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
И БИОТЕХНОЛОГИИ. ОБОРУДОВАНИЕ
И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ**

**ЭКСТРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ
ВЫСОКОПРОЧНЫХ ОРГАНОНЕОРГАНИЧЕСКИХ ПИГМЕНТОВ
НА ВОЛЛАСТОНИТОВОМ НОСИТЕЛЕ**

Л.В. Акатьева¹, В.Д. Гладун², А.И. Холькин¹

¹Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова
РАН, Москва, Россия, akatieva@mail.ru; kholkin@igic.ras.ru

²Фиалил государственного технического университета «Станкин»,
Егорьевск, Россия, vgladun49@mail.ru

Разработан гидрохимический способ получения цветных гидросиликатов кальция из фосфогипса и кремнегеля. Способ предусматривает введение в реакционную среду наряду с солями тетраалкиламмония азо-, диазо-, триарилметанового или анатрахинонового сульфокрасителей в виде натриевых солей. Способ включает взаимодействие при перемешивании кальцийсодержащих отходов производства фосфорных удобрений и кремнеземсодержащих отходов производства фтористого алюминия в присутствии гидроксидов щелочных металлов или аммония и хлорида натрия при повышенной температуре.

Проведенные исследования показали, что катионы тетраалкиламмония R_4N^+ образуют устойчивые гидрофобные ионные ассоциаты с анионами органических сульфокрасителей RSO_3^- . Они представляют собой ярко окрашенные соединения. Вследствие гидрофобности они распределяются в неводную фазу, сорбируются частицами гидросиликатного продукта и окрашивают их.

Установлено, что образующиеся в реакционной зоне на поверхности твердой фазы высокомолекулярные соединения, названные бинарными красителями, способствуют получению гидросиликатного продукта (после фильтрации, промывки и сушки) в виде сыпучих дезагломерированных тонкодисперсных порошков красного, синего, желтого и зеленого цветов либо их оттенков, которые являются товарной продукцией многоцелевого назначения.

**ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕГУЛИРОВАНИЯ СВОЙСТВ
ЭКСТРАКТОВ В ПРОЦЕССЕ ИХ ПРОИЗВОДСТВА**

Н.В. Гончарова, Н. В. Сячинова, Е. А. Думнова

Восточно-Сибирский государственный технологический
университет, Улан-Удэ, Россия, natvic@list.ru

Отличительной особенностью растительных экстрактов является их многокомпонентный состав. Для выделения из общей массы компонентов веществ определенной природы можно применять растворители различной степени полярности.

Цель работы состоит в изучении влияния природы растворителя на состав растительных дубильных экстрактов и их технологические свойства. В докладе обсуждается взаимосвязь между природой экстрагента и качественными характеристиками экстрактов.

Объекты исследования – экстракты, полученные из коры сосны. В качестве экстрагентов применяли дистиллированную воду, водный раствор гидроксида натрия, этиловый спирт.

В процессе экстракции контролировали выход готовой продукции, а также качественный и количественный состав полученных экстрактов.

Результаты исследования показали, что наиболее полный выход экстрактивных веществ достигается при использовании в качестве экстрагента 22 %-ного раствора гидроксида натрия, содержащегося в коре. Вода извлекает наименьшее количество экстрактивных веществ, преимущественно нетаннидной природы (~ 3,7 %).

Этиловый спирт извлекает ~7 % экстрактивных веществ, содержащихся в коре, и проявляет селективные свойства по отношению к дубящим соединениям сосны.

Изменение качественного состава экстрактов, вызванное влиянием природы растворителя, приводит к изменению их технологических характеристик, на это указывает изменение характера связи дубящих соединений с белками.

7-УЗ.

**ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ
СОЭКСТРАГЕНТОВ ПРИ СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКЕ
МИНЕРАЛЬНЫХ МАСЕЛ**

Е.И. Грушова

Государственный технологический университет,
Минск, Беларусь, grushova.e@mail.ru

Смазочные масла представляет собой, в основном, смесь минеральных (базовых) масел, т.е. высококипящих вязких фракций нефти, очищенных от примесей, с присадками, улучшающими их эксплуатационные свойства. Поэтому, чем полнее из масел удалены примеси (смолисто-асфальтеновые, полициклические ароматические и высокомолекулярные парафиновые углеводороды), тем реальнее обеспечить требуемые физико-химические и эксплуатационные свойства товарных масел.

К числу наиболее распространенных промышленных способов очистки минеральных масел относится жидкостная экстракция. В качестве селективных экстрагентов используют N-метилпирролидон, фенол, фурфурол. Однако ни один из этих растворителей не отвечает требованиям современной технологии. Для селективной очистки минеральных масел предлагаем в состав базовых растворителей вводить соэкстрагенты – малые добавки (до 10 мас. %) растворителей, локально воздействующих на молекулярное силовое поле базового компонента.

Политермическое исследование вязкости смесей растворитель+соэкстрагент показало, что с повышением вклада специфических взаимодействий в величину удельной энтальпии активации вязкого течения селективного растворителя возрастают селективность очистки и выход очищенного масла. При этом добавки соэкстрагентов к N-метилпирролидону позволяют устранить зависимость результатов селективной очистки от природы перерабатываемого сырья и, соответственно, не ухудшаются показатели селективной очистки при переработке более высококипящих фракций и деасфальтизата.

7-У4.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
ЭКСТРАКТОВ НЕФТЕПЕРЕРАБОТКИ И НЕФТЕХИМИИ
ПО КОРРЕЛЯЦИЯМ СПЕКТР – СВОЙСТВО
И ЦВЕТ – СВОЙСТВО**

**М.Ю. Доломатов, Г.У. Ярмухаметова, С.В. Шапиро,
Д.О. Шуляковская**

Государственная академия экономики и сервиса,
Уфа, Россия, dolomatov@gmail.com

Экстракционные процессы имеют важнейшее значение, в частности, в технологии селективной очистке масел, в процессах деасфальтизации гудронов. Предложены методики оценки свойств средней молекулярной массы, коксуемости по Конрадсону, относительной плотности, энергии активации вязкого течения, концентрации парамагнитных центров и эффективных характеристик реакционной способности. Свойства определяются по установленным ранее закономерностям [1,2], связывающим свойства с коэффициентами поглощения и цветовыми характеристиками систем:

$$Z = A + BK_{\lambda} \quad (1),$$

$$Z = B_0 + B_1H \quad (2),$$

где Z – физико-химическое свойство системы; K – коэффициент поглощения излучения раствора вещества в ближней УФ и (или) видимой области спектра на аналитической длине волны λ ; A , B , B_0 , B_1 – эмпирические коэффициенты. H – одна из безразмерных цветовых характеристик растворов в стандартных колориметрических системах.

Разработаны методики анализа некоторых продуктов нефтепереработки и нефтехимии.

- [1] Мукаева Г.Р., Доломатов М.Ю. // Прикладная спектроскопии. 1998. Т.65, № 3. С. 438-410.
- [2] Доломатов М.Ю., Ярмухаметова Г.У., Доломатова Л.А.// Прикладная физика. 2008. № 4. С. 43-49.

7-У5.

**ЭКСТРАКЦИОННАЯ ПЕРЕРАБОТКА ТВЕРДЫХ ГОРЮЧИХ
ИСКОПАЕМЫХ**

С.И. Жеребцов

Институт углеродной и химического материаловедения
СО РАН, Кемерово, Россия, sizh@yandex.ru

В докладе обсуждаются достижения исследований по экстракции ценных органических соединений из твердых горючих ископаемых (ТГИ) низких стадий метаморфизма и катагенеза (торф, бурые угли). С целью интенсификации экстракционных процессов осуществляют предварительное или одновременное модифицирование ТГИ алкилированием спиртами при кислотном катализе.

Показано, что каталитическое алкилирование значительно повышает выход экстрагируемых веществ. Методами ИК-, ЯМР- и хромато-масс-спектроскопии исследованы изменения группового и индивидуального составов фракций битумоидов, происходящие при алкилировании ТГИ. На основании регрессионных моделей и состава продуктов экстракции делается вывод о протекании реакций этерификации и переэтерификации и их положительном влиянии на выход битумоидов.

Исследовано влияние алкилирования на выход гуминовых кислот (ГК) из ТГИ и на содержание в них карбоксильных и фенольных функциональных групп. Влияние алкилирующей модификации иллюстрируется уменьшением количества карбоксильных групп в ГК вследствие их этерификации.

Изучено влияние условий алкилирования и экстрагирования битумов на поведение токсичных микроэлементов (V, Cr, Ni, Cu, Zn, As, Sb, Pb) в образцах ТГИ. Определены и представлены графически геохимические типы соединений в горючих ископаемых для изученных микроэлементов.

Различные соединения битумоидов, алкилированных ТГИ, можно рассматривать как альтернативное сырье для химической промышленности.

**ОПЫТ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ
И МАССООБМЕННОГО ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ
ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ В ПРОИЗВОДСТВАХ
МИНЕРАЛЬНЫХ МАСЕЛ**

**Г.К. Зиганшин^{1,4}, А.А. Осинцев¹, К.Г. Зиганшин¹,
А.В. Мыльцын², С.П. Янбаев³**

¹ООО “ИМПА Инжиниринг”, Уфа, Россия, info@impa-ufa.ru

²ЗАО “РНПК”, Рязань, Россия, avmyltsyn@tnk-bp.com

³ОАО “АНХК”, Ангарск, Россия, yanbaevsp@anhk.rosneft.ru

⁴Государственный нефтяной технический университет,
Уфа, Россия, ziganshinrg@mail.ru

Реализация процесса жидкостной экстракции в переработке тяжелых нефтяных остатков (гудрона, деасфальтизата, масляных вакуумных дистиллятов) при многотоннажном производстве требует применения специфических технологических условий (давление до 40 кгс/см²) и аппаратурной реализации процесса (экстракторы гравитационного типа большого диаметра).

Проводимые с 1980-х годов исследования по изучению процесса экстракции в данной области с применением методов лабораторного моделирования на реальных промышленных смесях и математического моделирования позволило разработать новые технологии селективной очистки нефтяного сырья, деасфальтизации гудрона сжиженным пропаном, аппараты и их внутренние устройства для интенсификации тепло- и массообмена фаз.

Обобщается опыт совершенствования технологии и массообменного оборудования для экстракции в производствах минеральных масел, включающий 21 объект на НПЗ России. Комплексный подход по аппаратурной и технологической интенсификации экстракции повысил технико-экономические показатели реконструированных и модернизированных производств. При этом увеличен отбор целевого продукта, снижена кратность растворителя и удельные энергозатраты, улучшены качество продуктов и эксплуатационные показатели оборудования.

**ВЛИЯНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ПРОТИВОСТАРИТЕЛЕЙ
НА КИНЕТИКУ ОКИСЛЕНИЯ ПОЛИИЗОПРЕНА**

О.В. Карманова, Ю.Ф. Шутилин, А.С. Казакова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, karolga@mail.ru

Процессы окисления изучали на образцах изопренового каучука СКИ-3 двух типов: товарном (заправленном противостарителями) и переосажденном. Очистку каучуков с целью удаления находящихся в них противостарителей и примесей, проводили путем их осаждения из 3 %-ных толуольных растворов этиловым спиртом с дальнейшей сушкой до полного удаления растворителя. Окисление пленок каучуков проводили: 1) в воздушном термостате при 100 °С в режиме непрерывной термообработки в течение 45 ч; 2) подвергали старению без доступа света при комнатной температуре в течение 40 суток с периодическим отбором проб на испытание. Оценивали изменение структуры полиизопренов в ходе термического воздействия по изменению характеристической вязкости 1 %-ных растворов в толуоле.

Установлено, что снижение характеристической вязкости $[\eta]$ товарного полиизопрена на первом этапе окисления как при н.у., так и при повышенной температуре значительно меньше по сравнению с очищенным каучуком. На начальном этапе окисления очищенного полиизопрена отмечен индукционный период, где молекулярная масса не изменяется. Несоответствие по характеру и интенсивности снижения ММ очищенного и товарного полиизопрена можно объяснить различиями в плотности упаковки макромолекул. В переосажденном полиизопрене вследствие экстракции – удаления противостарителей, примесей, увеличивается свободный объем полимера, следовательно, увеличивается возможность осуществления термофлуктуационных актов, в результате которых происходит интенсивное расхождение дефектов структуры полимера.

**НЕВОДНЫЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ РАСТВОРИТЕЛИ
ДЛЯ СОЛЬВОСИСТЕМ НА ОСНОВЕ
ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ АЛИФАТИЧЕСКИХ СПИРТОВ
И МИНЕРАЛЬНЫХ КИСЛОТ**

**Е.К. Копкова, П.Б. Громов, М.А. Муждабаева,
Е.А. Щелокова, Г.И. Кадырова**

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра РАН, Апатиты, Россия, kopkova@chemy.kolasc.net.ru

Истощение богатых сырьевых ресурсов и вовлечение в переработку бедного, сложного по составу, труднообогатимого минерального и техногенного сырья обуславливает необходимость поиска новых нетрадиционных прогрессивных методов извлечения компонентов из подобного вида продуктов. К числу последних можно отнести проведение процессов в гетерогенной системе «твердая фаза–неводный растворитель» с заменой воды как среды протекания химической реакции на органический реагент (метод сольвометаллургии).

Обсуждается возможность применения сольвометаллургического метода в переработке нетрадиционного редкометалльного минерального сырья, а также техногенных продуктов и отходов действующего медно-никелевого производства: перовскитового концентрата Мурманской области, титаномагнетита Карелии, а также отходов и техногенных продуктов ОАО «Комбинат Североникель» НГМК: гидратного железистого кека, кобальтового концентрата и конвертерного медно-никелевого шлака. В качестве неводных растворителей применяли нейтральные кислород- и фосфорорганические органические реагенты, содержащие минеральные кислоты.

Изучена экстракционная способность высокомолекулярных одноатомных алифатических спиртов ROH ($R=C_5-C_{10}$) по отношению к минеральным кислотам (HCl и HF) и свойства экстрактов. Получены изотермы экстракции и реэкстракции кислот алифатическими спиртами.

**ИОННО-ЖИДКОСТНЫЕ СОЛИ – ЭФФЕКТИВНЫЕ
ЭКСТРАГЕНТЫ ДЛЯ ДЕАРОМАТИЗАЦИИ
НЕФТЯНЫХ ФРАКЦИЙ**

**Ч.К. Расулов, А.Г. Азизов, Ф.А. Набиев, Р.В. Алиева,
Г.Р. Азизбейли, С.Т. Рустамов**

Институт нефтехимических процессов НАН Аз,
Баку, Азербайджан, rchk49@rambler.ru

Сведений об использовании ионных жидкостей в качестве экстрагентов для деароматизации нефтяных фракций (НФ) очень мало.

В докладе приводятся результаты получения некоторых ионных жидкостей в виде солей (ИЖС) на основе N-[2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-бензил]-морфолина и использование их в качестве экстрагентов для деароматизации нефтяных фракций.

ИЖС получали в две стадии. Сначала происходило взаимодействие пара-(1-метилциклопентил)- и пара-[1(3)-метилциклогексил]-фенолов с формальдегидом и морфолином, синтезированы N-(циклоалкилбензил)-морфолины. Затем синтезированные N-[2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-бензил]-морфолины растворяли в бензоле и через полученный раствор пропускали газообразный хлористый водород.

ИЖС при комнатной температуре представляют собой кристаллические вещества, хорошо растворимые в воде, температура плавления 58–86 °С, характеризуются высокой электропроводностью ($1,2 \cdot 10^{-4}$ – $5,5 \cdot 10^{-4}$ л сименс).

ИЖС применены в качестве экстрагентов для очистки некоторых НФ, в том числе прямогонных и автомобильных бензинов, трансформаторных масел от ароматических углеводородов. НФ содержали ароматические углеводороды в различных количествах. Установлено, что после экстракции содержание ароматических углеводородов в НФ уменьшается с 18–30 мас. % до 5–8 мас. %.

ЭКСТРАКЦИЯ ПИГМЕНТОВ ИЗ ТЫКВЕННЫХ СЕМЯН

Т.И. Романовская¹, И.А. Романовский²

¹Национальный университет пищевых технологий,
Киев, Украина, rombotan@mail.ru

²Национальный торгово-экономический университет,
Киев, Украина

В технологических процессах получения масла из семян тыквы с максимальным сохранением биологически активных веществ целесообразно определять массовую долю пигментов. Тыквенное масло и семена содержат пигменты, обладающие витаминными и антиоксидантными свойствами, они используются в медицине как общеукрепляющее и противоглистное средства. Пигменты хорошо растворимы в тыквенном масле и окрашивают его. Токоферолы (витамин Е) и каротины (провитамин А) окрашивают тыквенное масло в желто-красный цвет, хлорофилл – в зеленый. Пигменты по-разному поглощают электромагнитные волны в видимом диапазоне света, что позволяет их идентифицировать и количественно определять.

Однако мизерные количества одного из пигментов могут нивелироваться другими, содержащимися в больших количествах. При определении содержания пигментов в растительном сырье пигменты разделяли на адсорбенте (Al_2O_3) с последующим элюированием и снятием спектров поглощения полученных экстрактов.

Цель работы – экстрагирование пигментов (каротинов, токоферолов, хлорофиллов) из тыквенных семян органическими растворителями и определение их массовой доли. Установлено, что ацетон является универсальным экстрагентом пигментов семян тыквы. Оксид алюминия наиболее полно адсорбирует хлорофиллы. После адсорбции оксидом алюминия полностью извлечь хлорофилл ацетоном либо петролейным эфиром невозможно. Ацетон лучше по сравнению с петролейным эфиром экстрагирует каротины из оксида алюминия после разделения пигментов.

ЭКСТРАКЦИЯ В ПРОЦЕССАХ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ

**В.Е. Тарабанько, М.А. Смирнова, Ю.В. Челбина,
М.Ю. Черняк**

Институт химии и химической технологии СО РАН,
Красноярск, Россия, veta@icct.ru

Ванилин, сиреневый альдегид, леулиновая кислота и 5-гидроксиметилфурфурол можно получить переработкой древесины и ее компонентов. Выделение и очистка этих продуктов связаны с экстракцией.

В докладе обсуждаются возможности проведения реакций в присутствии экстрагента в двухфазной системе и способы повышения эффективности химических процессов за счет экстракционного перераспределения продуктов и реагентов в системе. Так, кислотнo-каталитическая конверсия углеводов в леулиновую кислоту, 5-гидроксиметилфурфурол и их производные в двухфазной системе дает в 6 – 8 раз бoльшие выходы продуктов в концентрированных растворах углевода по сравнению с гомогенными системами. Разработан способ экстракционного выделения леулиновой кислоты и регенерации катализатора из реакционных растворов конверсии фруктозы в присутствии хлороводородной кислоты.

Изучена экстракция ванилина из водных растворов октил-амином, трибутилфосфатом и алифатическими спиртами C₆–C₈. Установлено, что монооктиламин вследствие образования основания Шиффа экстрагирует ванилин с коэффициентами распределения вплоть до 600.

Показано, что тангенсы угла наклона логарифмических зависимостей коэффициента распределения ванилина от концентрации экстрагента для процессов экстракции из кислых сред почти не зависят от природы экстрагента: $\text{tg}\varphi = 1,5 \pm 0,2$. При извлечении ванилат-иона из водно-щелочных растворов эта функция имеет более высокое значение: $\text{tg}\varphi = 3,35 \pm 0,30$.

**ПОЛУЧЕНИЕ КЕДРОВОГО МАСЛА ЭКСТРАКЦИЕЙ
ЭТИЛОВЫМ СПИРТОМ В ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ СВЧ**

В.Г. Ширеторова¹, А.Г. Хантургаев²

¹Байкальский институт природопользования СО РАН,
Улан-Удэ, Россия, vshiretorova@rambler.ru

²Восточно-Сибирский государственный технологический
университет, Улан-Удэ, Россия, aavn@mail.ru

Богатый источник растительного масла и пищевых белков – кедровый орех (семена сосны сибирской), содержание масла достигает 65–68 %. Благодаря высокому содержанию в кедровом масле полиненасыщенных жирных кислот и жирорастворимых витаминов, оно широко используется в медицине и косметической промышленности. Кедровое масло выделяют, в основном, прессовым способом, не обеспечивающим полного обезжиривания семян. Применение при экстракции токсичных растворителей и длительное нагревание снижают качество и биологическую ценность получаемых масла и шрота.

Разработан способ получения кедрового масла экстракцией этиловым спиртом в электромагнитном поле (ЭМП) СВЧ (патент РФ № 2194070). Способ позволяет значительно интенсифицировать процесс экстракции, сохранить биологическую ценность компонентов и получить высококачественные экологически чистые продукты. Установлены кинематические закономерности экстракции растительных масел в ЭМП СВЧ (на примере масла ядра кедрового ореха), получены характеристические коэффициенты. Определены оптимальные технологические параметры экстракции масла из семян сосны сибирской этиловым спиртом в ЭМП СВЧ. Физико-химические характеристики и химический состав кедрового масла, полученного СВЧ-экстракцией этиловым спиртом, свидетельствуют о его высоком качестве.

Работа выполнена по гранту Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых (№ МК-639-2009.4).

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ
НЕФТЯНЫХ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ**

А. О. Шрубок, Е. И. Грушова, А. И. Юсевич

Белорусский государственный технологический университет,
Минск, Беларусь, rala@tut.by

При первичной переработке нефти и ее тяжелых фракций, для устранения химических превращений компонентов нефтяного сырья, перегонку при атмосферном давлении и вакууме проводят с ограничением по температуре нагрева. Для интенсификации массо- и теплообменных процессов при фазовых переходах применяют химические добавки. Они способствуют перераспределению компонентов дисперсной фазы в объеме нефтяных дисперсных систем, образованию «рыхлых» твердых частиц. В результате дополнительное количество компонентов переходит в дисперсионную среду и увеличивается отбор дистиллятов.

Нами исследовано влияния химических добавок на глубину отбора нефтяных фракций при перегонке тяжелых нефтяных остатков с использованием ступенчатой экстракции. В качестве экстрагентов применяли гептан (первая ступень экстракции) и бензол (вторая ступень). В результате разделения нефтяных остатков получали мальтены (масла + легкие смолы) и асфальтены. Такой подход к оценке степени влияния активирующих добавок на состояние нефтяных дисперсных систем позволил избежать упрочнения связей в ассоциатах высокомолекулярных соединений сырья при длительном воздействии температур и оценить эффект воздействия химических добавок на компоненты нефтяных дисперсных систем в зависимости от природы и расхода добавок.

Полученные результаты позволили установить зависимость выхода продуктов разделения нефтяных остатков от способа введения добавок-активаторов (до атмосферной перегонки или до вакуумной перегонки) и подтвердить ее данными по вакуумной перегонке нефтяных остатков в присутствии химических активаторов.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЦИКЛОДЕКСТРИНОВ В ЭКСТРАКЦИИ
И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРКАСНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ**

С.Н. Яшкин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Производные каркасных углеводородов широко применяются благодаря уникальным свойствам и биологической активности. Высокосимметричные липофильные адамантан и его структурные аналоги имеют большое значение в химии супрамолекулярных систем при образовании комплексов "гость – хозяин" с молекулами лигандов (циклодекстрины, калликсарены).

Систематизированы данные по применению циклодекстриновых лигандов в экстракции и хроматографии адамантана и его производных. Обсуждаются основные области применения и пути дальнейшего развития аналитической и физической химии комплексов макроцикл–каркасная молекула. Показано значение различных теоретических моделей для прогнозирования устойчивости комплексов «гость–хозяин», изучения процессов самоорганизации и самосборки в органических средах, составляющих основу современной химии супрамолекулярных систем. Обсуждаются проблемы молекулярного распознавания в хроматографии и селективного извлечения в экстракции производных каркасных углеводородов.

На примере хроматографического разделения на НЖФ с иммобилизованными молекулами циклодекстринов показано увеличение селективности разделения позиционных и пространственных изомеров в ряду функциональных производных бензола, адамантана и циклогексана. Излагаются методические аспекты экстракции и хроматографирования с применением макроциклических лигандов. Особое внимание уделяется теоретическому описанию процесса комплексообразования "макроцикл–каркасная молекула".

**НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ
ЗАО «ЭКОЛ ИНЖЕНЕРНЫЙ УСЛУГИ» ПРИ РЕШЕНИИ
ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ
ТЕРРИТОРИЙ**

С.Т. Алиев, Э.Ф.Теймуров

ЗАО «Экол Инженерный Услуги»,
Баку, Азербайджан, ekol@mail.az, tehmir78@mail.ru

Абшеронский архипелаг является одним из экологически чувствительных регионов мира, бакинская нефть служит человечеству не менее 2000 лет. Негативные последствия воздействия процессов добычи, подготовки и переработки нефти на окружающую среду до сих пор не предотвращены. Учитывая серьезность ситуации президент Азербайджанской Республики Ильхам Алиев открыл «зеленую дорогу» всем экологическим проектам, а также мероприятиям, связанным с озеленением Республики, и объявил 2010-й год «Годом Экологии».

Имеющие мощные современные транспортно-технические средства и другое оборудование, лаборатории физико-химических, химических, биологических и микробиологических методов анализа, а также квалифицированные кадры и опыт работы с 2006 г. в области экологических исследований, сервис и разработку нормативно-технических документаций, ЗАО «Экол Инженерный Сервис» учрежден Государственной Нефтяной Компанией Азербайджанской Республики с иностранным инвестором. ЗАО осуществляет ширококомасштабные работы по механической рекультивации, агро-, гидро- и биомелиорации (фитомелиорации, фиторемедиации) загрязненных нефтью, твердыми отходами, нефтешламами, пластовыми и коммунально-бытовыми сточными водами земельных территорий Абшерона с девизом «Экономика посредством экологии». ЗАО сотрудничает с мировыми компаниями “Facet”, “Oswald Shults”, “Projekt Engineering Wincker GmbH”, “Alfa-Laval”, İNCHETA, BP, Lukoil с целью расширения сферы экологической деятельности по профилю, а также с географической точки зрения.

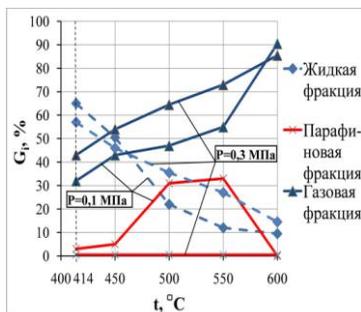
7-С2.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ТОПЛИВНЫХ КОМПОНЕНТОВ ИЗ ОТХОДОВ ОЛЕФИНОВЫХ ТЕРМОПЛАСТОВ

В.А. Андреев, Ю.Н. Шаповалов, П.Ю. Саликов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, kafedra-mahp@mail.ru

В докладе обсуждается способ управляемой пиролизной утилизации загрязненных термопластов с целью экстрагирования из них вторичных топливных компонентов. Проведенные эксперименты с загрязненными отходами полиэтилена показали, что количество получаемого газового и жидкого топлива, твердой парафиновой фракции можно регулировать с помощью температуры и давления в реакторе. Процесс проводили в режиме низкотемпературного пиролиза. Начало интенсивного разложения полиэтилена соответствует 414°C.



Приводим зависимость выхода вторичной продукции по ее видам (G_i, %) от температуры пиролиза при давлениях 0,1 и 0,3 МПа. Выход слабоуглеродного остатка не показан, т.к. он не зависит от температуры и составляет 1,5 % от массы сырья.

Установлено, что с повышением температуры увеличивается выход газового топлива за счет снижения зависимости выхода продуктов пиролиза G_i от температуры. Выход твердой парафиновой фракции сначала возрастает, при 600°C эта фракция полностью разлагается. Повышение давления увеличивает выход газового и жидкого топлива, способствует полному разложению парафиновой фракции.

Разработан способ достижения различных соотношений долей вторичной продукции при оптимальных температурах и давлениях в реакторе.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ БЕЛКОВЫХ ФРАКЦИЙ ЛЮПИНА
В ТЕХНОЛОГИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ РАСТИТЕЛЬНЫХ
ИЗОЛЯТОВ ДЛЯ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

Л.В. Антипова, Ж.И. Богатырева

Государственная технологическая академия
Воронеж, Россия, meatech@yandex.ru

Одним из перспективных способов решения проблемы дефицита белков в пищевых рационах является получение концентрированных белковых препаратов из растительного сырья.

Цель исследования – получение белковых препаратов из семян люпина. При выборе оптимального экстрагента руководствовались способностью белков вести себя во влажной среде иначе, чем другие компоненты. Изучены различные варианты экстрагирующих реагентов: уксусная кислота, гидроксид натрия, сульфат аммония. Установлено, что наиболее эффективным экстрагентом является раствор гидроксида натрия с концентрацией 0,2 мас. %.

Для максимального извлечения белков из люпинового семени подбирали рациональные условия экстрагирования. Экспериментально установлено, что оптимальными условиями являются: гидромодуль 1:4, время выдержки смеси 18 – 22 мин, реагент для осаждения белков – уксусная кислота с концентрацией 30 мас. %.

Полученный препарат имеет порошкообразную структуру, светло-кремовый цвет, выраженный запах отсутствует. Влагоудерживающая способность препарата равна 180 %, жирудерживающая – 200 %, эмульгирующая способность 70 %, критическая концентрация гелеобразования 35 %

Белковый люпиновый изолят может с успехом применяться для коррекции технологических свойств пищевых систем и частичной замены мясного сырья при производстве различных мясных продуктов.

**СВЕРХКРИТИЧЕСКИЕ ЭКСТРАКТЫ РАСТИТЕЛЬНОГО
СЫРЬЯ В ПОЛУЧЕНИИ ИММОБИЛИЗОВАННЫХ ФОРМ БАВ
НА КОЛЛАГЕНОВЫХ НОСИТЕЛЯХ**

Л.В. Антипова, И.А. Глотова, Ю.В. Болтыхов

Государственная технологическая академия
Воронеж, Россия, meatech@yandex.ru

Изучены возможности коллагеновых белков животных тканей как носителей биологически активных веществ. Объекты исследования – продукты химической и ферментативной модификации жилок и сухожилий крупного рогатого скота; сверхкритические CO₂-экстракты лекарственных растений и специй: зверобоя, календулы, ромашки, гвоздики, корицы, тыквы и виноградных косточек, петрушки.

Для количественной оценки сорбционной способности коллагена по отношению к CO₂-экстрактам растительного сырья проведен сенсорметрический анализ на установке «Электронный нос». В качестве чувствительной пленки на электроды пьезорезонаторов наносили сорбент средней полярности Тритон X-100.

Установлено, что накопление летучих веществ в газовой фазе достигает максимума в первые сутки хранения за счет диффузии ароматических веществ экстрактов в газовую среду. Уменьшение частоты колебания сенсора на 5-е сутки свидетельствует о сорбции ароматообразующих компонентов экстрактов на коллагеновом белке. Наличие гидрофобных и гидрофильных зон в пептидной цепи коллагена позволяет предположить, что сорбция происходит за счет водородных связей и гидрофобных взаимодействий между радикалами аминокислот в структуре продуктов деструкции коллагена и ароматическими углеводородами, содержащимися в CO₂-экстрактах.

Показано, что 1 г продукта модификации жилок и сухожилий способен связывать от 150 до 200 мкл экстрактов корицы, петрушки, ромашки и от 100 до 150 мкл экстрактов

зверобоя, гвоздики, тыквы и виноградной косточки соответственно.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С5.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЭКСТРАГИРОВАНИЯ БАЛЛАСТНЫХ БЕЛКОВЫХ ФРАКЦИЙ ИЗ ШКУР ГИДРОБИОНТОВ

Л.В. Антипова, О.П. Дворянинова, Л.П. Чудинова

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, meatech@yandex.ru

Основными стадиями процесса удаления балластных белковых фракций из шкур гидробионтов являются гидролиз белково-липидных комплексов в структуре соединительной ткани под действием ферментных препаратов протеолитического и липолитического действия с последующим экстрагированием продуктов гидролиза в жидкую фазу.

На кинетические характеристики исследуемых процессов влияет гидродинамическая обстановка в биореакторе. Учитывая, что интенсивность экстрагирования белковых фракций прямо зависит от степени перемешивания реакционной среды в биореакторе, при моделировании исходили из предположения, что выполняются условия идеального перемешивания.

Физико-химическая сущность исследуемого процесса состоит в том, что из-за разности концентраций балластных белковых фракций, содержащихся в шкурах гидробионтов и в растворе, возникает массообменная движущая сила. Исходя из предположении, что гидродинамическая обстановка вокруг дисперсного фрагмента шкур гидробионтов близка к идеальному перемешиванию, для расчета кинетики процесса перехода балластных фракций из дисперсной фракции в раствор применяли дифференциальный закон уменьшения содержания примесей.

Качество коллагенсодержащего полуфабриката рыбных шкур зависит от степени удаления балластных белковых фракций, которая связана с продолжительностью технологического процесса. Это определяет качество коллагенсодержащего полуфабриката применительно к требованиям кожгалантерейной

промышленности – минимальные затраты времени при заданном уровне качества очистки полуфабриката.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С6.

СОРБЦИОННЫЕ ОСОБЕННОСТИ СО₂-ЭКСТРАКТОВ СУХИХ ОДНОИМЕННЫХ ПРЯНОСТЕЙ В РАСШИРЕНИИ АССОРТИМЕНТА БЕЛКОВЫХ НОСИТЕЛЕЙ

**Л.В. Антипова, М.М. Данылиев, И.В. Поленов,
О.А. Кащенко**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, meatech@yandex.ru

Пищевые и биологически активные добавки, ароматизаторы, технологические вспомогательные средства – важные факторы формирования ассортимента, качества и конкурентноспособности пищевой продукции.

СО₂-экстракты растительного сырья имеют богатейший компонентный состав: органические кислоты, жирорастворимые витамины и провитамины, антиоксиданты различной природы, жиры, в том числе полиненасыщенные, стериды и стерины, растительные гормоны, флавоноиды, эфирные масла, другие вещества.

СО₂-экстракты – натуральные концентраты, извлеченные из растений, обладающие их свойствами и фактически являющиеся биологически активными добавками. Они хранятся в обычных условиях не менее трех лет без изменения состава, технологичны, компактны, полностью растворяются в растительном масле и животных жирах, 80 %-ном уксусе, легко эмульгируются, наносятся на различные сухие носители, сохраняя их сыпучесть.

Учитывая широкий спектр пищевых систем, особенности технологии их получения и решая задачи по созданию добавок полифункционального действия для придания конечному продукту профилактических свойств, принципиальное значение представляет расширение ассортимента носителей. Среди них особое место отводится белкам как незаменимым компонентам

пищи, при этом важное значение имеет сорбция веществ-ароматов на препаратах носителей.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С7.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАГИРУЕМОСТИ ЛИПИДОВ ИЗ МЯСНОГО СЫРЬЯ МЕТОДАМИ БИОТЕХНОЛОГИИ

Л.В. Антипова, Н.М. Ильина, Ю.Ф. Галина

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, meatech@yandex.ru

Для нормальной жизнедеятельности человека в современных условиях важно правильное и сбалансированное питание в повседневной жизни. В этой связи необходимо употребление пребиотических компонентов, стимулирующих процессы пищеварения и обладающих адсорбирующей способностью в отношении различных токсикантов. Такую функцию выполняют пищевые волокна, в том числе их аналог животного происхождения – белки соединительной ткани (коллагены). При разработке пребиотических продуктов в качестве компонентов рецептур применяют коллагеновые эмульсии с высокими функционально-технологическими свойствами, придающие готовым изделиям сочность и повышающие их выход.

Для приготовления эмульсии использовали свиную шкуру, содержащую значительное количество жира. Известные способы извлечения жира органическими растворителями неприемлемы для пищевых продуктов. Для обезжиривания свиной шкурки липиды экстрагировали водой с предварительной ферментативной обработкой специфическим препаратом липолитического действия. Для биомодификации сырья применяли фермент (липазу дрожжевую), гидролиз жировых компонентов проводили в оптимальных условиях действия фермента: рН 6,0; 37–40 °С; гидромодуль 1 : 3. Образовавшиеся жирные кислоты экстрагировали водой, в реакционной среде титриметрически определяли содержание целевого продукта.

Исследования показали, что в первые 2 ч скорость накопления продуктов гидролиза жира возрастает, затем снижается и остается постоянной. Степень обезжиривания шкурки 90 %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С8.

ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКТОВ ЛЕКАРСТВЕННЫХ РАСТЕНИЙ В ПРИГОТОВЛЕНИИ ХЛЕБА

Е.В. Белокурова¹, Н.С. Родионова¹, Н.М. Дерканосова²

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, rodionovast@mail.ru

²Филиал Российского государственного торгово-экономического
университета, Воронеж, Россия, kommerce05@list.ru

В последнее время возрастает актуальность применения хлебобулочных изделий лечебно-профилактического и функционального назначения. Цель исследования – установление возможности использования лекарственных растений (хмель, имбирь) в приготовлении хлеба.

Хмелевой экстракт получали из гранулированного хмеля и воды, соотношение между объемами компонентов выбрано по результатам предварительных экспериментов. Эффективность процесса оценивали по оптической плотности экстракта, спектры светопоглощения регистрировали на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 400–540 нм.

Для исследования взаимодействия технологических факторов, влияющих на экстрагирование α -, β -кислот, γ -, δ -смол, ароматических и дубильных веществ, применяли математическое планирование эксперимента.

Установлено, что хмелевой экстракт имеет полосы светопоглощения, характерные для флавоноидов, оксикоричных и фенилкарбоновых кислот, кумаринов и горьких веществ. Оптимальные параметры экстракции: соотношение между объемами хмеля и воды 1:90, продолжительность экстрагирования 60 мин, температура 100° С.

Имбирь применяли в виде порока из сырого имбиря, сухого порошка и экстракта. Экспериментально установлено, что хле-

бобулочные изделия имеют лучшие физико-химические и органолептические показатели при использовании имбиря в виде экстракта.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С9.

**CHEMICAL COMPOSITION OF THE VOLATILE COMPOUNDS
OF HALOXYLON AMMODENDRON ISOLATED
BY MICRODISTILLATION**

**G.Zh. Baisalova¹, G. Ozek², K.H.C. Baser²,
R.Sh. Erkasov¹**

¹Department of Chemistry, Faculty of Natural Sciences,
Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

²Department of Pharmacognosy, Faculty of Pharmacy,
Anadolu University, Eskisehir, Turkey
galya_72@mail.ru

The genus *Haloxylon* (Chenopodiaceae) is represented by 10 species in sandy deserts of Asia, Central Asia, Iran, Afganistan, North-West China and Mongolia.

In Flora of Kazakstan and Middle Asia 3 species of *Haloxylon* (Saxaul) are recorded: *Haloxylon aphyllum* Bge. (black saxaul), *H. persicum* Bge. (white saxaul) and *H. ammodendron* Bge. (zaisanii saxaul).

In this report we have studied the composition of the fruit volatile compounds of *H. ammodendron* Bge. was collected in Almaty province of the South-Eastern Kazakhstan in September 2008.

The volatiles were obtained from the crushed fruits of *H. ammodendron* Bge. by microdistillation using an Eppendorf MicroDistiller. To extract organic volatiles hexan was used.

The volatiles were analyzed by capillary Gas Chromatography-Flame Ionization detection (GC/FID) and Gas Chromatography-Mass spectrometry (GC/MS) using an Agilent 5975 GC-MSD system. The same column and analysis conditions were used for both GC/MS and GC/FID. HP-Innowax FSC column was used with helium as a carrier gas.

2,4-Dimethylether phloroacetophenone (16,5%), heptacosane (13,9%), hexadecanoic acid (13,0%), hexahydrofarnesyl acetone (10,1%) nonacosane (8,8%), pentacosane (4,2%) in *H. ammodendron* Bge were found as the main constituents.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-C10.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ФРУКТООЛИГОСАХАРИДОВ И ФРУКТОЗЫ ИЗ НАТУРАЛЬНОГО ПОДСЛАСТИТЕЛЯ ЯКОНА

Е.В. Богданова, Я.И. Коренман, Е.И. Мельникова

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, ek-v-b@yandex.ru

Решение актуальной медико-аналитической задачи по замене сахарозы возможно с применением подсластителей натурального происхождения. В связи с этим возрастает значение фруктозы, получаемой из растительного инулинсодержащего сырья, например якона (*Polymnia sonchifolia* Poir.& Endl).

Для извлечения углеводов из корневых клубней якона нами применено экстрагирование депротеинизированной творожной сывороткой, полученной методом молекулярно-ситовой фильтрации и зарекомендовавшей себя как основа лечебно-профилактических продуктов питания.

Клубни якона измельчали и сушили до влажности 6 % (температура 60°C, продолжительность 140 мин), добавляли депротеинизированную творожную сыворотку при соотношении объемов твердой и жидкой фаз 1:4 – 1:12. Экстрагировали 15 – 60 мин в широком интервале температур (30 – 50) °C и pH (2,4 – 6,5). Экстрагент предварительно подкисляли лимонной кислотой или подщелачивали раствором карбоната натрия. Критерий оценки оптимизации процесса – массовая доля сухих веществ в экстракте.

Установлены оптимальные условия экстрагирования: продолжительность процесса 60 мин, соотношение объемов твердой и жидкой фаз 1:6, температура 60 °C, pH экстрагента 4,4. Полученный экстракт с целью очистки пропускали через колонку с активированным углем и ионитами. Молочно-растительный экстракт якона характеризуется гипогликемическими и антиокси-

дантными свойствами, высокой пищевой ценностью. Сладкий вкус и приятный фруктовый запах позволяют применять его в качестве вкусоформирующей добавки-подсластителя в производстве пищевых продуктов функционального назначения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С11.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ ФИЗИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ КОМПОНЕНТОВ STEVIA REBAUDIANA B

С.Е. Боева¹, Я.И. Коренман², С.И. Нифталиев²

¹Военный авиационный инженерный университет,
Воронеж, Россия, svetse@bk.ru

²Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

Методами математического планирования эксперимента оптимизированы условия экстрагирования физиологически активных компонентов из листовой части растения *Stevia Rebaudiana Bertony*. В качестве основных факторов, влияющих на процесс экстрагирования, изучены: X_1 – температура, °С; X_2 – продолжительность экстрагирования, мин; X_3 – соотношение объемов твердой (высушенные и измельченные листья стевии) и жидкой (ультрафильтрат творожной сыворотки) фаз; X_4 – рН экстрагента. Критерий оценки оптимизации – общее содержание сухих веществ в экстракте (Y).

Для построения математической модели применены центральное композиционное ротатабельное униформпланирование и полный факторный эксперимент 2^4 (ПФЭ 2^4). Получено уравнение, адекватно описывающее процесс экстрагирования физиологически активных компонентов из листьев стевии под влиянием исследуемых факторов:

$$Y = 7,565 + 0,131X_1 + 0,056X_2 + 0,103X_3 - 0,198X_4 + \\ + 0,065X_1X_2 + 0,079X_2X_3 + 0,274X_3X_4 - 0,157X_1^2.$$

На экстрагирование в большей степени влияют рН экстрагента и температура. Знаки «–» и «+» перед коэффициентами означают, что снижение рН и повышение температуры приводят к возрастанию общего содержания сухих веществ в экстракте (Y).

Для установления оптимальных условий экстрагирования применяли «ридж-анализ», основанный на методе неопределенных множителей Лагранжа. Оптимальные параметры экстрагирования физио-

логически активных компонентов *Stevia Rebaudiana* В. ультрафильтратом творожной сыворотки: температура 40 °С; продолжительность экстрагирования 40 мин; соотношение объемов твердой и жидкой фаз 1:10; рН экстрагента 4,4.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С12.

ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ АНТОЦИАНОВ ЭТИЛОВЫМ СПИРТОМ

В.М. Болотов, П.Н. Саввин

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
ps-vgta@yandex.ru

Традиционно антоциановые пигменты извлекают из растительного сырья (черной смородины, черники, темных сортов винограда) экстрагированием подкисленной водой. Нами показано, что использование в качестве экстрагента этанола с объемной долей 96 % без дополнительного подкисления имеет ряд преимуществ с технологической точки зрения, т.к. этанол менее полярен, чем вода и имеет более низкую температуру кипения.

Ранее повышенное содержание красящих веществ объяснялось большей стабильностью антоциановых пигментов в среде менее полярного этанола и минимальным содержанием в экстракте сопутствующих соединений. Более низкая температура кипения этанола и незначительное содержание кислот способствуют концентрированию экстрактов красителей с максимальной сохранностью антоциановых соединений.

Дополнительные исследования и анализ свойств антоцианов выявили еще ряд факторов, за счет которых краситель имеет большее содержание красящих веществ. Экстракция этанолом без добавления кислот позволяет извлекать антоцианы в менее полярной бесцветной карбинольной форме, содержание которой в растворе максимально при низкой кислотности. Одновременно с антоцианами в экстракте переходят сопутствующие флавонолы. Последующее подкисление в

ходе производства пищевых продуктов способствует переводу бесцветных таутомеров в катионную форму ярко-красного цвета и превращению флавонолов в антоцианы.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С13.

ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ ТУНГОВОГО МАСЛА ИЗ СЕМЯН

**Б.А. Буцхрикидзе, В.Г. Хведелидзе, Г.З. Горгодзе,
Г.В. Хведелидзе**

Государственный университет им. Ак. Церетели,
Кутаиси, Грузия, ggor@rambler.ru

Тунговое масло – одно из самых ценных натуральных технических масел, применяется в лакокрасочной промышленности. Цель работы – исследование процесса экстракции тунгового масла из семян с применением трихлорэтилена в качестве экстрагента.

Экстракцию проводили из тунговых семян трехступенчато при постоянной скорости перемешивании экстрагируемой массы ($0,2 \text{ с}^{-1}$).

Параметры оптимизации процесса экстракции тунгового масла: выход масла из тунговых семян и общие энергозатраты на переработку единицы массы тунгового жмыха.

Установлены основные факторы, влияющие на параметры оптимизации, их уровни и интервалы варьирования. Реализована матрица центрального композиционного ротатабельного планирования эксперимента и получены адекватные уравнения регрессии.

Решена компромиссная задача оптимизации технологического процесса экстракции. Получены оптимальные значения факторов, обеспечивающих максимальный выход масла из единицы сырья при фиксированных энергозатратах на переработку: трехступенчатая экстракция из измельченного жмыха трихлорэтиленом с 10-минутной продолжительностью каждой ступени, фазовое соотношение экстрагент : жмых, равно 3:1, температура $70 \pm 5^\circ\text{C}$, частота пульсация экстракционной массы с частотой

той $2-3 \text{ с}^{-1}$, амплитуда колебаний 2 мм. В этих условиях выход масла составляет до 95 % от исходного, энергозатраты на выработку 1 кг масла не превышают 3,0–3,5 кВт.ч.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С14.

ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАКЦИИ И РАЗДЕЛЕНИЯ РЯДА ФУЛЛЕРЕНОВ ИЗ СМЕСИ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОДУГОВОГО СИНТЕЗА

**В.И.Герасимов¹, Т.И. Игуменова²,
М.Ю. Матузенко³, О.В. Проскурина³**

¹ЗАО НПП «Углеродные технологии и материалы»

Санкт-Петербург, Россия, viger53@rambler.ru

²Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, igymti8@rambler.ru

³Государственный технологический институт (технический университет), Санкт-Петербург, Россия, viger53@rambler.ru

Для объективной оценки состава смеси углеродных наноматериалов необходим комплексный анализ различными методами. Особенности технологии экстракции предусматривают использование о-ксилола как оптимального растворителя, процесс идет с максимальной скоростью при 30–35°C. Экстрагирование смеси фуллеренов из продуктов электродугового синтеза с последующим хроматографическим разделением на фракции позволяет получать фуллерены C₆₀ и C₇₀ с чистотой до 99,9%.

После разделения смеси фуллеренов на индивидуальные чистые фуллерены C₆₀ и C₇₀ методом, основанным на различиях в их физико-химических свойствах, проводится идентификация фуллеренов. Комплексная методика исследования состава продуктов основана на сопоставлении спектров поглощения растворов фуллеренов (спектрофотометр Shimadzu UV-1700), соответствующих данных хроматографического анализа (Shimadzu LC-20AD), а также масс-спектров (MX-1320).

Предложенная методика, сочетающая различные способы, позволяет точно определить качественный и количественный

состав смеси углеродных наноматериалов на разных этапах исследования и расширяет области их практического применения, как в смеси, так и отдельными группами.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-C15.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ ЭКСТРАГЕНТА В СВЕКЛОСАХАРНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

В.А. Голыбин, Н.Г. Кульнева, В.А. Федорук

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, nkulneva@box.bsi.ru

На процесс экстрагирования сахарозы из свеклы значительное влияние оказывает качество экстрагента. Прогрессивным направлением в технологии подготовки воды для экстрагирования является электрообработка. Исследования по использованию электроактивации при подготовке экстрагента проводятся на кафедре технологии сахаристых веществ ВГТА (Патенты RU 2235132, 2260622, 2264470, 2314350). Для повышения эффективности процесса электроактивацию воды совмещали с химической активацией с использованием ряда химических агентов (ЭХА).

Получены математические модели процесса ЭХА воды с применением серной кислоты и сульфата алюминия в виде обобщенных уравнений регрессии, отражающих влияние параметров ЭХА на качество получаемых диффузионного и очищенного соков.

На основе расчетных данных построены кривые равных значений (номограммы) выходных параметров в зависимости от условий проведения ЭХА. С целью обеспечения высокой эффективности получения и очистки диффузионного сока рассчитаны оптимальные параметры процесса ЭХА воды с учетом большого количества откликов.

Подготовка воды предусматривающая ее обработку серной кислотой до рН 6,0-6,5 или добавление сульфата алюминия с массовой долей 0,0017 % и последующей электрообработкой, повышает чистоту диффузионного и очищенного соков на 1,3-

1,8 %, снижает содержание веществ коллоидной дисперсности на 78 % и цветность очищенного сока на 16 %. Расход извести на очистку сока сокращается на 20 %.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С16.

ВЛИЯЮЩИЕ ПАРАМЕТРЫ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ АНАЛИЗЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Н.С. Гришин, А.Н.Горшунова

Государственный технологический университет, Казань, Россия,
dmi_g@mail.ru

Изучение методик анализа и способов разделения и концентрирования микропримесей для жидких и твердых проб позволило выявить возможные влияющие параметры на процесс экстракции: объем экстракта, начальная концентрация примеси, отношения объема растворителя к массе пробы, виды растворителей, рН водной фазы, число оборотов, интенсивность рециркуляции растворителя или колебаний (вибрации) и геометрические характеристики конструкций аппаратов в контактной зоне.

Для экспериментального исследования применены разработанные нами автоматизированные устройства и аппараты для пробоподготовки систем жидкость – жидкость и твердая проба – растворитель. Используются наиболее широко применяемые методики анализа загрязнения объектов окружающей среды в системе экологического мониторинга, надзора, защиты растений. Для уменьшения объема исследований применены методы математического планирования экспериментов.

Получены уравнения регрессии, для расчета коэффициентов линейного уравнений исследования проводили с использованием дробных реплик – 1/16 реплики от ПФЭ 2⁷ с генерирующими соотношениями.

При обработке результатов исследований установлена значимость влияющих параметров, получен ряд математических моделей процессов в виде уравнений регрессии для конкретных методик анализа. Установление основных влияющих параметров на процессы экстракции и концентрирования позволило

унифицировать конструкции автоматизированных устройств для пробоподготовки.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-C17.

К ВОПРОСУ ОПТИМИЗАЦИИ КОНСТРУКЦИЙ ЦЕНТРОБЕЖНЫХ ЭКСТРАКТОРОВ

Н.С. Гришин, С.И. Поникаров, Д.Н. Гришин

Государственный технологический университет, Казань, Россия,
dmi_g@mail.ru

Изучены влияющие параметры на процесс жидкостной экстракции в центральных аппаратах дифференциально-контактного типа с вертикальной осью вращения. Исследованы опытные образцы наиболее эффективных насадок: волнообразная, иксообразная и коаксиальные цилиндры.

Основное внимание в докладе уделяется стабилизации влияющих параметров на гидродинамику и массопередачу в направлении радиуса ротора: пропускная способность, высота проходной щели в контактной зоне экстрактора, размер дисперсных капель, удерживающая способность, коэффициент массоотдачи и геометрические характеристики контактных элементов насадочных устройств.

По результатам исследования установлено, что высота проходной щели насадки влияет не только на пропускную способность, но и на эффективность массоотдачи. Это обусловило необходимость определения оптимального размера высоты проходной щели.

Исследования проводили с применением методов математического планирования экспериментов. Установлено, что зона оптимальности находится в пределах 1,5–2 мм. Затем исследования проводились на оптимальных размерах щели.

По результатам работы выданы рекомендации по совершенствованию насадочных устройств для центробежных экстракторов дифференциально-контактного типа. Это может увеличить производительность и повысить эффективность аппара-

тов. Появляется возможность значительно уменьшить вес и габариты экстрактора.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С18.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ НАТУРАЛЬНЫХ КРАСИТЕЛЕЙ

В.Б. Дистанов, В.Ф. Берданова, И.В. Лысова, Р.И. Берданов

Национальный технический университет «Харьковский
политехнический институт», Харьков, Украина,
Vitalius2002@ukr.net

Основные требования, предъявляемые к пищевым красителям, – нетоксичность и безвредность для человека. Цель исследования – разработка оптимальных условий экстракции натуральных красителей из доступного растительного сырья, применения их в производстве напитков и в технологии детских лекарственных форм.

Установлены условия экстракции натуральных красителей из растительного сырья, а также исследована возможность применения их в производстве безалкогольных напитков и детских лекарственных форм.

Объекты исследования – плоды черной смородины, черно-плодной рябины, бузины, а также цветы календулы, корнеплоды моркови и листья эвкалипта. Оптимизированы условия экстракции красного красителя из плодов, желтого – из цветов и корнеплодов, зеленого – из листьев.

Исследована светостойкость полученных красных красителей в зависимости от рН среды и при добавлении сахара. Красители имеют высокую светостойкость и отличные органолептические показатели (приятный вкус и аромат).

Водорастворимые красные красители рекомендуются для подкрашивания напитков и карамели, спирто- и жирорастворимые желтые и зеленые красители – для подкрашивания кремов и спиртосодержащих пищевых продуктов.

Для установления возможности применения полученных красителей в технологии детских лекарственных форм совместно с сотрудниками Национального фармацевтического университета исследовано влияние различных корригентов цвета на

стабильность лекарственных форм, разрабатываемых на основе парацетамола и ампициллина.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С19.

ПОЛУЧЕНИЕ ЭФИРНЫХ МАСЕЛ ЭКСТРАКЦИОННО-ГИДРОДИСТИЛЛЯЦИОННЫМ МЕТОДОМ

Д.В. Домрачев¹, А.В. Ткачев^{1,2}

¹Институт органической химии СО РАН,
Новосибирск, Россия, dmitry@nioch.ru

²Государственный университет, Новосибирск, Россия,
atkachev@nioch.nsc.ru

Гидродистилляция представляет собой один из наиболее распространенных методов получения эфирных масел, но имеет ряд существенных недостатков. Главные из них – значительные потери водорастворимых компонентов и трудности сбора эфирного масла при малом его содержании в исходном сырье. Устранить эти недостатки можно путем сопряжения гидродистилляции с экстракцией дистиллята.

С использованием сконструированных нами установок для пародистилляции и гидродистилляции с непрерывной параллельной экстракцией получены образцы эфирных масел хвойных растений (*Pinus silvestris*, *Pinus sibirica*, *Larix sibirica*, *Picea obovata*, *Juniperus sibirica*, *Juniperus sabina* и *Juniperus pseudosabina*) из свежесобранного сырья. Качественный и количественный состав приготовленных таким способом летучих веществ изучен методом хромато-масс-спектрометрии.

При сопоставлении полученных результатов с данными по составу масел, выделенных методом пародистилляции из тех же образцов, видно, что гидродистилляция–экстракция дает несколько иной состав эфирного масла: (1) масло содержит большее число компонентов; (2) общее содержание терпеновых углеводородов практически не меняется, однако кислородсодержащие соединения извлекаются более полно (содержание выше в 2–3 раза); (3) содержание монотерпеновых спиртов (линалоол, α -терпинеол, 4-терпинеол) в полученном масле в 10 и более раз больше, чем при пародистилляции. Полученные

результаты коррелируют с данными по растворимости соответствующих соединений в воде.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С20.

**ПУЛЬСАЦИОННЫЙ ЭКСТРАКТОР ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ
РАСТВОРИМЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ НАСЫПНЫХ СЛОЕВ ПЛОДОВ**

И.Б. Ефремов, Н.А. Николаев

Государственный технологический университет,
Казань, Россия, OPP- SRV@ rambler.ru

Пульсационные экстракторы имеют высокую производительность и, работая в условиях резонансных частот пульсаций, потребляют минимальное количество энергии.

В промышленных пульсационных аппаратах давление формируются по закону гармонических колебаний. Фильтрация растворителя осуществляется через слой пропитанных плодов, проницаемость которого меняется незначительно. Отмечено, что гидродинамика насыпных слоев плодов в экстракторах близка к гидродинамике грунтов. В этих условиях плоды при воздействии пульсирующего потока растворителя деформируются в пределах законов упругости. Деформации пористой структуры в периоды тактов сжатия способствуют увеличению выхода экстрагируемых веществ за счет эффекта “губки”. Восстановление формы плодов происходит благодаря упругим свойствам структуры клетчатки. Результаты исследований гидродинамики слоев плодов и реологических свойств плодового сырья позволили разработать конструкцию пульсационного аппарата и методы его расчета.

Устройство экстрактора поддерживает порозность слоя и деформацию клетчатки плодов при максимальной эффективности массопередачи и минимальном истирание плодов.

Поиск оптимальных технологических режимов работы пульсационного экстрактора проводили методом ортогонального планирования эксперимента. Внедрение экстрактора в производство ликероводочных изделий сокращает время

приготовления морсов с 28 до 7 суток и снижает потери сырья на 10 %.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-C21.

ЭКСТРАКЦИЯ ЛИПИДОВ ИЗ МЕМБРАН МИТОХОНДРИЙ ПРОРОСТКОВ ГОРОХА

**И.В. Жигачева, Т.А. Мишарина, М.Б. Теренина,
Н.Н. Крикунова, Е.Б. Бурлакова**

Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,
Москва, Россия, zhigacheva@mail.ru

В докладе обсуждается влияние недостаточного увлажнения на жирно-кислотный состав липидов мембран митохондрий проростков гороха.

Мембраны из 5-дневных эпикотилей проростков выделяли по методу [Leone A. Costa, S. Grillo, M. Tucci and all, 1996] в нашей модификации. Применяли среду гомогенизации, содержащую 0.4 М сахарозу, 5 мМ ЭДТА, 20 мМ KH_2PO_4 (рН 8.0), 10 мМ KCl , 2 мМ дитиоэритритола и 0.1% БСА (свободный от жирных кислот).

Одношаговое метилирование жирных кислот проводили по известному методу [Wang J., Sunwoo H., Cherian G., Sim I.S., 2000].

Газохроматографический анализ образцов гексановых растворов метиловых эфиров жирных кислот показал, что недостаточное увлажнение в 1,6 раза снижает соотношение ненасыщенных жирных кислот с 18 углеродными атомами к насыщенным. Еще большее уменьшение (в 3,3 раза) этого соотношения установлено для кислот с 20 углеродными атомами в мембранах митохондрий проростков гороха. Это явление сопровождается снижением скорости транспорта электронов на конечном участке дыхательной цепи.

На основании полученных данных сделано предположение о том, что изменения в энергетике митохондрий связаны с физико-химическим состоянием мембран этих органелл, поскольку обработка мелофеном предотвращает изменения в жирнокис-

лотном составе мембран проростков, произрастающих в условиях недостаточного увлажнения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С22.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ
ВЕЩЕСТВ ИЗ ВИНОГРАДНЫХ ВЫЖИМОК
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ
АКТИВИРОВАННОЙ ВОДЫ**

М.Н. Исламов, М.Т. Темербулатов, Б.И. Ихласова

Дагестанский государственный технический университет,
Махачкала, Россия, astrahvino@rambler.ru

Изучена возможность применения электрохимической активации и электрохимически активированных растворов для интенсификации процесса экстрагирования при утилизации виноградных выжимок, остающихся после переработки винограда на белое столовое вино, коньячные и шампанские виноматериалы на предприятиях Республики Дагестан.

Технология электрохимической активации основана на получении в специальных диафрагменных электрохимических реакторах метастабильных (активированных) растворов с аномальной физико-химической активностью. В качестве экстрагента нами изучен анолит, полученный в проточном электрохимическом реакторе типа «Изумруд».

Результаты экспериментальных исследований показали, что применение анолита в качестве экстрагента позволяет увеличить выход водорастворимых биологически активных веществ из виноградных выжимок по сравнению с контролем.

Учитывая, что способ экстрагирования из виноградных выжимок с использованием ЭХА-воды является экологически безопасным, исключается необходимость применения различных химических реагентов и повышенных температур (процесс протекает при 20–25 °С), в то время как известные методы утилизации предусматривают использование неорганических кислот и экстрагирование при 80–90 °С.

Предлагаемый способ экстрагирования БАВ из виноградных выжимок с использованием ЭХА-воды рекомендуется для разработки эффективной технологии утилизации отходов виноделия на перерабатывающих предприятиях.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С23.

ПОИСК ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИИ ПОЛЯРНОГО ЛЮМИНОФОРА В НЕПОЛЯРНЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТРИЦАХ

С.Г. Карицкая, В.А. Шаклеина

Уральский федеральный университет им. Б.Н.Ельцина,
Екатеринбург, Россия, sv.karitskaya@rambler.ru

Работа ряда современных оптических датчиков основана на чувствительности свечения люминофоров к различным физическим и химическим воздействиям.

Основными факторами, ограничивающими широкое практического применения люминофоров, являются трудности в подборе пары «матрица–носитель» и «люминофор», которая должна обеспечивать высокую стабильность, воспроизводимость результатов измерений и избирательность к химическим воздействиям.

Высокую чувствительность к концентрации кислорода обеспечивает неполярная матрица (благодаря большой кислородопроницаемости) с внедренными молекулами полярного люминофора, обладающего большим временем жизни возбужденного состояния и интенсивным свечением.

Для решения задачи нами применен метод, основанный на экстракции люминофора в виде ионных ассоциатов.

Экспериментально показано, что экстракция люминофора в неполярную среду аминами приводит к образованию истинных растворов при неизменности свойств матрицы и люминофора. Такой комплекс не похож на люминофор, находящийся в первичной мицелле карбоновой кислоты. Окружение молекулы люминофора молекулами амина редкое и к ней свободно может подходить какой-либо реагент, в частности, кислород. Это под-

тверждается данными спектрально-кинетических измерений люминесценции.

Полученные этим методом сенсоры характеризуются устойчивостью к кислороду в течение длительного времени (не менее 6 месяцев).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С24.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ КАРБОКСИЛАТОВ ЦИНКА ИЗ ОТХОДОВ МАСЛОЖИРОВОГО ПРОИЗВОДСТВА

О.В. Карманова, Л. В. Попова, Т.В. Тарасевич

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, karolga@mail.ru

Синтезирована технологическая добавка для резиновых смесей на основе отработанного диатомита стадии вымораживания в производстве рафинированного подсолнечного масла. Полученная добавка представляет собой продукт реакции отходов производства подсолнечного масла и цинковых белил. При синтезе в качестве возможного продукта реакции образуются цинковые соли жирных кислот, которые в рецептуре резиновых смесей являются активатором вулканизации.

Для экстрагирования карбоксилатов цинка нами разработан следующий способ. Навеску реакционной массы помещали в трехслойный патрон из обезжиренной фильтровальной бумаги и экстрагировали толуолом (скорость экстрагирования не менее 10–12 сифонирований в час).

Выбор экстрагента обусловлен растворимостью карбоксилатов цинка (стеарата, олеата) в горячем толуоле. Однако толуолом экстрагируются не только соли жирных кислот, но и растительные жиры и сопутствующие им вещества. Предложено после отгонки толуола и кристаллизации пробы отделять цинковые соли от подсолнечного масла с использованием спиртово-эфирной смеси растворителей, способной растворять жировую фракцию.

Образовавшийся на фильтре осадок после полного испарения растворителя анализировали ИК-спектрометрически. Установлено, что полученный продукт содержит около 30 мас. %

карбоксилатов цинка в пересчете на общую массу навески технологической добавки. Разработанный нами способ экстрагирования карбоксилатов цинка из отходов масложирового производства рекомендуется для идентификации продуктов синтеза при получении технологических добавок.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С25.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ ПРИРОДНЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

**Е.В. Карпенко, М.В. Пристай, Т.Я. Покинсьброда,
Е.Я. Пальчикова, Р.Г. Макитра**

Институт физико-органической химии и углехимии
им. Л.М. Литвиненко НАНУ, Львов, Украина,
biotehlviv@ukr.net

Поверхностно-активные вещества, синтезируемые микроорганизмами (биоПАВ), характеризуются высокой эффективностью и экологической безопасностью. Однако возникают вопросы выбора оптимального экстрагента для выделения биоПАВ и выяснения возможного химизма взаимодействия компонентов.

Нами изучена экстракция поверхностно-активных рамнолипидов и трегалозолипидов органическими растворителями. Для выяснения связи между физико-химическими характеристиками экстрагентов и их эффективностью обобщены экспериментальные результаты, полученные с применением принципа линейности свободных энергий (многопараметровые уравнения). Показано, что для клеточных трегалозолипидов эффективность экстрагента возрастает с увеличением его полярности и снижается с увеличением мольного объема. Поэтому оптимальными экстрагентами для трегалозолипидов должны быть высшие спирты и кетоны.

Для внеклеточных рамнолипидов определяющими свойствами экстрагентов являются основность и мольный объем. Можно прогнозировать, что эффективными экстрагентами для рамнолипидов будут высшие триалкиламины с высокой основностью (например, трибутиламин, хинолин).

Впервые показано, что исходя из принципа линейности свободных энергий, данные по растворимости микробных ПАВ (рамнолипидов, трегалозолипидов) можно количественно связать со свойствами растворителей. Такое обобщение позволяет выбрать оптимальный экстрагент для получения новых экологически безопасных поверхностно-активных веществ.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С26.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ L-ГОМОСЕРИНА ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

С.П. Качерская, Е.Г. Каранкевич, З.И. Куваева

Институт физико-органической химии НАН РБ,
Минск, Беларусь, lie@bas-net.by

Аминокислота гомосерин (L-Ном) – γ -окси- α -аминоасляная кислота относится к гидроксиаминокислотам. Экстракционное извлечение аминокислот – многофакторный процесс, на который оказывает значительное влияние структура молекул извлекаемых аминокислот.

В докладе обсуждаются данные об экстракции L-Ном с использованием сульфоекстрагента – динонилнафталинсульфокислоты и ее аммонийной формы (ND и NH_4D). Установлено, что максимальные коэффициенты межфазного распределения (D) L-Ном достигаются при $\text{pH}=2,0$ и применении в качестве экстрагента ND, растворенной в октане; при $\text{pH}=0,8$ – для октановых растворов NH_4D . Установлено, что в первом случае зависимость $D=f(\text{pH})$ проходит через максимум, в то время как для систем $\text{NH}_4\text{D}/\text{октан}$ указанная зависимость описывается ниспадающей кривой.

Обнаружено повышение эффективности межфазного распределения L-Ном при добавлении в фазу экстрагента высшего спирта при извлечении аминокислоты октановыми растворами NH_4D в области $\text{pH}=2,0$, где L-Ном существует в катионной и цвиттерионной формах приблизительно в равных долях.

При изучении ИК-спектров образующихся комплексов $\text{ND}^*\text{Ном}/\text{октан}$ наряду с полосой поглощения неионизирован-

ной карбонильной группы ($\lambda=1720 \text{ см}^{-1}$) обнаружена полоса поглощения $\lambda=1790 \text{ см}^{-1}$, характерная для сложноэфирной группировки γ -лактона. На основании полученных данных можно предположить, что высокая экстрагируемость гидрофильной аминокислоты L-Ном обусловлена гидрофобизацией аминокислоты за счет образования γ -лактона.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С27.

ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКОТИНА И ЕГО СТРУКТУРНЫХ АНАЛОГОВ В РАЗЛИЧНЫХ ВИДАХ ТАБАКА

Б.И. Кашкаров, С.Н. Яшкин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Предложены различные составы экстрагентов для наиболее полного извлечения никотина и его аналогов из растительного сырья и готовых табачных изделий. Изучали табачки различных сортов. Применяли метод непрерывной экстракции в аппарате Сокслета. Полученные экстракты упаривали на водяной бане и затем подвергали ГХ-МС-определению.

Показано, что наиболее полное извлечение никотина и его структурных аналогов происходит в системах с бинарными и тройными смесями органических растворителей.

Исследована адсорбция никотина на поверхности различных непористых углеродных адсорбентов, аналоги которых применяются в качестве компонентов фильтрующих композиций в сигаретах различных марок.

Экспериментально установлено, что углеродные адсорбенты характеризуются повышенным адсорбционным потенциалом к представителем изученной группы веществ, что значительно снижает концентрацию никотина в табачном дыме.

С применением термодесорбции с поверхности сажи на ГХ-МС идентифицированы никотин, норникотин и котинин, а также продукты их неполного окисления. Сопоставление экс-

периментальных данных по удерживанию на графитированной термической саже и рассчитанных молекулярно-статистическим методом констант адсорбционного равновесия позволило сделать выводы о молекулярной структуре никотина в газовой фазе.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С28.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЭКСТРАКЦИИ И ОСАЖДЕНИЯ ИНУЛИНАЗЫ ОРГАНИЧЕСКИМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ ИЗ ГОМОГЕНАТА КЛУБНЕЙ *HELIANTHUS TUBEROSUS*

Т.А. Ковалева, М.Г. Холявка, Е.А. Хрупина

Государственный университет, Воронеж, Россия,
tamara_kovaleva@inbox.ru

В связи с широким распространением инулиназы (КФ 3.2.1.7) среди высших растений и микроорганизмов и возможностью применения этого фермента для получения фруктозы из растительного сырья нами исследована инулиназа из клубней *Helianthus tuberosus*. Содержание белков определяли методом Лоури, каталитическую активность измеряли спектрофотометрически резорциновым методом.

Для оптимизации условий экстракции проведены эксперименты по выделению инулиназы из растительной биомассы при разных температурах в различных временных интервалах. Показано, что наиболее перспективны температура 37 °С и продолжительность экстракции 1 ч. В качестве экстрагирующих веществ применяли дистиллированную воду, ацетатный буферный раствор (рН 4,5 и 5,5), хлорид натрия (5 и 10 %-ные растворы) и раствор гидроксида натрия (0,1 моль/дм³). Оптимальный экстрагент – 10 %-ный раствор NaCl.

Изучено осаждение инулиназы ацетоном, этиловым и изопропиловым спиртами в соотношениях 1 объем растительного экстракта к 1, 2, 3 и 4 объемам органического растворителя. Установлено, что для осаждения инулиназы применимы ацетон и изопропиловый спирт в соотношениях 1 объем растительного экстракта на 3 или 4 объема растворителя.

Этиловый спирт менее перспективен для получения фракций инулиназы, так как максимальная активность энзима при экстракции этиловым спиртом в 5 и 5,25 раз ниже, чем при экстракции изопропиловым спиртом и ацетоном соответственно.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С29.

ОСОБЕННОСТИ СОВМЕСТНОГО ЭКСТРАГИРОВАНИЯ КАРОТИНОИДНЫХ И АНТОЦИАНОВЫХ ПИГМЕНТОВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

Е.В. Комарова, П.Н. Саввин, Е.С. Шичкина

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, ps-vgta@mail.ru

В качестве исходного антоциансодержащего сырья использовали корнеплоды посевной моркови и ягоды черной смородины. Для гидрофилизации каротиноидных пигментов проводили термофилизацию измельченного сырья по 2 ч при 40, 60 и 80 °С.

Сырье высушивали при 55 – 60 °С и измельчали до получения однородной сыпучей массы. Совместное экстрагирование пигментов из антоцианового и каротиноидного сырья в соотношении 1:3 проводили этиловым спиртом (96 % об.) при гидромодуле 1:5 в течение 45 и 60 мин, и температуре 55 – 60 °С, кратность экстрагирования от 1 до 3.

Особенности экстрагирования пигментов исследовали методами компьютерной цветометрии и спектрофотометрии с одновременным изучением антиоксидантной активности смесового колоранта. Анализ спектральных характеристик каротиноидно-антоциановых красителей показал, что каротиноидные пигменты наиболее полно извлекаются из сырья при трехкратном экстрагировании, антоциановые пигменты – практически полностью при двухкратном.

Установлено, что антиоксидантная активность первичных и вторичных экстрактов пигментов уменьшается с 58,1 до 26,4 мг/дм³ (стандарт – кверцетин) за счет уменьшения концентрации антоцианов.

Результаты спектрофотометрического анализа коррелируют с данными цветометрии, о чем свидетельствуют изменения цветовых характеристик R, G, B.

Полученные красители рекомендуются для окраски не только гидрофобных, но и гидрофильных продуктов питания.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»
7-С30.

**НОВЫЙ СПОСОБ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ
И ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩЕЙ ОЧИСТКИ ЭКСТРАГЕНТА
ОТ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

**Ю.В. Красовицкий, А.В. Логинов, М.Н. Федорова,
И.А. Чугунова**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, uvk-vgta@yandex.ru

Очистка экстрагента от механических примесей необходима при технологическом сочетании экстракции и ректификации, т.к. расход тепла на ректификацию резко уменьшается с повышением концентрации исходного вещества в разделяемой смеси.

Актуальность очистки экстрагента (бензол) от механических примесей возрастает при использовании насадочных, тарельчатых, роторно-дисковых и центробежных экстракторов, конструктивные модификации которых особенно чувствительны к механическим загрязнениям.

Для решения задачи на кафедре процессов и аппаратов химических и пищевых производств ВГТА разработан саморегенерирующийся фильтр-циклон непрерывного действия (патент РФ № 2361649), циклонный элемент устройства выполняет функции гидроциклона.

Предлагаемый для непрерывной очистки экстрагента от механических примесей аппарат включает цилиндрический корпус с коническим днищем, тангенциально расположенным входом загрязненного экстрагента и штуцером для вывода частично очищенного. В аппарате имеются также вращающийся фильтровальный элемент из пористого метал-

ла для тонкой очистки экстрагента и дополнительные фильтровальные элементы.

Степень очистки бензола от механических примесей достигает 99,97 %, что способствует высокой эффективности процесса экстракции.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С31.

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМ ПРОЦЕССОМ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ САХАРОЗЫ

Н.Г. Кульнева, И.А. Авцинов

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, nkulneva@box.bsi.ru

Экстрагирование сахарозы является одним из основных процессов свеклосахарного производства, он определяет полностью извлечения целевого компонента из сырья и расход реагентов на очистку раствора от сопутствующих веществ (несахаров), бесперебойность работы предприятия.

Автоматизация системы управления технологическим процессом экстрагирования позволяет:

- улучшить качество регулирования основных технологических параметров и уменьшить отклонения от норм технологического режима;
- реализовать современные принципы управления с заменой морально и физически устаревших средств автоматизации;
- обеспечить оперативный анализ аварийных и спорных ситуаций и своевременное принятие решений по стабилизации параметров.

Проведена модернизация системы автоматизированного управления станцией получения диффузионного сока. Система состоит из информационной, управляющей и диагностической подсистем и включает 2 уровня управления: нижний (контроль и управление замкнутым контуром основных процессов получения диффузионного сока) и верхний (расчет оптимальных параметров процесса и технико-экономических показателей).

Модернизация системы контроля и управления процессом экстрагирования сахарозы повышает качество поддержания основных технологических параметров за счет реализации современных принципов контроля и алгоритмов автоматического управления. Это обеспечивает ритмичность и высокую эффективность работы при переменных нагрузках.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С32.

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ В АНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ
ПРОИЗВОДСТВА ПОЛИЭТИЛЕНА НИЗКОГО ДАВЛЕНИЯ
В ОАО «КАЗАНЬОРГСИНТЕЗ»**

С.В.Лапшина, Е.Е. Бобрешова, Г.С.Ананьева

ОАО «Казаньоргсинтез», Казань, Россия,

ananeva@kos.ru

Качество процессов и продукции являются определяющими факторами для достижения ОАО «Казаньоргсинтез» уровня ведущих мировых нефтехимических компаний.

В аналитическом контроле технологических потоков производства полиэтилена низкого давления широкое применение находит экстракция. В докладе отмечаются преимущества метода жидкостной экстракции – высокая избирательность, легковыполнимые операции, универсальность. Этот метод широко используется для селективного извлечения органических примесей, устранения мешающего влияния матрицы и вредных примесей, а также для разделения компонентов с близкими физико-химическими свойствами.

Экстракция успешно сочетается с другими физико-химическими методами исследования и используется в ОАО «Казаньоргсинтез» для решения следующих задач:

- сочетание жидкостной экстракции с гравиметрией – для определения низкомолекулярных фракции в выпускаемых композициях полиэтилена;
- экстракция с последующим фотометрическим детектированием экстрактов – для анализа альфа-олефинов (на-

пример, бутена-1, гексена-1) на содержание карбонильных примесей;

- атомно-абсорбционная спектроскопия с предварительной экстракцией – высокоэффективный и селективный способ контроля катализаторного комплекса производства полиэтилена (определение титана и алюминия).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С33.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОГО СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛА
В КОМПРЕССОРНОМ МАСЛЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ЭКСТРАКЦИИ И ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

В.В.Лексин, М.Р.Назипов, Л.Ф.Сиразиева

ОАО «Казаньоргсинтез», Казань, Россия,

Marat_Nazipov@kos.ru

Одним из важных вопросов при эксплуатации компрессоров является обеспечение герметичности технологического оборудования, отсутствие любых утечек фенола и его производных. Актуальная задача состоит в оперативного контроле содержания фенола в применяемых компрессорных маслах.

В докладе представлен новый способ определения фенола в компрессорном масле.

Существующий способ с применением метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) заключается в прямом вводе анализируемого компрессорного масла в хроматограф. Наряду с преимуществом этого метода (экспрессность), он имеет и существенный недостаток – короткий срок жизни аналитической колонки.

Для решения поставленной нами задачи применена жидкостная экстракция. Фенол экстрагировали ацетонитрилом из отобранной пробы компрессорного масла, разделяли масло и ацетонитрил, элюировали экстракт через аналитическую колонку, оптическую плотность экстракта измеряли на спектрофотометре в УФ-области спектра при 277 нм.

Разработанный нами способ обеспечивает высокое значение коэффициента экстракция фенола (более 0.9).

Результаты работ оформлены в виде методики количественного определения фенола в компрессорном масле методами экстракции и ВЭЖХ в диапазоне концентраций (0.0001÷0.0200) мас. %. Относительная погрешность не превышает 18 %, продолжительность анализа 40 мин.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С34.

ИЗУЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ОТХОДОВ НЕФТЕГАЗОВОГО КОМПЛЕКСА МЕТОДОМ НЕПРЕРЫВНОЙ ЭКСТРАКЦИИ

Т.А. Литвинова А.Е. Юдина, В.П. Полухина, Т.П. Косулина

Кубанский государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, soleado_STA@mail.ru

Изучены некоторые отходы нефтегазового комплекса как источники загрязнения окружающей среды и дано научное обоснование степени их опасности для выбора способа обезвреживания. Для оценки токсических характеристик компонентов отходов и определения их пригодности в качестве вторичных материальных ресурсов изучен химический состав, структура и свойства отходов на примере отработанных силикагелей и катализаторов.

Извлечение загрязняющих отходы вредных веществ проведено методом непрерывной экстракции в аппарате Сокслета с использованием различных растворителей (ацетон, хлористый метилен, четыреххлористый углерод и др.). Время контакта паров растворителя с конденсатом от 4 до 6 ч.

Установлено присутствие в отработанном силикагеле, образующемся при осушке природного газа, до 3,6 % сложной смеси органических веществ, при этом наибольшая эффективность экстракции достигнута с применением хлороформа.

Загрязнения на отработанном катализаторе при облагораживании углеводородных топлив, растворяющиеся в органиче-

ских растворителях, составляют около 1,5 % при последовательной экстракции ацетоном и хлористым метиленом.

Экстракты из отходов и их водных вытяжек изучали методами тонкослойной и колоночной хроматографии, а также хромато-масс-спектрометрии. Установлено наличие предельных, непредельных, ароматических углеводов, в том числе замещенные фенантрена, производных спиртов, сложных эфиров и других веществ. Выявлена миграция более полярных загрязняющих веществ в воду.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С35.

**ЭКСТРАГИРОВАНИЕ АНТОЦИАНОВЫХ ПИГМЕНТОВ
ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

**Т.С. Лозовская, В.М. Болотов, Е.С. Стажарова,
Н.Н. Титова**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, t-lozovskaya@yandex.ru

Для получения красного натурального красителя традиционно применяют термическое экстрагирование. Однако, учитывая чувствительность природных биологически активных веществ к длительному нагреванию и экономические факторы, актуальными являются способы с внедрением ультразвуковых технологий. Интенсификация процессов экстрагирования биологически активных веществ – актуальная задача для пищевой и фармацевтической промышленности.

Сопоставлена эффективность термического (65–70 °С, 90 мин) и ультразвукового (65 Вт, 50 °С, 16 мин) воздействий на извлечение антоцианов. К измельченному сырью с массой 1 г добавляли 15 см³ экстрагента. Для экстрагирования применяли подкисленные (1 % HCl) растворители: вода; вода : этанол и вода : глицерин ($m_{\text{вода}}=m_{\text{спирт}}$). Анализ экстрактов осуществляли на анализаторе антиоксидантной активности «ЦВЕТ ЯУЗА-01-АА» и спектрофотометре Shimadzu UV mini-1240.

При ультразвуковом экстрагировании максимальное извлечение пигментов достигается в системах с водно-

спиртовыми растворителями. Антиоксидантная активность экстрактов увеличивается более, чем в 2 раза.

При хранении образцов на свету при 18–25 °С повышенной стабильностью отличается антоциановый краситель, извлеченный водно-глицериновым экстрагентом при воздействии ультразвука.

Антоциансодержащий краситель, полученный при ультразвуковом экстрагировании, характеризуется высоким содержанием пигментов, повышенной антиоксидантной активностью и стабильностью цвета при хранении.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С36.

**ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ САХАРОЗЫ
ИЗ СВЕКЛОВИЧНОЙ СТРУЖКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ**

В.А. Лосева, А.А. Ефремов, Д.В. Прасолов, К.В. Голова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, aefremov@pochta.ru

Одним из эффективных направлений интенсификации процесса экстрагирования сахарозы из свекловичной стружки является разработка новой технологии подготовки экстрагента. В этом отношении хорошо зарекомендовал себя метод электрохимической активации (ЭХА), который позволяет не только провести процесс в максимально стерильных условиях, но и открывает для осуществления направленного экстрагирования сахарозы с минимальным переходом несахаров в сок.

Повышение чистоты диффузионного сока, полученного с применением ЭХА экстрагента, обусловлено его воздействием на мембрану свекловичной клетки, при этом повышается ее проницаемость для сахарозы и снижается для несахаров.

Предложен способ [пат. РФ 2283869] применения ЭХА растворов солей кальция в качестве экстрагента для извлечения сахарозы из свекловичной стружки в диффузионном аппарате. ЭХА раствор (аналит), применяемый в предложенном способе как экстрагент, обладает высокой экстрагирующей способно-

стью в отношении сахарозы. Кальций в его составе образует с протопектином свекловичных клеток нерастворимые соединения, препятствуя переходу в диффузионный сок компонентов клеточных стенок, снижающих его чистоту. Аналит действует на мембрану свекловичной клетки, повышая ее проницаемость для сахарозы и снижая – для несахаров. Чистота диффузионного сока повышается на 0,5–1,5 % по сравнению с известным способом. При дальнейшей его очистке получают сок с чистотой на 1,2–1,5 ед. выше, чем при использовании традиционных экстрагентов, что обеспечивает дополнительный выход сахара.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С37.

СОДЕРЖАНИЕ И АКТИВНОСТЬ АНТИОКСИДАНТОВ В ЭКСТРАКТАХ СМЕСЕЙ ЧАЯ

В.М. Мисин, Н.Н.Сажина

Институт биохимической физики им Н.М.Эмануэля РАН,
Москва, Россия, misin@sky.chph.ras.ru

Измерено суммарное содержание и антиоксидантная активность (АО) в водных экстрактах некоторых видов чая и растительных добавок и в экстрактах их смесей. Применяли амперометрический и вольтамперометрический методы анализа. Сущность первого заключается в измерении электрического тока, возникающего при окислении исследуемого АО фенольного типа (или смеси АО) на поверхности рабочего электрода при определенном потенциале. Полученный сигнал сравнивали с сигналом индивидуального антиоксиданта – галловой кислоты с известной концентрацией. Во втором методе в качестве модельной реакции используется процесс электровосстановления кислорода на ртутно-пленочном электроде, критерий антиоксидантной активности – кинетический критерий К, отражающий количество кислорода и активных кислородных радикалов, прореагировавших с АО за 1 мин.

Объекты исследования – водные экстракты трех видов чая, мяты и высушенных лимонных корок, а также 10 экстрактов

смесей этих растений. Наибольшее содержание АО в экстракте зеленого чая, наименьшее – в экстракте лимонных корок. Кинетический критерий максимален для экстрактов зеленого чая и мяты. Содержание фенольных АО в экстрактах смесей исследуемых объектов снижается по сравнению с аддитивным вкладом компонентов смеси (антагонизм). Для АО к кислороду и его радикалам в экстрактах смесей отклонения измеренных значений К от вычисленных по аддитивности значений достаточно большие и наблюдаются как в сторону уменьшения, так и увеличения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С38.

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ВАРИАНТОВ ЭКСТРАКЦИИ
АНТИБИОТИКОВ ИЗ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ**

Е.А. Мурашко¹, А.А. Карцова¹, А.А. Сидорова²

¹Государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
murashko_e@mail.ru

² Государственный политехнический университет,
ЦКП «Аналитическая спектрометрия»,
Санкт-Петербург, Россия, csu@delfa.net

Антибиотики широко применяются в химиотерапии онкологических заболеваний. Актуальная задача состоит в определении антибиотиков в различных биологических объектах. Основной и наиболее сложной стадией является пробоподготовка. В зависимости от объекта исследования (образцы ткани, плазма крови) пробоподготовка включает стадии гомогенизации, осаждения белков, фильтрации с последующей селективной твердофазной (ТФЭ) либо жидкостно-жидкостной экстракцией лекарственных соединений.

Для определения противоопухолевых антибиотиков в тканях мочевого пузыря (митомицин С) и предстательной железы (винбластин) образцы гомогенизировали в ацетонитриле, центрифугировали, надосадочную жидкость выпаривали, сухой остаток растворяли в воде. Митомицин С в полученной водной пробе определяли методом ОФ ВЭЖХ, для винбластина необ-

ходима стадия ТФЭ на патроне Supelco DSC-18. Для оксibuтинина использовали жидкостно-жидкостную экстракцию гексаном из гомогената ткани мочевого пузыря с последующей ре-экстракцией 0,1М раствором HCl. При определении антибиотиков в плазме крови первая стадия – осаждение белков, далее – как описано выше.

Препарат	Степень экстракции, % (n=5)	
	плазма крови	образец ткани
Митомицин С	94±2	93±4
Винбластин	90±3	90±5
Оксibuтинин	81±6	70±5

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С39.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ И ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ КОНСТАНТ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТИОФЕНА И ЕГО ПРОИЗВОДНЫХ В СИСТЕМЕ *n*-ОКТАНОЛ–ВОДА

Б.А. Мурашов, С.Н. Яшкин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Для различных функциональных производных тиофена установлены константы распределения (Р) в системе *n*-октанол–вода. Эта система является модельной для оценки липофильно-гидрофильных свойств химических соединений и широко применяется при построении различных теоретических моделей QSAR.

На основании экспериментальных данных рассчитаны вклады различных структурных фрагментов в величину lgP тиофена и его производных, позволившие прогнозировать соответствующие величины lgP для невключенных в экспериментальную выборку представителей данной группы соединений.

Межфазное распределение веществ исследовали в изотермических условиях при постоянном перемешивании органической и водной фаз. В серии экспериментов температура изменялась в интервале от 25 до 50 °С. После установления

термодинамического равновесия (постоянство концентраций вещества в органической фазе во времени) органический слой хроматографировали. Предварительно определяли мольные поправочные коэффициенты чувствительности производных тиофена для ПИД.

Зависимость IgP от температуры для различных соединений имеет не одинаковый характер, что определяется спецификой межмолекулярных взаимодействий в растворе.

Для расчета теоретических величин IgP применяли различные методы (например, Suzuki и Kudo; Klopman и Wang; Hansch и Leo и другие).

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С40.

**ЭКСТРАКЦИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ КОМПОНЕНТОВ
ИЗ МАЛООБВОДНЕННОЙ НЕФТИ**

**А.Р. Мухаматдинова, А.Т. Магасумова, И.Р. Галинуров,
А.М. Сафаров**

ГУ Управление государственного аналитического контроля
Министерства природопользования и экологии РБ,
Уфа, Россия, guugak@mail.ru

В докладе обсуждается оценка потенциальной опасности загрязнения окружающей среды солями при проливе малообводненной нефти. Вода в такой нефти присутствует в видестойкой эмульсии, нераслаивающейся длительное время. Для определения минеральных компонентов в водно-эмульсионной части нефти соли экстрагировали дистиллированной водой. Воду (рН ~ 7) добавляли к нефти в соотношении 1 : 5 и встряхивали. Через 1, 2, 4, 6, 9 и 10 ч. экстракции смесь отстаивалась. Получали двухслойную систему: верхний слой – вязкое пастообразное вещество темного цвета, нижняя фаза – водная.

Полноту вымывания солей проверяли по стабилизации показателя жесткости. Установлено, что после непрерывной экстракции в течение 9 ч и отстаивания (14 ч) солевой состав водной фазы стабилизировался. В ней определяли содержание анионов и катионов (кальция, магния, калия, натрия, сульфатов, хлоридов, гидрокарбонатов), жесткость воды и рН. Анализ водного экс-

тракта из образцов нефти, отобранных в месторождениях Оренбургской области, на содержание минеральных компонентов, характерных для пластовых вод, показал, что в малообводненной нефти, представляющей собой стойкую эмульсию “вода в нефти”, содержание хлоридов варьирует в диапазоне 300–1240 мг/дм³, натрия 320–600 мг/дм³, кальция 41–66 мг/дм³, магния 20–47 мг/дм³, сульфаты и гидрокарбонаты обнаружены на уровне 14 и 24 мг/дм³ соответственно.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что при разливах малообводненной нефти имеется потенциальная опасность солевого загрязнения имеет место.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-C41.

SALTING-OUT EXTRACTION OF PARACETAMOL FROM AQUEOUS SOLUTIONS

**Nikolic Goran, Aleksandar Veselinovic, Jelena Zivkovic,
Ruzica Nikolic**

Faculty of Medicine, Department of Chemistry,
University of Nis, Serbia,
goranhem@yahoo.com

Paracetamol is one of the most important analgesic and antipyretic agents but there are no much data in the literature concerning its extraction from aqueous solutions.

In this paper we present the results on the extraction of paracetamol with diethyl ether from aqueous solutions containing inorganic salts (NH₄Cl, NaCl and KCl).

All the salts investigated in this study increased the distribution ratio of paracetamol between organic and aqueous phase.

Salting-out constants were determined for all three salts and their values increased in the same order as for

other simple phenolic compounds (phenol, cresols and dihydroxybenzenes).

The results obtained in this study may be used for the optimization of paracetamol extraction in analytical applications as well as for the better understanding of paracetamol partitioning behavior.

Key words: paracetamol, extraction, diethyl ether, salting-out, optimization.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»
7-C42.

**ТЕХНОЛОГИЯ СОЛЬВЕНТНОЙ ОЧИСТКИ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БАЗОВЫХ
МАСЕЛ И ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТЫХ МАСЕЛ-МЯГЧИТЕЛЕЙ
КАУЧУКА И РЕЗИНЫ**

**А.А. Осинцев¹, К.Г. Зиганшин¹, А.В. Мыльцын²,
С.П. Янбаев³, Х. Мушреф⁴, Г.К. Зиганшин^{1,5}**

¹ООО “ИМПА Инжиниринг”, Уфа, Россия, info@impa-ufa.ru

²ЗАО “РНПК”, Рязань, Россия, avmyltsyn@tnk-bp.com

³ОАО “АНХК”, Ангарск, Россия, yanbaevsp@anhk.rosneft.ru

⁴North Refineries Co., Salhaldian Biji, Iraq, impa-arab@mail.ru

⁵Государственный нефтяной технический университет,
Уфа, Россия, ziganshinrg@mail.ru

В отечественной промышленности в качестве масел-мягчителей каучука и резины используются экстракты установок селективной очистки нефтяного масляного сырья, содержащие канцерогенные вещества – более 6 – 14 мас. % полициклических ароматических углеводородов (РСА с тремя и более кольцами, в том числе бензапирены). Эти масла-мягчители типа ПН-6 не соответствуют современным Европейским требованиям, согласно которым они должны содержать не более 2,9 мас. % РСА, определяемых по методике IP 346.

ИМПА Инжиниринг разработало конкурентноспособную технологию получения экологически безопасных масел-

мягчителей, ориентированную на организацию рентабельного крупнотоннажного производства масел-мягчителей типа TDAE и TRAE для производства бутадиен-стирольных каучуков растворной и эмульсионной полимеризации экспортного качества.

Проведены исследования и лабораторное моделирование процесса на реальных смесях, получены масла-мягчители с содержанием PCA по IP 346 не более 2,9 мас. % и суммы 10 бензапиренов не более 10 ppm. Нарботаны опытные партии продуктов и проведены их испытания в Воронежсинтезкаучук. Полученные масла-мягчители удовлетворяют предъявляемым к ним требованиям.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С43.

**КАВИТАЦИОННАЯ ОБРАБОТКА ЗЕРНА
ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА**

**Л.Я. Паляныця, Р.Б. Косив, Н.И. Березовская,
О.В. Швабюк, О.С. Гродзицкая**
Национальный университет " Львовська политехника",
Львов, Украина, palianytsia@polynet.lviv.ua,
r.kosiv@online.ua

Производство этилового спирта основано на применении ценного растительного сырья. Актуальной остается задача рационального использования всех компонентов зерна при его низкотемпературной гидроферментативной обработке для обеспечения ресурсо- и энергосбережения.

В докладе обсуждается способ повышения эффективности переработки зернового сырья за счет применения кавитации на стадии дробления зерна.

Исследования показали, что кавитация способствует получению однородного высокодисперсного помола пшеницы с проходом частиц 100 % через сито диаметром 1 мм из исходного помола, в котором проход частиц составляет 40 %. Замесы, приготовленные на основе такого помола зерна, лучше поддаются гидроферментативной обработке.

Установлено, что кавитационное действие на зерновой помол ускоряет процесс экстрагирования ценных веществ и способствует более полному извлечению других (некрахмальных) компонентов из исходного сырья. При этом отмечается снижение вязкости среды.

Таким образом, применение кавитации увеличивает дисперсность и однородность помола, создает благоприятные условия для действия ферментов, улучшает условия экстрагирования ценных компонентов, снижает вязкость среды и, соответственно, уменьшает потери сбразживаемых сахаров, повышает выход этилового спирта.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С44.

**ПРИМЕНЕНИЕ АНТИБИОТИЧЕСКОГО ЭКСТРАКТА
ДЛЯ ПРЕДОТВРАЩЕНИЯ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКОЙ ПОРЧИ
ХЛЕБА ИЗ ПШЕНИЧНОЙ МУКИ**

Л.П. Пащенко, Я.П. Коломникова

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, yana164@comch.ru

Поиск новых натуральных ингредиентов растительного происхождения, обладающих антибиотической активностью и способных предотвратить микробиологическую порчу хлеба из пшеничной муки при улучшении и сохранении его качества, является актуальным. Таким действием обладает трава зверобоя благодаря высокому содержанию дубильных веществ, фитонцидов, флавоноидов, эфирных масел и антиоксидантов.

Для лучшего проявления действия активных компонентов травы зверобоя их экстрагировали в водно-медовый раствор (концентрация меда 14 мас. %). Одновременно экстракт сбразживали бактериями *Streptococcus lactis* и *Streptococcus cremoris* при температуре, способствующей сохранению нативных свойств ценных компонентов травы зверобоя и меда.

С применением центрального композиционного ротатабельного планирования определены оптимальные параметры экстраги-

рования дубильных веществ, по массовой доле которых оценивали эффективность экстракции: соотношение объемов измельченной травы зверобоя и водно-медового раствора 1:20; продолжительность экстрагирования и сбраживания 7 суток при температуре 32 °С.

Установлено ингибирующее влияние сброженного водно-медового экстракта травы зверобоя на спорообразующие бактерии *Bacillus subtilis* и *Bacillus mesentericus*. Обсемененность изделей споровыми бактериями при дозировке экстракта 6,0 % к массе муки в тесте снижается более, чем в 100 раз. Хранение хлеба в различных условиях показало, что добавление выбранной дозировки экстракта травы зверобоя предотвращает развитие картофельной болезни и плесневение пшеничного хлеба в течение 120 ч даже в провоцирующих условиях.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С45.

ВЛИЯНИЕ ТРЕХАТОМНОГО СПИРТА НА ЭКСТРАГИРОВАНИЕ АНТОЦИАНОВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

И.В. Переверткина, А.Д. Волков

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, koh@vgta.vrn.ru

Экстракты антоцианов из растительного сырья применяют в пищевой промышленности как натуральные красители для окрашивания продуктов питания. Экстрагирование антоцианов обычно проводят подкисленными водными и водно-спиртовыми растворами.

Нами изучена экстрагирующая способность воды и этилового спирта в сравнении с водно-глицериновым растворителем. Выбор трехатомного спирта (глицерин) обусловлен его высокой сольватирующей способностью в отношении к полифенольным соединениям вследствие образования комплексов за счет водородных связей.

Антоцианы экстрагировали из выжимок высушенных ягод черноплодной рябины тремя растворителями: 1) водным раствором HCl с массовой долей 1 %; 2) этиловым спиртом; 3) вод-

но-глицериновой смесью (50:50), содержащей НСІ с массовой долей 1 %. К измельченному сырью добавляли экстрагент из расчета 10 см³ растворителя на 1 г сырья при 70 °С в течение 1 ч. Концентрацию красителя определяли фотометрическим методом.

Водный и спиртовой экстракты имели близкие значения концентрации красящих веществ (0,9 и 1,0 г/дм³); содержание красителя в водно-глицериновом экстракте в 2 раза больше (2,1 г/ дм³). Это можно объяснить тем, что в темных сортах ягод преобладают антоцианы, молекулы которых содержат фенольные гидроксилы у соседних атомов углерода (α -гликоли). В результате с глицерином образуются хелатные комплексы за счет водородных связей. Вода и этиловый спирт возможности образовывать такие сольваты не имеют.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С46.

**ЭКСТРАКЦИЯ СЫВОРОТОЧНЫХ БЕЛКОВ
ИЗ ВТОРИЧНОГО МОЛОЧНОГО СЫРЬЯ**

**М.Г. Поздеева, В.М. Седелкин, Т.О. Рябухова,
Н.А. Окишева, О.В. Бондарь**

Технологический институт – филиал Саратовского
государственного технического университета,
Энгельс, Россия, pozdeevamg@mail.ru

Процессы мембранного разделения за последнюю четверть века открыли серьезные перспективы для решения многих экономических, технических и экологических проблем, а также задач, связанных со здоровьем человека.

В настоящее время актуален вопрос промышленной переработки вторичного молочного сырья (ВМС). Более широкое и эффективное использование мембранных методов разделения ВМС сдерживается недостаточным количеством работок полимерных мембран, а также невысокой производительностью и значительной стоимостью ультрафильтрационных модулей.

Увеличение удельной разделяющей поверхности в единице рабочего объема аппарата возможно путем использования в

качестве мембран полых волокон с полупроницаемыми стенками. Нами впервые для разделения ВМС методом ультрафильтрации применено полиамидное полое волокно марки ВПУ-15-ПА.

Исследованы эксплуатационные, прочностные и структурные характеристики мембран. Изучен механизм адсорбции, показано, что процесс ультрафильтрации сопровождается адсорбцией аминокислот и белков из вторичного молочного сырья полиамидными мембранами.

Полиамидная полая мембрана отвечает всем необходимым требованиям, предъявляемым к мембранам данного функционального назначения и может быть рекомендована к промышленному использованию.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С47.

ЭКСТРАКЦИЯ УГЛЕВОДОРОДОВ НЕФТИ ИЗ НЕФТЕШЛАМОВ В НИЗКОЧАСТОТНОМ УЛЬТРАЗВУКОВОМ ПОЛЕ

Е.А. Прутенская, Е.В. Селиванова, Э.М. Сульман

Государственный технический университет, Тверь, Россия,
prutenskaya@mail.ru

Физико-химические методы широко применяются при разработке нефтешламов с целью получения нефтепродуктов. При воздействии физических полей на пористые среды одновременно протекают многие процессы. При наложении поля механических напряжений загрязненный грунт интенсивно перемешивается и происходит очистка частиц грунта от поверхностных загрязнений.

Начиная с критического значения звукового давления акустических волн, в жидкости возникает кавитация. Наибольшего эффекта в процессах ультразвуковой очистки можно достичь при сочетании кавитационного воздействия с химическим.

Экстракция целевых компонентов из нефтешламов – многостадийный процесс. Основные стадии этого процесса: проникновение экстрагента в нефтешлам, содержащий целевой

продукт, растворение целевого компонента в экстрагенте или его взаимодействие с экстрагентом, смешивание извлеченных из нефтешлама веществ с экстрагентом.

В этой связи возникает задача рационального выбора экстрагента, который избирательно растворяет соответствующие загрязнения нефтешламов и характеризуется физико-химическими параметрами, обуславливающими достижение наибольшей интенсивности ударных волн.

Цель исследования – разработка способа акустического воздействия на многофазный продукт, при котором происходит безвозвратное изменение молекулярного состава и очистка нефтешлама от углеводородов нефти.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С48.

ЭКСТРАКЦИЯ АНТИОКСИДАНТОВ ИЗ ФИТОЧАЯ

Н.С. Родионова, С.Н. Остробородова

Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия,
ostroborodova@mail.ru

Чай способствует поддержанию нормальной физиологической деятельности важных систем организма человека – сердечно-сосудистой, пищеварительной, иммунной, антиоксидантной. Именно антиоксидантная система регулирует в организме концентрацию активных свободных радикалов, в том числе образующихся в избыточном количестве при воздействии на организм таких факторов, как стрессы, радиация, курение, некачественные продукты питания.

Экстрагируемость обусловлена рядом факторов, в том числе рН среды. Количество экстрагированного вещества зависит от его диссоциации в водной фазе. Это связано с тем, что недиссоциированные молекулы вещества и его ионы неодинаково экстрагируются органическими растворителями из водных растворов.

При экстракции недиссоциированные молекулы переходят в органическую фазу, ионы, хорошо гидратированные моле-

кулами воды, остаются в водной фазе. Поэтому сильные электролиты, хорошо диссоциирующие в воде на ионы, не экстрагируются органическими растворителями.

Проведены исследования по определению антиоксидантной активности фиточая «Благовест», который является дополнительным источником эфирных масел, флавоноидов, витаминов В1, В2, К, Р, Е, аскорбиновой кислоты, органических кислот. Эти компоненты употребляются в составе свежеприготовленных напитков по специальной методике в зависимости от рН среды.

Антиоксидантную активность измеряли при рН 5,0; 4,6; 4,2; 4,0 и 3,8. Установлено, что с уменьшением рН содержание экстрагируемых веществ увеличивается и достигает максимального значения (187 мг/дм³) при рН 4,0.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С49.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛСОДЕРЖАЩИХ ПРИСАДОК В НЕФТЕПРОДУКТАХ

А.Н. Рокун, Е. В. Лазарева

Национальный университет, Донецк, Украина, rokun@mail.ru

Установлены оптимальные условия экстракционного извлечения металлорганических соединений, содержащих железо, марганец, кальций, цинк, из бензинов и смазочных масел в водную фазу. Это позволило устранить матричные влияния при их атомно-абсорбционном и спектрофотометрическом определении.

С целью выбора оптимальных условий экстракционного извлечения соединений железа и марганца из бензинов, кальция и цинка из смазочных масел исследовано влияние ряда факторов на межфазное распределение – природа и концентрация окислителей и лигандов, характер присадок, добавляемых к нефтепродуктам для повышения их эксплуатационных характеристик (N-метиланилин, метилтретбутиловый эфир, спирты).

Изучены механизм и кинетика межфазного распределения. Практически полное извлечение аналитов достигается при ис-

пользовании модифицированных экстрагентов, содержащих активный хлор.

Разработаны экспрессные комбинированные атомно-абсорбционная и фотоколориметрическая методики определения железо- и марганецсодержащих присадок в бензинах, атомно-абсорбционная методика определения кальций- и цинксодержащих присадок в смазочных маслах.

Методики предназначены для выявления фальсифицированных нефтепродуктов. Методики метрологически аттестованы. Правильность результатов анализа проверена методом добавок и сравнением с данными, полученными независимыми методами. Воспроизводимость результатов анализа не уступает стандартным методикам.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С50.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ АНТИОКСИДАНТОВ ИЗ КЛУБНЕЙ ЯКОНА И АНАЛИЗ ЭКСТРАКТА МЕТОДОМ ВЭЖХ

Е.С. Рудниченко¹, Я.И. Коренман²

¹ ООО «КРЦ ЭФКО-Каскад», Алексеевка Белгородской обл.

² Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, korenman@vgta.vrn.ru

Антиоксиданты – природные флавоноиды, в частности, к ним относятся катехины (кверцетин, рутин, дигидрокверцетин), а также витамины и другие соединения, способные связывать свободные радикалы. Цель исследования – определение антиоксидантной активности экстракта якона на жидкостном хроматографе «ЦветЯуза-01-АА» с амперометрическим детектором. Выбор метода анализа экстракта обусловлен возможностью высокоселективного определения всех антиоксидантов в пробе. Другие известные методы анализа – не прямые и менее избирательные.

Проводили 5 последовательных экспериментов. Предварительно готовили элюент (2,2 мМ раствор орто-фосфорной кислоты) и стандартные растворы дегидрокверцетина с разными концентрациями. Измеряли сигналы стандартных растворов.

Затем измеряли величину тока, возникающего при окислении антиоксидантов, и сопоставляли полученный сигнал с сигналом стандарта, измеренным в тех же условиях: температура (25 ± 1) °С, напряжение переменного тока 220 В, частота тока (50 ± 1) Гц.

Высокая чувствительность определения, низкий остаточный ток и хорошая воспроизводимость аналитического сигнала достигаются с применением стеклоуглеродного электрода (рабочий электрод). Для построения градуировочного графика устанавливали потенциал +1,3 В. Скорость потока элюента $1,2 \text{ см}^3/\text{мин}$.

По разработанному и запатентованному способу получен экстракт якона с высокой антиоксидантной активностью ($122 \text{ мг}/\text{дм}^3$), применимый в пищевой и фармацевтической промышленности.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С51.

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ В ЭКСТРАКТЕ ЯКОНА
МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА**

Е.С. Рудниченко¹, Я.И. Коренман², Е.И. Мельникова²

¹ ООО «КРЦ ЭФКО-Каскад», Алексеевка Белгородской обл.

Государственная технологическая академия,

Воронеж, Россия, korenman@vgta.vrn.ru

Разработан и запатентован (Патент РФ № 2345543) способ получения экстракта натурального подсластителя якона. В качестве экстрагента впервые применена депротеинизированная молочная сыворотка, содержащая физиологически ценные компоненты (лактозу, аминокислоты, молочную кислоту, витамины). Методами математического планирования эксперимента оценено влияние основных факторов на эффективность экстрагирования – рН, соотношение объемов жидкой и твердой фаз, температура, продолжительность экстрагирования, степень измельчения клубней якона. Для построения статистических моделей применяли центральное композиционное ротатабельное униформ-планирование с полным факторным экспериментом 2^5 (ПФЭ 2^5).

Методом капиллярного электрофореза идентифицированы и количественно определены аминокислоты. Предварительно аминокислоты дериватизировали раствором фенилизотиоцианата, дериват анализировали спектрофотометрически.

Для определения аминокислот (кроме триптофана) проводили кислотный гидролиз (действие HCl). Пробы анализировали при 30°C в течение 9 и 15 мин ($\lambda = 254$ нм) Триптофан определяли после проведения щелочного гидролиза под действием 8-водного кристаллогидрата гидроксида бария при 40 °C в течение 9–10 мин ($\lambda = 219$ нм).

Анализ показал, что в экстракте якона по сравнению с депротеинизированной творожной сывороткой увеличивается содержание 16 аминокислот, в том числе незаменимых.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С52.

ЭКСТРАКЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ HS-СОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТИЛСУЛЬФАТА 10-МЕТИЛАКРИДИНИЯ

И.И. Сахнюк

Институт геологии и геохимии горючих ископаемых НАНУ,
Львов, Украина, sahnjuk@mail.ru

При реакциях метилсульфата 10-метилакридиния (МСМА) с HS-содержащими реагентами обратимо образуются продукты нуклеофильного присоединения тиолат-ионов к катиону 10-метилакридиния. Все продукты присоединения бесцветны, в их УФ спектрах имеется единственная полоса поглощения с $\lambda_{\text{макс}}$ 280–290 нм [$\epsilon_{\text{макс}} = (1,3 \dots 1,5) \cdot 10^4$], которая практически не перекрывается интенсивными полосами МСМА ($\lambda_{\text{макс}}$ 258 и 357 нм, $\epsilon_{258} = 9,5 \cdot 10^4$, $\epsilon_{357} = 1,8 \cdot 10^4$).

Продукты присоединения некоторых HS-содержащих органических веществ, в частности, 2-меркаптоэтанола (МЭ) и 2-меркаптоэтиламина (цистеамин, ЦА) хорошо экстрагируются органическими растворителями. Исследована зависимость экстракции от природы растворителя, концентрационных и объемных соотношений фаз, pH среды и времени экстракции. Дейст-

вие водного раствора кислоты на экстракты приводит к их разложению – в водный слой переходят эквиволярные количества катиона 10-метилакридиния и HS-содержащего реагента. По измеренному в водном слое светопоглощению RH^+ при 357 нм можно определять эти вещества.

Установлены оптимальные условия определения и разработаны новые экстракционно-спектрофотометрические методики определения МЭ и ЦА с использованием хлороформа как экстрагента. Пределы обнаружения 2-меркаптоэтанола 0,027, цистеамина – 0,024 мкг/см³. Методики применимы для определения МЭ и ЦА в смесях с другими HS-содержащими веществами, которые образуют с МСМА ионные продукты присоединения, неэкстрагируемые хлороформом.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С53.

ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ АЗОТА, СЕРЫ, ФОСФОРА И МЫШЬЯКА

С.А. Солнцев, К.О. Нагорнов, В.И. Капустин

Государственный институт радиотехники, электроники
и автоматики (технический университет),
Москва, Россия, kapustin@mirea.ru

Разработан макет прибора и метод термодесорбционной спектроскопии органических соединений азота, серы, фосфора и мышьяка, применимые в экологическом мониторинге окружающей среды. Ввод растворов проб в прибор осуществляется с использованием носителя проб в виде платиновой спирали или термостойкой полиимидной салфетки. Кинетика десорбции потока органических молекул с программно нагреваемого носителя пробы регистрируется по току поверхностно-ионизационного источника ионов, селективного к органическим соединениям азота, серы, фосфора и мышьяка, и с использованием дрейф-спектрометра, входящего в состав прибора. Методика позволяет одновременно определять энергию активации ионизации органических молекул, энергию активации десорбции молекул с материала носителя проб, пара-

метр линейной и три параметра нелинейной дрейфовой подвижности ионов органических молекул.

Методика апробирована на модельном наборе органических соединений, отражающих основные типы валентных связей. В частности, исследованы 8 типов соединений азота (представители первичных, вторичных, третичных, циклических аминов и нитрозосоединений), пять типов соединений серы, по два типа соединений фосфора и мышьяка, сложное соединение на основе азота, серы и мышьяка. Точность определения физических параметров органических соединений составляет 0,5–1 %. Регистрируемый набор из 6 физических параметров при формировании соответствующей базы данных позволит достаточно надежно идентифицировать органические соединения на основе азота, серы, фосфора и мышьяка.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-C54.

ЭКСТРАКЦИЯ МЕТАНОЛА ИЗ УГЛЕВОДОРОДОВ ПРИ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ

Б.А. Ульянов, И.А. Семенов, Д.Н. Ситников

Государственная техническая академия, Ангарск, Россия,
semenov_ia82@mail.ru

Исследована экстракция метанола из одиночной капли гексана при ее свободном всплывании в слое воды и в условиях воздействия ультразвука. Размеры капель и скорость их всплывания определяли видеосъемкой. Применяли чистую воду, уровень которой варьировался от 1 до 2 м. Концентрацию легкой фазы на выходе из слоя определяли хроматографическим методом. Рассчитаны общие коэффициенты массопередачи, отнесенные к единице поверхности капли.

Коэффициенты массоотдачи в сплошной фазе оценены на основе модели проникания. Исходя из аддитивности фазовых сопротивлений, выполнено разложение общего коэффициента на частные и определены коэффициенты массоотдачи в дисперсной фазе, которые сопоставлены с расчетом по имеющимся зависимостям.

Наложение на систему мощного ультразвука приводит к резкому увеличению скорости процесса. При этом коэффициенты массоотдачи возрастают более, чем в 4 раза.

Для оценки движущей силы массообменных процессов изучали взаимную растворимость в системе метанол–вода–гексан при двух температурах (20 и 40 °С), определены равновесные составы двух жидких фаз. В соответствии с термодинамической моделью NRTL рассчитаны оптимальные параметры взаимодействия компонентов смеси, описано фазовое равновесие изучаемой системы.

На основе равновесных составов, рассчитанных по модели NRTL, получены уравнения регрессии. Уравнения использованы при моделировании процесса массообмена в исследованных экстракционных системах.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С55.

ЭКСТРАКЦИЯ ТЕРПЕНОВ ИЗ КОМПСТИРОВАННОЙ КОРЫ ЕЛИ И АНАЛИЗ КОНЦЕНТРАТОВ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

О.А. Ульянова, В.Е. Тарабанько

Институт химии и химической технологии СО РАН,
Красноярск, Россия kora64@mail.ru

Кора ели является источником терпеновых соединений. Некоторые исследователи (Широких, Огородникова и др., 2008) отмечают значение отдельных терпеноидов, углеродные цепи которых являются ключевыми промежуточными продуктами биосинтеза таких биологически активных веществ как витамины Д, Е, гормоны – абсцизовая кислота, гиббереллины, ферменты, антиоксиданты.

Цель работы – исследование связи между составом терпеновых соединений, обнаруженных в коре ели и компостах на ее основе, и их рострегулирующей активностью. Методом хромато-масс-спектрометрии в гексановых экстрактах из исходной и компостируемой коры ели идентифицированы терпеновые соединения–монотерпены, сесквитерпены, дитерпены; преобладают дитерпены. Для изучения рострегулирующей активности

терпенов использовали водный экстракт из коры ели и компостов на ее основе, которым обрабатывали семена яровой пшеницы (*Triticum aestivum L.*); контроль – кипяченая вода.

Проведенный корреляционно-регрессионный анализ свидетельствует о наличии связи между содержанием дитерпеновых соединений (Абиета-8,11,13-триен-7-он и дегидроабиетиновой кислоты), с одной стороны, и средней длиной ростка пшеницы, с другой; коэффициенты корреляции 1,0 и 0,82 соответственно. Полученные результаты согласуются с данными других исследователей (Гэлстон, Девис, Сэттер, 1983; Грязькин, Евдокимов, Егоренков и др., 1993), утверждающих, что дитерпены – предшественники гиббереллинов. Поэтому полученные корреляционные зависимости подтверждают возможность перехода дитерпенов в гиббереллиновые соединения.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С56.

ИЗУЧЕНИЕ СОРБЦИИ ПАРОВ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ НА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЯХ СЕРЕБРА И ПАЛЛАДИЯ

**Р.У. Умарханов¹, Т.А. Кучменко¹,
Ю.Е. Силина², Б.А. Спиридонов²**

¹Государственная технологическая академия, Воронеж, Россия

²Государственный технический университет,

Воронеж, Россия, rus_270487@mail.ru

Перспективным является разработка тест-устройств и газоанализаторов воздуха, модифицированных ультрадисперсными и нанопорядоченными структурами с управляемой специфичностью, проявляющих высокую чувствительность к техногенным газам и парам в широком диапазоне концентраций.

Цель работы – изучение сорбции паров органических соединений разных классов и аммиака на уровне микро, мезо- и макроконцентраций на покрытиях из наноструктурированного палладия и серебра методом пьезокварцевого микровзвешивания, разработка методик нанесения на электроды пьезокварцевых резонаторов гальванических наноматериалов и оценка основных эксплуатационных характеристик пьезосенсоров.

Для нанесения на электроды различных наноструктур использованы метод прямого электроосаждения гальванопокрытий серебра и палладия из растворов электролитов. Обоснованы оптимальные режимы модификации, оценены стабильность базовой линии, дрейф сигнала, воспроизводимость сорбции газомаркеров. Установлено, что наибольшую чувствительность и стабильность сигнала проявляют пленки серебра, сформированные при плотности тока $i_k = 0,15 \text{ A/дм}^2$ и времени электролиза 5 мин (размер зерна до 100 нм). Гальванопленки на основе серебра проявляют избирательность к ацетону, толуолу, этилацетату, незначительную – к гептану и изопропанолу. Для покрытий характерна быстрая сорбция с полной самопроизвольной десорбцией, что связано с геометрически однородной морфологией и структурой пленок.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С57.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ ИНУЛИНА ИЗ ТОПИНАМБУРА

**М.О. Фисенко, Е.И. Мельникова, Я.И. Коренман,
С.И. Нифталиев**

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, mixan.f@mail.ru

К актуальным задачам пищевой промышленности относится разработка способов получения новых вкусоформирующих добавок-подсластителей, поскольку экономия сахара, а также удовлетворение потребности в пищевых продуктах диабетического назначения остаются важными проблемами.

Разработана методика получения вкусоформирующей добавки-подсластителя на основе топинамбура (*Helianthus tuberosus*) – многолетнего клубненосного растения семейства астровых, массовая доля сухих веществ в котором 20 % (в том числе фруктоолигосахариды и инулин).

Клубни топинамбура моют в проточной воде, измельчают до размера частиц от 1 до 2 мм и сушат до массовой доли сухих веществ 93–94 %. Для экстрагирования физиологически ценных со-

единений из топинамбура предложено применять депротеинизированную творожную сыворотку. Методом центрального композиционного ротатабельного равномер-планирования установлены оптимальные условия экстрагирования: температура 40–45°C, pH 4,4 продолжительность 40 мин, соотношение объемов твердой и жидкой фаз 1:10. Заданные параметры экстрагирования обеспечивают получение молочно-растительного экстракта с массовой долей сухих веществ 20 – 22 %, из которых на инулин и фруктоолигосахариды приходится до 60 %.

Применение молочно-растительного экстракта топинамбура в технологии традиционных молокосодержащих продуктов позволяет полностью исключить рафинированный углевод (сахарозу) и воду из рецептов, обогатив при этом продукты витаминами, макро- и микроэлементами.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С58.

ВЫДЕЛЕНИЕ ЛИПИДНЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ МЕЛАНИНА ЧАГИ

В.Р. Хабибрахманова, С.А. Никитина, М.А.Сысоева

Государственный технологический университет,
Казань, Россия, gamven@rambler.ru

Березовый гриб *Inonotus obliquus* является перспективным природным сырьем, содержащим различные биологически активные вещества. К ним относятся стерины, обладающие противоопухолевыми и иммуномодулирующими свойствами. Лекарственные препараты и биологически активные добавки изготавливают на основе водных извлечений гриба, содержащих основной действующий компонент – меланин. Известно, что меланин имеет сложный химический состав и структуру, которые до настоящего времени мало изучены.

Цель работы состоит в изучении экстракции липидных веществ из меланина чаги. В природных меланинах липидная компонента организована в виде определенных структур, которые могут прикрепляться к поверхности или внутренней части глобул меланина. Для установления закономерностей экстрак-

ции липидов из меланина чаги анализировали образцы, полученные из трех разных партий сырья.

В докладе приведена методика экстракции липидов петролейным эфиром в оптимальных условиях. Изучены образцы меланинов с высокой влажностью (89,6–90,8 %) и с низкой влажностью (21,0–23,0 %).

Анализ экстрактов показал, что выход экстрактивных веществ из меланина с высокой влажностью вне зависимости от партии сырья практически одинаков и в 2–3 раза выше, чем из меланина с низкой влажностью.

Качественный состав липидов разнообразен и включает стеринны и их эфиры. Показано, что их содержание зависит как от партии сырья чаги, так и от влажности образцов меланинов и составляет около 7,25 % от суммы липидов.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С59.

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА ЭКСТРАКЦИЮ ЛИПИДНОГО КОМПЛЕКСА ЧАЙНОГО ЛИСТА

**В.Г. Хведелидзе, Г.В. Хведелидзе, А.А. Банцадзе,
М.Г. Бахтадзе**

Государственный университет им. Ак. Церетели,
Кутаиси, Грузия, wardenchvede@rambler.ru

Анализ липидного комплекса чайного листа (ЛК ЧЛ) хроматографическими и спектрофотометрическими методами показал его высокую пищевую ценность и выраженную фармакотерапевтическую активность.

Для выделения ЛК ЧЛ в качестве экстрагента применяли хлорпроизводные углеводов. Максимальный эффект по выходу получен в системе с трихлорэтиленом (до 90 %), температура кипения которого гарантированно защищает витамины и другие биологически активные вещества от температурного воздействия при экстракции.

Предварительные лабораторные исследования позволили установить параметры оптимизации экстракции : выход ЛК ЧЛ и энергозатраты при переработке 1 т сырья. Установлены влияющие

на эти параметры технологические факторы – температура и время экстракции, массовое соотношение экстрагент : чай, доля нежной фракции в чайном сырье, а также их уровни и интервалы варьирования. Реализация матрицы центрального композиционного ротатабельного планирования эксперимента позволила получить адекватные уравнения регрессии, с применением которых методом неопределенных множителей Лагранжа установлены оптимальные значения влияющих факторов: температура экстракции 70 °С; продолжительность 4 ч; массовое соотношение растворитель : чайное сырье 6,2 дм³/кг. Соответствующие параметры оптимизации: выход целевого продукта 50–56 кг/т (в зависимости от качества исходного сырья) и энергозатраты 28–30 кВт.ч/т.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С60.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ПИЩЕВЫХ ЖИРОВ И АНАЛИЗ ЭКСТРАКТОВ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫМ ТЕРМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

В.В. Хрипушин¹, А.Ю. Грибанов², В.М. Болотов¹

¹Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, koh@vgta.vrn.ru

²Государственный аграрный университет, Воронеж, Россия

В докладе обсуждается проблема анализа твердых жиров естественного происхождения и спредов в связи с возрастающим объемом фальсифицированных продуктов.

Цель исследования состоит в разработке методики анализа пищевых жиров естественного и искусственного происхождения (спредов) на основе данных дифференциального термического анализа (ДТА), а также в применении аппаратного и программного обеспечения для решения поставленной задачи. Обсуждается выбор эталонного вещества для ДТА жиров. Сравняется аналитическая избирательность разности начальной и конечной температуры плавления смеси триглицеридов, суммарного теплового эффекта фазового перехода и суммарной теплоемкости смеси. Установлена кинетическая зависимость дан-

ных характеристик жиров для определения степени сохранности твердых масложировых продуктов.

В качестве объектов исследования применяли какао-масло, натуральный молочный жир и ряд образцов масложировых предприятий Воронежской, Белгородской и Липецкой областей.

Сопоставление характеристик предлагаемых и стандартных методик заводского теххимического контроля показало сходимость результатов. Сделан вывод о перспективности применения метода ДТА в теххимическом контроле готовой продукции масложировых предприятий.

Показана целесообразность использования дополнительного метода, например, dilatометрии, для определения масложировых фальсификатов.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С61.

ОСОБЕННОСТИ ЭКСТРАКЦИИ ДИГИДРОКВЕРЦЕТИНА ИЗ ЛИСТВЕННОЦЫ

В.А. Хуторянский

Государственный университет, Иркутск, Россия,
hutor@chem.isu.ru

Основное ограничение экстракции дигидрокверцетина (ДКВ) из лиственницы связано с присутствием в паренхимных клетках древесины “мембранных“ веществ, малорастворимых в полярных растворителях. Предлагаемый нами способ экстракции предусматривает замену в технологии извлечения ДКВ, применяемых в настоящее время для экстракции ацетона и этилацетата на бинарную смесь с 80 %-ным содержанием этилового спирта. Применение такой смеси позволяет снизить потери дорогостоящих компонентов на стадии отгонки экстрагента из древесины.

Для сокращения времени экстракции, интенсификации и оптимизации процесса выделения ДКВ предложено использовать при экстракции периодическое повышение и сбрасывание давления от 0.1 до 0.3 МПа в реакторе до исходного зна-

чения с отделением соответствующего экстракта. Это сокращает общую продолжительность процесса с 6–8 ч до 60–75 мин, упрощает технологию процесса при измельчении древесины до технологической щепы. Кроме того, за счет вскипания экстрагента он вытесняется из щепы, повышая выход целевого продукта.

Процесс предусматривает комплексное разделение экстрактивных веществ при предварительном отделении летучих неполярных соединений с паром перед стадией экстракции и последующее выделение арабиногалактана экстракцией водой после выделения ДКВ.

Проведение экстракции без измельчения древесины и в условиях мягкого механохимического воздействия без разрушения древесины сокращает время отжима экстрагента.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С62.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ МАССОПЕРЕНОСА АПРОТОННОГО РАСТВОРИТЕЛЯ В СИСТЕМЕ С ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНЫМ ГЕЛЬ-ВОЛОКНОМ

П.В. Чвиров, Л.А. Щербина, Е.В. Холстинникова

Государственный университет продовольствия,
Могилев, Беларусь, chvirov@tut.by

При истечении из фильеры струй прядильного раствора, состоящего из полимера и апротонного растворителя, в осадительную ванну, состоящую из того же растворителя и воды, происходит межфазный и внутрифазный массоперенос низкомолекулярных веществ из прядильного раствора в осадительную ванну и из осадительной ванны в "застудневающие" струи прядильного раствора. Процесс сопровождается образованием гель-волокна по бинадальному или спинодальному механизмам и дальнейшим формированием его надмолекулярной структуры. Следующий процесс (промыть волокна) обеспечивает удаление растворителя из формируемого волокна. Он также сопряжен с перераспределением растворителя и осадителя между двумя фазами: гель-волокно–осадительная ванна.

Показано, что скорость удаления и/или замена его осадителем в формирующемся волокне определяет кинетику фазовых превращений, особенности формирования надмолекулярной структуры и физико-механические свойства готового волокна. Изменение морфологической структуры в процессе формирования и промывки элементарных волокон (филаментов) влияет на протекание массообменных процессов. Для описания и анализа этих процессов важно установление количественной зависимости между параметрами формирования (концентрация полимера в прядильном растворе, состав осадительной ванны, температура, распределением концентраций компонентов в формирующемся волокне и др.) и коэффициентом диффузии. Опираясь на эти зависимости, можно анализировать механизм структурообразования в формируемом волокне, прогнозировать его свойства и направлять их регулировку.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С63.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ГУМИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ПОЧВ, ОБРАБОТАННЫХ УЛЬТРАЗВУКОМ

Ф.А. Чмиленко, Н.М. Смитюк

Национальный университет им. Олеса Гончара,
Днепропетровск, Украина, analyticdnu@mail.ru

Важной характеристикой при проведении экологического мониторинга почв является содержание в них гумуса – суммарного количества гуминовых и фульвокислот, а также гумина, выполняющих функции детоксикантов.

Гуминовые кислоты – органические вещества, практически нерастворимые в кислотах и хорошо растворимые в щелочах. Поэтому для их извлечения из почвы используют последовательную экстракцию растворами NaOH различной концентрации с последующим спектрофотометрическим определением аналитов по собственному поглощению.

Определено содержание свободных гуминовых кислот (ГК) в черноземе обыкновенном после получения из образцов почвен-

ных вытяжек различными растворителями. Вытяжки готовились по агрохимическим методикам и с использованием ультразвукового воздействия. Полученные данные свидетельствуют о том, что выход свободных ГК зависит от времени и интенсивности ультразвукового воздействия. Установлено, что содержание свободных ГК в экстракте возрастает с увеличением времени обработки при получении почвенных вытяжек действием 1,0 М HCl, 1,0 М HNO₃, 1,0 М CH₃COOH и буферным раствором с рН 4,5.

Таким образом, показано, что под действием ультразвука в образце почве чернозем обыкновенный происходит изменение содержания свободных гуминовых веществ. Увеличение количества гуминовых веществ в 0,1 М NaOH вытяжках зависит от параметров ультразвука. Разрушение металл-гуминовых комплексов подтверждается увеличением концентрации подвижных форм элементов в почвенных вытяжках.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С64.

**ОПТИМАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ
ИЗ ХАЛЬКОПИРИТНОГО КОНЦЕНТРАТА**

Ч.М. Шабанова¹, Р.М. Касимов¹, А.В. Сорокина²

¹Институт химических проблем НАН Аз,
Баку, Азербайджан, shabanovacm@mail.ru

²Государственный университет нефти и газа им. И.М. Губкина,
Москва, Россия, nefania@gmail.ru

В докладе приводятся результаты экстрагирования компонентов халькопиритного концентрата методом визуализации области оптимальных условий экстрагирования при сульфатизирующем обжиге в кипящем слое концентрата. На основе экспериментальных данных и проведенного статистического анализа получена визуализация поверхности выхода экстрагируемых компонентов с выделенными областями оптимальной экстракции. В качестве расчетных моделей применены нелинейные регрессионные уравнения с 4-мя факторами.

Интервалы варьирования исходных факторов и координаты экстремальной точки использованы в модуле визуализации

ции для получения поверхности оптимальных областей многофакторного пространства ($n=4$). Для получения изображений в трехмерном пространстве понижение размерности достигается фиксированием двух факторов со значениями в экстремальной точке.

В данном примере в модели $f(x_1, x_2, x_3, x_4)$, фиксируя факторы x_3 и x_4 по различным критериям (трудности в получении конкретных значений выбранного фактора для осуществления эксперимента, менее значимое воздействие на ход процесса и т.д.), получены поверхности отклика $f_{1,2}(x_1, x_2, x_3=\text{const1}, x_4=\text{const2})$ с выделенными в цветовом разрешении оптимальными областями, где x_i – кодированные значения натуральных величин ξ_i : ξ_1 – температура обжига, $^{\circ}\text{C}$; ξ_2 – продолжительность обжига, мин; ξ_3 – SO_2 в дутье, %, ξ_4 – объемная скорость газа, $\text{дм}^3/\text{мин}$.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С65.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ГАЗООБРАЗНОГО И ЖИДКОГО ТОПЛИВА ИЗ РЕЗИНОСОДЕРЖАЩИХ ОТХОДОВ

Ю.Н. Шаповалов, Е.В. Складнев

Государственная технологическая академия,
Воронеж, Россия, kafedra-mahp@mail.ru

Обсуждается процесс экстрагирования газового и жидкого топлива из резиносодержащих отходов – изношенных шин и использованных резинотехнических изделий. Процесс состоит из 5 этапов: 1) подготовка отходов к экстрагированию компонентов топлива – получение парогазовой смеси путем пиролизного термохимического разложения отходов с частичным (до 4–6 % от исходного сырья) их горением при недостатке воздуха; 2) мокрая горячая очистка парогазовой смеси от механических и смолистых примесей; 3) экстрагирование из парогазовой смеси тяжелого жидкого топлива (типа печного) на первой ступени конденсации; 4) экстрагирование из парогазовой смеси легкого топлива и влаги на второй ступени конденсации; 5) очистка неконденсируемого пирогаза (газовое топливо).

Процесс экстрагирования реализуется в непрерывном режиме на установке, включающей реактор с механизмируемой загрузкой сырья, систему двухступенчатой мокрой горячей очистки пирогаза в эжекторных скрубберах, систему экстрагирования жидкого топлива в двухступенчатых конденсаторах с водяным охлаждением и осушитель для газового топлива. До 50 % получаемого газового топлива возвращается в реактор, что вместе с частично сжигаемым сырьем обеспечивает полное энергообеспечение установки. Остаток газового топлива и полученное жидкое топливо, а также вторичные продукты в виде твердого углеродного остатка (преимущественно сажи) и металлолома (металлокорда) реализуются стороннему потребителю.

Предлагаемая установка и ее отдельные элементы защищены 5 патентами РФ. На установку производительностью по резиносодержащим отходам до 10 т/сутки разработана рабочая техническая документация.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С66.

ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРАСИТЕЛЕЙ АРОМАТИЧЕСКОГО РЯДА В ПАСТАХ ШАРИКОВЫХ РУЧЕК

Т.Н. Шевченко, И.А. Колычев, Н.В. Киселева

Кубанский государственный университет, Краснодар, Россия,
analyt@chem.kubsu.ru

Лимитирующим фактором при качественном и количественном анализе чернил в криминалистической экспертизе является полнота извлечения компонентов пасты из штриха. Нами изучены условия экстракции ароматических красителей: продолжительность, состав экстрагента для извлечения целевых компонентов из штрихов паст шариковых ручек для последующего хроматографического анализа.

Аналитический контроль степени экстракции осуществлялся визуально по изменению интенсивности окраски штрихов под микроскопом. Оптимизацию условий и времени экстракции проводили с помощью жидкостного хроматографа LC 20 Prominence (Shimadzu) с диодноматричным детектированием по

извлечению красителей ароматического ряда – метилпроизводных парарозанилина.

Разработана методика и оптимизированы условия, позволяющие в градиентном режиме эффективно разделять окрашенные компоненты паст шариковых ручек (гекса-, пента-, тетраметилпарарозанилин, Виктория Голубой) и определять их с пределом обнаружения 2 мкг/дм³ при экстракции из штрихов.

Показано, что основным требованием к растворителям является их прозрачность в ультрафиолетовом и видимом диапазонах длин волн, а также низкое сродство к обращенно-фазовым сорбентам. Установлены оптимальный состав экстрагента, обеспечивающий максимальное извлечение ароматических красителей, и время экстракции. Наиболее полное извлечение компонентов пасты достигается при экстракции в течение 90 мин.

Разработаны и оптимизированы условия разделения и определения красителей ароматического ряда методом ВЭЖХ.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С67.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГУМУСОВЫХ КИСЛОТ МЕТОДОМ ЭКСТРАКЦИИ КАК ПОКАЗАТЕЛЬ СТЕПЕНИ ЗРЕЛОСТИ ВЕРМИКОМПОСТОВ

Е.И. Юшкова¹, А.Н. Даниленко²

¹Государственный университет, Медицинский институт,
Орел, Россия, kin1@orel.ru

²Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,
Москва, Россия, adanilenko@yandex.ru

Значительное варьирование показателей гумусного состояния компостов и вермикомпостов указывает на то, что этот процесс в отдельных партиях, видимо, имеет разную степень завершенности. Для установления параметров, которые могут быть использованы в качестве показателей зрелости вермикомпостов, изучено содержание гумусовых кислот в экстрактах вермикомпостов разного периода созревания.

Вермикомпост получен в результате жизнедеятельности элитной промышленной линии дождевых червей Владимир-

ский гибрид «Старатель». Навески образцов для удаления солей и карбоксигидратов обрабатывали HCl, перемешивали и центрифугировали. Из полученных осадков щелочной экстракцией извлекали гуминовые и фульвокислоты. Экстракцию повторяли 11 раз, полноту извлечения кислот контролировали методом ВЭЖХ.

Установлено, что наибольшее количество гуминовых кислот и фульвокислот (41,6 %) экстрагируется из контрольного образца (компост). Из образцов вермикомпостов (зимнего и летнего) экстрагировано равное суммарное количество гуминовых и фульвокислот (28,4 и 31,4 % соответственно).

Известно (Veeken A., Nierop K., and others, 2000) что при возрастании степени гумификации снижается экстрагируемость гумусовых веществ. Полученные нами данные свидетельствуют о том, что степень гумификации зимнего и летнего образцов вермикомпостов выше, чем компоста.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С68.

ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ В ПОЛИЭТИЛЕНЕ

**Р.Р. Яруллина, Л.Ф. Залялова, Е.Е. Бобрешова,
Г.С. Ананьева**

ОАО «Казаньоргсинтез», Казань, Россия, ananeva@kos.ru

Успешное решение проблемы охраны биосферы, снижение отрицательного влияния индустриализации на состояние природной среды и санитарно-гигиенические исследования полиэтилена, предназначенного для контакта с пищевыми продуктами, непосредственно связаны с разработкой эффективных методов анализа. Постоянно ощущается необходимость в легко-выполнимых, точных, чувствительных методиках определения компонентов в сложной по составу смеси.

Для решения этой проблемы успешно применяются методы концентрирования, одним из которых является экстракция. Современные экстракционные методы достаточно универсаль-

ными, ими можно разделять многокомпонентные системы, причем эффективнее и быстрее, чем другими методами.

Успешно применяется жидкостная экстракция для определения концентрации растворителей и остаточных углеводов в полиэтилене низкого давления, альдегидов в синтетическом масле для производства полиэтилена высокого давления. Экстракция позволяет одновременно определять многие органические соединения на уровне санитарно-гигиенических требований.

Разработана газохроматографическая методика определения гексана, гексена, гептана, ацетальдегида, ацетона, этилацетата; метилового, изопропилового, пропилового, изобутилового и бутилового спиртов при концентрациях в диапазоне (0,01 – 5,00) мг/дм³ в водной вытяжке полиэтилена низкого давления методом газовой экстракции. Продолжительность анализа 50 мин, погрешность не превышает 20 %.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

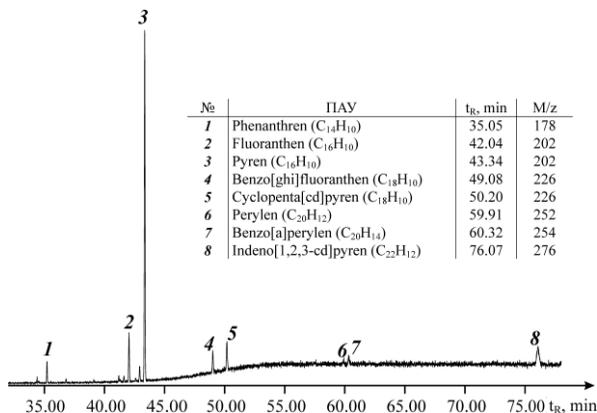
7-С69.

ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ НА ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДНЫХ АДсорбентов

С.Н. Яшкин, А.А. Светлов

Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Разработана методика экстракционного извлечения ПАУ с поверхности промышленных саж и углеродных материалов. Оптимизирован состав экстрагентов, длительность и температурный режим экстракции с целью максимального извлечения ПАУ (48 ч. в аппарате Сокслета: 24 ч. – смесь CH₃OH-H₂O (1:1); 24 ч. – толуол). Сушку проэкстрагированного образца углеродного материала осуществляли в трубчатой муфельной печи в токе гелия при температуре 120°C. ГХ-МС-методом идентифицированы и количественно определены ПАУ (см. рис.), а также различные нанообразования (фуллерены и нанотрубки). Обсуждаются особенности генезиса более крупных углеродных кристаллитов в процессе их получения из различного сырья.



Хроматограмма разделения смеси ПАУ, содержащихся в толуольном экстракте сажи N660, получена на капиллярной колонке с DB-5 в условиях программирования температуры с масс-детектированием.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»
7-С70.

ПРИМЕНЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНО-СТАТИСТИЧЕСКИХ РАСЧЕТОВ В ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ ПРОИЗВОДНЫХ АНИЛИНА В ПРИСУТСТВИИ УГЛЕРОДНЫХ АДСОРБЕНТОВ

Е.А. Яшкина, Д.А. Светлов, С.Н. Яшкин
Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Углеродные материалы широко применяются в качестве адсорбентов для газовой хроматографии, твердофазной экстракции и др. Актуальная задача состоит в оценке адсорбционного потенциала поверхности таких адсорбентов по отношению к соединениям различного строения и состава.

Лидирующее положение среди известных теоретических методов оценки адсорбционных свойств поверхности занимает молекулярно-статистическая теория адсорбции, позволяющая рассчитать константы адсорбционного равновесия, теплоты и эн-

тропии адсорбции и другие характеристики в области малых заполнений поверхности. Последнее представляется особенно важным при концентрировании микропримесей из газовой фазы.

В соответствии с молекулярно-статистической теорией адсорбции нами рассчитаны параметры адсорбционного равновесия молекул различных производных анилина на поверхности графитированной термической сажи, аналоги которой (Carborack В, Carbotrap и др.) широко применяются в твердофазной экстракции. Показана селективность взаимодействия молекул анилинов с графитоподобной поверхностью, определяемая природой, числом и положением функциональных групп в молекуле адсорбата. Для термодесорбционного разделения некоторых модельных смесей, содержащих различные производные анилина, применен метод газо-адсорбционной хроматографии. Установлены оптимальные условия концентрирования производных анилина на графитоподобных углеродных адсорбентах.

IV Международная конференция «ЭОС-2010»

7-С71.

**ЭКСТРАКЦИЯ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ НА ОСНОВЕ
АМИНОАДАМАНТАНА В ПРИСУТСТВИИ
ЦИКЛОДЕКСТРИНОВЫХ МОДИФИКАТОРОВ**

Е.А. Яшкина, Д.А. Светлов, С.Н. Яшкин

Государственный технический университет,
Самара, Россия, physchem@samgtu.ru

Аминопроизводные адамантана физиологически активны, на их основе получают эффективные противовирусные, антидепрессантные и противопаркинсонические препараты (ремантадин, мидантан, амантадин). Разработана экстракционно-хроматографическая методика анализа готовых лекарственных форм с целью их последующего применения в контроле чистоты и качества лекарственных препаратов.

Стадия экстракции включает растворение таблетки препарата (ремантадин) в 2 М растворе КОН, добавление равного объема толуола, экстракцию и газохроматографический анализ органической фазы (колонка с неполярной неподвижной жидкой фазой OV-101).

Идентифицированы 1-(1'-адамантил)этиламин (основной пик), а также небольшая примесь 1-аминоадамантана с близким биологическим действием. Количественный анализ выполняли методом внутреннего стандарта с учетом молярных поправочных коэффициентов чувствительности для ПИД. В качестве стандартного вещества сравнения применяли анилин (ч.д.а.).

Изучена экстракция аминоадамантанов комплексными экстрагентами, содержащими циклодекстрины. Исследовано влияние размера молекулы циклодекстрина, температуры, природы растворителя и концентрации модификатора на степень извлечения аминоадамантанов.

Впервые установлены константы нестойкости комплексов аминоадамантанов с циклодекстринами и их связь с молекулярной структурой субстрата.

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

7-С72.

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА ЭКСТРАКЦИИ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ВИБРАЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

С.Ф. Яцун, В.Я.Мищенко

Государственный технический университет, Курск, Россия,
teormeh@inbox.ru

Эффективным способом интенсификации массообменных процессов является вибрационное воздействие. Оно позволяет значительно ускорить процессы массообмена, снизить себестоимость и повысить качество получаемого продукта.

Вибрационное воздействие на обрабатываемые среды легко поддается регулированию путем изменения амплитуды и частоты вибрации, что дает возможность оптимизировать режимы технологических процессов.

Для экстракции пектиновых веществ из свекловичного жома создан автоматизированный комплекс с управляемым вибрационным воздействием. При его разработке использовались подходы, основанные на новом научном направлении – мехатроника. Мехатронный подход при создании нового технологического оборудования состоит в переносе функциональной нагрузки от механических узлов к интеллектуальным, которые легко перепрограммируются под новую задачу. Конструирование мехатронных систем осуществляется по модульному принципу.

Проведенные исследования показали достаточно высокую эффективность такого комплекса, при этом значительно повышается выход целевого продукта и ускоряется процесс экстракции. Кроме этого, комплекс позволяет довольно легко переходить на получение пектиновых веществ из других видов растительного сырья.

Работа выполнялась при поддержке Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» (госконтракт № П11576).

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

Akça H.	209		
Aleksic G.	119	Lončarević-	
Andjelkovic T.	225	Đešnjić N.	119
Baba E.	290	Lukić N.	61
Babincev L.	161	Mammadov R.	209, 259, 264, 290
Baisalova G.Zh.	353	Mihajlo J.	174
Baser K.H.C.	353	Misic D.	97
Ben I.N.	173	Nikolic G.	385
Bojic A.	225	Nikolic Ruzica	177, 225, 385,
Budimir M.	161	Onaczyszyn-	
Čokeša Đ.	59, 145, 147	Jasińska A.	175
Cuong Le P.	319	Onjia Antonije	59, 137, 145, 147
Düşen O.	209	Ozek G.	353
Erkasov R.Sh.	353	Papciak B.	176
Ferhat Ā.	264	Parlak M.	259
Ivanovic J.	97	Perić-Grujić A.	61
Jovanović B.	173	Petrovic S.	97
Kalembkiewicz J.	172, 175, 176	Purenovic M.	225
Kaličanin B.M.	177	Rajaković L.	7, 59, 61, 119, 137, 145, 147, 161, 173, 174
Kara Y.	259		
Kostic I.	225		
Kravić S.	285, 288		
Ljubisavljević D.	142		

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Rajakovic-	
Ognjanović V.	119, 142
Şahin B.	264
Skala D.	18
Slavkovic B.L.	137, 174
Sredović I.	145
Stanković S.	61, 174
Stojanović Z.	285, 288
Suturovića Z.	285, 288
Švarc-Gajić J.	285, 288
Taşdelen G.	264
Teksoy Ö.	259
Todorović Ž.	59, 137, 147
Tomić I.	174
Uluköy G.	290
Veselinovic A.	385
Vukašinović V.	173
Yıldıztekin M.	259
Yüksel A.S.	290
Zapała L.	172
Zivkovic J.	385
Živojinović D.Z.	61
Zizovic I.	97

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Абаскулиева У.Б.	166, 167,	Антина Л. А.	156
Абилов Ж.А.	256	Антипова Л.В.	347, 348, 349, 350, 351
Авцинов И.А.	375		
Агабалаев А.А.	91	Антонова Л.В.	249, 250
Адамова Е.М.	221	Аронбаев С.Д.	321
Азизбейли Г.Р.	339	Артеменко Л.Н.	114
Азизов А.А.	139	Артюхов В.Г.	131
Азизов А.Г.	339	Арутюнов Ю.И.	138, 210
Айзенберг В.Л.	287	Асанов А.М.	93
Аймаков О.А.	104	Асташкина А.П.	198, 226, 227
Акатьева Л.В.	331		
Акопова И.В.	240	Ахмедов М.М.	188
Алабовский В.В.	222	Ахундова З.А.	188
Албулов А.И.	90	Бабаева Л.И.	165
Алексеева О.М.	223	Бабуев М.А.	266
Алешина Л.В.	186	Багнавец Н.Л.	307
Алиев С.Т.	345	Байгачева Е.В.	154
Алиева Р.В.	339	Балдынова Ф.П.	228
Ализаде З.И.	153	Балятинская Л.Н.	291, 292
Алимназаров Б.Х.	190, 191, 192, 193	Банцадзе А.А.	403
Аллахвердиев М.А.	163, 164	Баранова Н.В.	120
Алосманов Р.М.	139	Басаргин Н.Н.	140, 141
Алтайулы С.	224	Батуева Т.Д.	121, 154, 162
Алферова М.В.	299		
Ананьева Г.С.	376, 412	Бахтадзе М.Г.	403
Андреев А.А.	248	Баян Е.М.	123, 241
Андреев В.А.	346	Безрядин Н.Н.	326
Антина Е. В.	155, 156	Белко Е.Г.	180

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Белова В.В.	29, 111, 300	Болотов В.М.	130, 356, 379, 404
Белоголов Е.А.	132	Болтыхов Ю.В.	348
Белокурова Е.В.	352	Бондарева Л.П.	125
Белоусова О.В.	295	Бондарь О.В.	390
Бельтюкова С.В.	229, 234	Бортникова Р.Н.	56
Белюстова К. О.	213	Будников Г.К.	252
Белякова Е.А.	230	Бузаева М.В.	178
Берданов Р.И.	362	Бузланова М.М.	258
Берданова В.Ф.	362	Буков Н.Н.	169
Березовская Н.И.	387	Булатов А.В.	310, 325
Бессонова Е.А.	260	Буневич Н.В.	311
Бехтерев В.Н.	64, 308	Буниятзаде И.А.	139
Бикбулатова Н.В.	76, 77, 83	Бурашева Г.Ш.	256
Битюков В.К.	39	Бурлакова Е.Б.	223, 365
Битюкова В.В.	268	Бурмистрова А.А.	65, 78
Бланк Т.А.	231	Буцхрикидзе Б.А.	357
Бобрешова Е.Е.	376, 412	Быкова Е.С.	52
Богатырева Ж.И.	347	Быковский Д.В.	79, 106
Богданова Е.В.	354	Бычкова А.А.	235, 236
Боголицын К.Г.	309	(Воронеж)	
Богословская Т.А.	320	Бычкова А.А.	234
Бодров В.С.	201	(Одесса)	
Боева С.Е.	232, 355	Бюрниева У.Г.	115, 187
Бойко Н.Н.	233, 249, 250	Васильева А.И.	317
Бойченко А.П.	25, 67	Васильева И.А.	267
Боковицова Т.Н.	122, 132	Васильева С.Ю.	99
		Ватутина И.В.	222
		Ваулина В.Н.	158

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Вердизаде Н.А.	163, 164, 165, 166, 167	Галина Ю.Ф.	351
Вершинин В.И.	116	Галинуров И.Р.	384
Веселовская А.В.	116	Галушко Н.А.	272
Визный А.Н.	159	Гарифзянов А.Р.	157
Вилкова О.М.	75	Гарифуллина Н.Н.	314
Владимирова Е.В.	26, 36	Гаркушин И.К.	41, 45
Власенко А.С.	67	Герасимов В.И.	358
Власов Ю.Н.	326	Герасимов М.К.	215
Внукова Л.В.	254	Гиниятова Э.Р.	252
Водопьянова Л.А.	44	Гладилов Д.Ю.	34, 35
Вождаева М.Ю.	293	Гладун В.Д.	331
Волков С.М.	110	Гладух Е.В.	249, 250
Волков А.Д.	389	Глотова И.А.	348
Волкова М.А.	312	Гогисванидзе Д.В.	238, 239, 243
Волохова И.В.	291	Голик В.М.	112
Волошинец В.А.	27	Голик С.В.	112
Волювач О.В.	80	Голова К.В.	380
Воробьева Т.В.	320	Голованова О.А.	263
Воронежцева О.В.	199	Голованчиков А.Б.	82
Вошкин А.А.	29, 32, 111, 126, 300	Голоунин А.В.	81
Выдрин Д.Ю.	22	Голощапов А.Н.	223
Вьюгин А.И.	155, 156	Голубина Е.Н.	30
Гаврилюк В.В.	237	Голыбин В.А.	359
Гаврин С.А.	140	Гончарова Н.В.	332
Гайнетдинова А.А.	252	Горбачева Н.А.	211
Гакало А.С.	132	Горбунов А.Ю.	108
		Горбунова М.Н.	121

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Горбунова М.О.	123, 240, 241, 242	Данилов В.Н.	40
Горгодзе Г.З.	357	Данылиев М.М.	350
Горкин П.А.	306	Дворянинова О.П.	349
Горшунова А.Н.	360	Девяткина А.Р.	84
Горячева И.Ю.	100	Деdeneва С.С.	124
Грачева Н.В.	82	Дейнека В.И.	216
Грибанов А.Ю.	404	Демин А.О.	279
Грибанов Е.Н.	141	Денисенко А.А.	169
Григорьев А.В.	212	Дерканосова Н.М.	352
Гридасов А.А.	89	Дидик М.В.	314
Гринь А.В.	90	Дистанов В.Б.	362
Гришин Д.Н.	361	Дмитриева И.А.	198
Гришин Н.С.	360, 361	Добрян М.А.	160
Гродзицкая О.С.	387	Долгова Н.Д.	170
Громов П.Б.	338	Долинкин А.О.	244
Груздев И.В.	299	Доломатов М.Ю.	334
Груздева А.Е.	71	Домрачев Д.В.	363
Грушова Е. И.	333, 343	Доронин С.Ю.	65, 78
Гулеишвили Н.Н.	238	Дорохина Е.В.	41, 45
Гумбаридзе Н.П.	243	Дренин А.А.	275
Гусарова А.Ю.	313	Дубровина В.А.	185
Гусев В.Ю.	158	Дубровина В.В.	178
Гусева Г. Б.	155, 156	Дудина Н. А.	155, 156
Гусейнов Э.Р.	168, 188	Думнова Е. А.	332
Даванков В.А.	136, 260	Дунаева А.А.	26, 36
Давыдова О.А.	178	Дурицын Е.П.	211
Даминова А.В.	170	Дычко К.А.	70
Даниленко А.Н.	411	Евгеньев М.И.	215, 319
		Евгеньева И.И.	319

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Егоров А.Е.	87	Зайцев В.Н.	113
Егуткин Н.Л.	20, 28, 50, 76, 77, 83, 84	Закалова Д.С.	266
Елизарова М.К.	226, 227	Залов А.З.	163, 166, 171
Елипашева Е.В.	245	Залуцкий А.В.	73
Ергожин Е.Е.	149	Залялова Л.Ф.	412
Еремин С.А.	199	Занозина В.Ф.	327, 329
Ерина О.В.	246	Запевалов М.А.	114, 301, 315
Ермаков А.А.	105	Запорожец Ю.В.	201
Ермаков С.А.	105	Запорожский А.А.	66, 98
Ермолаева Т.Н.	199	Захарова М.В.	230
Ескалиева Б.К.	256	Захарова О.В.	81
Ефремов А.А.	380	Заходяева Ю.А.	29, 111, 300
Ефремов И.Б.	364	Заяц М.А.	85, 202, 203
Жабборов А.	192	Заяц М.Ф.	85, 202, 203
Жаркова И.М.	222	Зенкевич И.Г.	33, 251
Желтвай И.И.	42, 247	Зиганшин Г.К.	336, 386
Желтвай О.И.	42, 247	Зильберман Б.Я.	159
Жеребцов С.И.	335	Зиятдинова Г.К.	252
Жигачева И.В.	365	Злобина Е.В.	170
Жилинская К.И.	328	Зорин А.Д.	327, 329
Жилко В.В.	200	Зуев Б. К.	304
Жучков А.В.	92, 248	Зуева Ю.Н.	43
Забабурин А.В.	282	Зыков А.В.	79, 204, 253, 254
Завьялов В.Л.	201	Зюзина М.О.	282
Загорулько Е.А.	125		
Зайцев А.И.	233, 249, 250		

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Ибрагимов Г.И.	163, 166	Кантор Л.И.	293, 317
Иванов В.М.	221	Капичон А.П.	287
Иванов С.Л.	112	Капустин В.И.	397
Иванова Г.А.	86	Каранди И.В.	258
Иванова Е.Г.	114	Каранкевич Е.Г.	88, 370
Иванова Л.И.	255	Карицкая С.Г.	367
Ивахненко О.Е.	257	Карманова О.В.	337, 368
Ивахнов А.Д.	87, 309	Карпенко Е.В.	369
Игуменова Т.И.	151, 358	Карцова А.А.	212, 260, 280, 382
Иевлев В.М.	11	Касимов Р.М.	408
Иевлев Д.И.	316	Касимов Ш.А.	190, 192, 193, 194
Иззатиллаев Н.	193	Касьянов Г.И.	98
Ильин А.Н.	72, 150	Качерская С.П.	370
Ильина Н.М.	351	Кашкаров Б.И.	371
Искендеров М.Г.	164, 167	Кашенко О.А.	350
Исламов М.Н.	366	Квачахия Л.Л.	220
Исмаилова А.Г.	170	Кизим Н.Ф.	30
Ихласова Б.И.	366	Ким К.Б.	236
Кабина Е.А.	308	Кипиани А.В.	239
Кадырова Г.И.	338	Киреева Е.Н.	317
Казакова А.С.	337	Кириллов Е.В.	101
Казуб В.Т.	255	Киселева Н.В.	410
Кайсин А.В.	312	Климов Е.С.	178
Калашников И.Н.	71	Ковалева Т.А.	179, 372
Калиев А.Т.	256	Коваленко В.В.	205, 306
Калинкина С.П.	257	Ковальчук И.В.	44
Калмыков В.В.	261	Кодин Н.В.	32
Калюкова Е.Н.	178		
Кантор Е.А.	293		

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Кожевников А.Ю.	309		284, 318,
Кожемяк М.А.	102		328, 354,
Козицина А.Н.	124		355, 394,
Козлова Л.М.	89		395, 401
Коковкин В.В.	31	Корниенко Т.С.	125
Кокорина К.А.	275	Коробицын В.С.	98
Кокурина Н.Ю.	71	Короткая Е.В.	206
Коломникова Я.П.	388	Косив Р.Б.	387
Колтакова Н.С.	254	Костаян А.Е.	32, 111
Колычев И.А.	410	Костенко Е.Е.	127
Колядо А.В.	41, 45	Косулина Т.П.	378
Комаров Б.А.	90	Косырева И.В.	16, 103
Комарова Е.В.	373	Косяков Д.С.	309
Кондратенко Б.М.	299	Котов В.В.	305
Кононова Е.А.	180	Красникова Ю.А.	261
Константинова Н.А.	46	Красовицкий Ю.В.	374
Коншин В.В.	189	Кривенко Н.Н.	144
Коншина Дж.Н.	189	Кривошеева О.А.	277
Копкова Е.К.	338	Крикунова Н.Н.	365
Коренман Я.И.	5, 14, 40, 46, 55, 56, 68, 72, 94, 95, 96, 118, 172, 204, 232, 235, 236, 253, 254, 265, 273, 274, 276, 277, 281, 282, 283,	Куваева З.И.	44, 88, 91, 207, 370
		Кудинов Д.А.	318
		Кудоярова Г.Р.	20
		Кудрявцев Н.П.	312
		Кузнецов В.А.	323
		Кузнецова Е.М.	128
		Кузнецова О.Ю.	208, 262
		Кузовенко Ю.Н.	92
		Кузьмина О.М.	47, 57

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Кулиев К.А.	164, 167, 181	Лещев С.М.	85, 110, 202, 203, 311
Кулиев С.Н.	165	Ливенцова Е.О.	229
Куличенко С.А.	214	Липунова Г.Н.	186
Кульнева Н.Г.	359, 375	Лисицкая Р.П.	322
Куренкова О.В.	129	Литвинова Т.А.	378
Куркин В.А.	210	Логачева Е.Ю.	189
Кучменко Т.А.	55, 118, 134, 151, 268, 289, 318, 322, 400	Логинов А.В.	374
Кушакова А.С.	33, 251	Логинова А.Е.	156
Лавров С.В.	54, 62, 98	Логинова Л.П.	25, 67
Лазарева Е. В.	393	Лозовская Т.С.	130, 379
Лакиза Н.В.	52, 135	Лосева В.А.	380
Лакина А.А.	217	Лукиянова Н.Н.	313
Лапин А.Г.	315	Лыгина Л.В.	261
Лапина Н.Ф.	315	Лысенко Ю.А.	131
Лапшина С.В.	376	Лысова И.В.	362
Левина Н.А.	100	Лыткина Л.И.	196
Левчишин С.Ю.	93	Лялина А.Ю.	312
Левшин Д.Г.	301	Магасумова А.Т.	384
Лекомцев А.С.	48	Магеррамов А.М.	139, 166, 167
Лексин В.В.	377	Мазлина М.А.	242
Лемешева С.А.	263	Макарова Е.Л.	179
Леонтьева С.В.	157	Макитра Р.Г.	49, 369
Лесных А.С.	296	Малахова Н.А.	186
Лесных Н.И.	261	Малая И.П.	50
		Маловская Е.А.	263
		Малютина Т.Н.	222

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Мамедова С.Р.	168	Михайлов В.А.	47, 51, 57
Манелис Г.Б.	43	Михайлова Е.А.	310, 325
Маринина О.И.	316	Михаленко И.И.	180
Маринина Т.Ф.	255	Михеев М.В.	297
Марков В.В.	25, 67	Михеева А.Ю.	267
Марченко А.А.	122, 132	Мишарина Т.А.	365
Марченко Л.А.	122, 132	Мишина А.А.	134, 268
Маршалок О.И.	27	Мищенко В.Я.	416
Маслакова Т.И.	186	Мокшина Н.Я.	14, 53, 79,
Маслова Н.В.	68, 94, 95, 265, 294		106, 204, 235, 236, 253, 254, 273, 274
Мастюкова Т.В.	133		
Матузенко М.Ю.	358		
Махия А.М.	253	Моржухина С. В.	304
Мельникова Е.И.	232, 269, 354, 395, 401	Москвин А.Л.	310, 325
		Москвин Л.Н.	310, 325
Мельницкий И.А.	293, 317	Муждабаева М.А.	338
Менчук В.В.	102	Мукимова Г.Ж.	192, 194
Меркушева И.А.	33	Муксинова Д.А.	158
Мидяна Г.Г.	49	Мурашко Е.А.	382, 383
Микаилова А.М.	153	Мурашова Н.М.	9, 93
Милюкин М.В.	302, 320, 324	Муринов Ю.И.	20
		Мухаматдинова А.Р.	384
Миндиарова Р.Р.	180	Мушреф Х.	386
Мирзаев И.Дж.	191, 193, 194	Мыльцын А.В.	336, 386
		Набиев Ф.А.	339
Мирзаева Х.А.	115, 266	Нагорнов К.О.	397
Мисин В.М.	381	Назипов М.Р.	377
Мисюра Т.Г.	201	Наквасина М.А.	131

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Насимов А.М.	321	Оруджева К.Н.	139
Нахушева И.Б.	272	Осинцев А.А.	336, 386
Небольсин А.Е.	289	Осипова В.А.	52, 135
Недугов А.Н.	312	Оскотская Э.Р.	140, 141
Неудачина Л.К.	52, 120, 135	Остапишин В.Д.	308
Нефедова Т.А.	150	Остробородова С.Н.	392
Нехаевский С.Ю.	34, 35	Очкин А.В.	34, 35
Никитина С.А.	402	Павлова Л.А.	136
Никитченко Н.В.	136, 138, 210	Пальчикова Е.Я.	49, 369
Никифорова О.Ю.	289	Паляныця Л.Я.	387
Николаев Н.А.	364	Панфилова И.А.	282
Николаева М.В.	327	Парфэ Л.А.	323
Никулина А. В.	322	Пасечник Л.А.	107
Нифталиев С.И.	46, 53, 96, 269, 273, 274, 355, 401	Пахомова О.А.	96, 273, 274
Новикова Е.А.	136	Пашаджанов А.М.	182, 183
Новоселецкая О.В.	122	Пашенко Л.П.	388
Носов А.И.	262	Первова М.Г.	184
Объедкова Е.В.	260	Переведенцева В.С.	292
Ожимкова Е.В.	270	Переверткина И.В.	389
Окишева Н.А.	390	Перлова О.В.	102
Оленин А.Ю.	99	Пестов А.В.	52, 135
Омариева Л.В.	271	Петрашкевич Н.В.	202, 203
Онучак Л.А.	136, 138, 210	Петров Б.И.	69
Орлова И.Г.	272	Петрова Н.К.	74
		Петрова Ю.Ю.	275
		Петрухин О.М.	26, 36
		Пилипенко А.В.	276, 277

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Платонов И.А.	136, 138, 210	Протасова Л.Г.	186
Плеханов П.В.	124	Прутенская Е.А.	391
Плотникова С.Е.	53	Пугачева О.И.	227
Плюха С.Ю.	54, 98	Пушкарева К.С.	169
Погребная Д.А.	134	Пысина М.В.	103
Подкатилова Е.С.	123, 241	Пьянова Л.Г.	116
Подкопайло Р.В.	216	Радущев А.В.	158, 162
Подолина Е.А.	303	Разумникова И.С.	206
Поздеева М.Г.	390	Рамазанов А.Ш.	271
Покинъброда Т.Я.	369	Расулов Ч.К.	339
Поленов И.В.	350	Рахманько Е.М.	200, 278
Полухина В.П.	378	Ревельский А.И.	117, 279
Полянских Е.И.	278	Ревельский И.А.	279
Поникаров С.И.	361	Редькина Т.А.	52, 135
Пономарева Е.А.	217	Родионов С.А.	159
Попова Л. В.	368	Родионова Н.С.	352, 392
Попова Н.В.	201	Рокун А.Н.	393
Попова Н.Н.	55	Романовская Г.И.	99
Попова С.К.	37	Романовская Т.И.	340
Порчхидзе А.Д.	238, 239, 243	Романовский И.А.	340
Прасолов Д.В.	380	Рославцева Е.В.	135
Пристай М.В.	369	Рудаков О.Б.	303
Провоторова М.А.	235	Руденко А.О.	280
Просветова А.П.	211	Рудниченко Е.С.	394, 395
Просвирякова А.В.	112	Русанова Т.Ю.	100
Просеков А.Ю.	206	Русинов Г.Л.	124, 184
Проскурина О.В.	358	Рустамов Н.Х.	183
		Рустамов С.Т.	339
		Рыжова Г.Л.	70

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Рычков В.Н.	101	Сидорова А.А.	212, 382
Рябухова Т.О.	390	Силина Ю.Е.	118, 400
Саввин П.Н.	356, 373	Симонова Т.Н.	185
Савченко Л.Н.	255	Сиразиева Л.Ф.	377
Сажина Н.Н.	381	Ситников А.И.	144
Сазикова Е. М.	286	Ситников Д.Н.	398
Сазонова В.Ф.	102	Скляднев Е.В.	409
Саликов П.Ю.	346	Скребец Т.Э.	87
Салоутин В.И.	184	Скринник М.М.	320, 324
Самойленко Н.Г.	43	Скупова И.Н.	104
Саморукова М.А.	184	Славинская Г.В.	129, 143
Санникова Е.Ю.	284	Славинский К.А.	58
Санникова Н.Ю.	56, 281, 282, 283, 284	Смирнов Е.В.	261
Сафаров А.М.	384	Смирнова М.А.	341
Сахнюк И.И.	396	Смитюк Н.М.	407
Светлов А.А.	413	Соколова Л.И.	213, 286, 316
Светлов Д.А.	414, 415	Соколова С. А.	305
Свиридова Е.А.	144	Солнцев С.А.	397
Седелкин В.М.	390	Солтанова С.М.	168
Сейткалиева Д.К.	104	Сорокина А.В.	408
Селиванова А.А.	269	Сорокина Ю.Н.	144
Селиванова Е.В.	391	Сотникова Н.Г.	68
Селифонова Е.И.	16, 103	Сохраняева А.С.	146
Семенов И.А.	398	Спасский К.Г.	96
Семенов Я.С.	37	Спиваков Б.Я.	14
Семина Е.И.	47, 57	Спиридонов Б.А.	118, 400
Сергеев Г.М.	245	Стажарова Е.С.	379
		Старова В.С.	214

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Старцев В.А.	120	Теслюк О.И.	229
Статкус М.А.	146	Тиллаев Х.Р.	190, 192, 193
Стекольников К.Е.	305	Тимофеева И.И.	325
Стенин Л.А.	105	Титов С.А.	326
Степанов С.И.	12, 58	Титова Н.Н.	284, 379
Стожко Н.Ю.	186	Титова Н.П.	160
Стойко В.И.	287	Титова Т.В.	304
Султанова Г.Е.	215	Тихомиров С.Г.	39
Сильман Э.М.	391	Ткачев А.В.	363
Сурнин В.А.	313	Токарев М.С.	253
Суханов П.Т.	5, 72, 94, 95, 150, 257, 265, 281, 282, 283, 284	Томнатова С.Б.	283
Сысоева М.А.	86, 208, 262, 402	Трепачев С.А.	112
Сячинова Н. В.	332	Третьяков М.Ю.	216
Тавдишвили Д.Р.	239	Троеглазова А.В.	170
Тарабанько В.Е.	341, 399	Трофименко Н.Н.	316
Тарасевич Т.В.	368	Трубачев А.В.	148
Татаева С.Д.	187	Трубачев Д.А.	148
Теймуров Э.Ф.	168, 188, 345	Трубачева Л.В.	148
Темербулатов М.Т.	366	Труханова Н.В.	293, 317
Темердашев З.А.	189	Туктарева Т.А.	162
Темерев С.В.	69	Тураев Х.Х.	190, 191, 192, 193, 194
Теренина М.Б.	365	Тынчерова А.А.	217
Терехова И.И.	284	Тюлина Н.Е.	327, 329
Терлецкая А.В.	320	Тюнина М.А.	70
		Тюркин И.А.	268
		Ульянов Б.А.	398

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Ульянова О.А.	399	Хрипушин В.В.	94, 294,
Умарханов Р.У.	134, 289,		404
	322, 400	Хрупина Е.А.	372
Урьяш В.Ф.	71	Худякова С.Н.	195
Фаминская Л.А.	71	Хуторянский В.А.	405
Федорова М.Н.	374	Цвигун О.Н.	185
Федорук В.А.	359	Центнер Д.Д.	286
Филимонов В.Н.	291, 292	Цизин Г.И.	146
Филякова В.И.	184	Цыплаков С.Е.	305
Фисенко М.О.	401	Цыплухина Ю.В.	96, 204
Фокин В.Н.	328	Цюрупа М.П.	136
Фролова М.А.	90	Ча Е.С.	316
Хабибрахманова В.Р.	86, 402	Чагир Т.С.	218
Хазиев Р.Ш.	217	Чарушин В.Н.	124, 184
Хантургаев А.Г.	73, 342	Чвиров П.В.	406
Харитоновна Л. А.	257	Чекмарев А.М.	12
Хведелидзе В.Г.	357, 403	Челбина Ю.В.	341
Хведелидзе Г.В.	357, 403	Черкасов Р.А.	157
Хвиюзов С.С.	309	Чернова Р.К.	16, 60,
Хвостов А.А.	39		89, 103
Хмара Е.Ф.	184	Черновец А.Н.	110
Хмелева М.В.	327, 329	Чернышева О.С.	67
Холова А.Р.	293	Черняев А. П.	213
Холстинникова Е.В.	406	Черняк М.Ю.	341
Холькин А.И.	29, 111,	Чехова Т.М.	308
	300, 331	Чигарева Е.Н.	295
Холявка М.Г.	372	Чижев Д.Л.	184
Хохлов В.Ю.	246	Чикалова А.М.	236
		Чмиленко Ф.А.	195, 407

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Чмиль В.Д.	22	Шкинев В.М.	14
Чопабаева Н.Н.	149	Шогенов Ю.Х.	151
Чугунова И.А.	374	Шорманов В.К.	198, 211, 219, 220, 226, 227, 295
Чудинова Л.П.	349		
Чурилина Е.В.	72, 95, 150, 323		
Чучалина И. В.	286	Шрубок А. О.	343
Шабанов И.Е.	92	Шуляковская Д.О.	278, 311, 334
Шабанова Ч.М.	408		
Шаклеина В.А.	367	Шумилова М.А.	148
Шапиро С.В.	334	Шутилин Ю.Ф.	38, 337
Шаповалов Ю.Н.	346, 409	Щелокова Е.А.	338
Шаталов Г.В.	72, 79, 106, 150, 246, 323	Щербина Л.А.	406
		Экспериандова Л.П.	231
Шахабудинов А.Ш.	187	Эфендиева Н.Г.	188
Швабюк О.В.	387	Эшкурбонов Ф.Б.	190, 191
Швец М.В.	22	Юдина А.Е.	378
Шевченко Т.Н.	410	Юрасов Н.А.	100
Шенцова Е.С.	196, 296	Юртов Е.В.	9, 93
Шестопалова Н.Б.	89	Юрченко О.И.	160
Шилова А.С.	219	Юсевич А. И.	343
Шипуло Е.В.	26, 36	Юшкова Е.И.	411
Ширеторова В.Г.	73, 342	Ягов В.В.	306
Широкова А.Г.	107	Яковлев Н.Н.	54, 62
Шичкина Е.С.	373	Якуба Ю.Ф.	230, 237
Шишацкий Ю.И.	54, 62, 98	Якушева М.Н.	257
Шишкин Д.Н.	74	Якшин В.В.	75, 297
Шишов А.Ю.	310	Янбаев С.П.	336, 386
		Ярмухаметова Г.У.	334

IV Международная конференция «ЭОС–2010»

Яруллина Р.Р.	412
Ястребова Н.И.	60, 108
Яценко С.П.	107
Яцун С.Ф.	416
Яшкин С.Н.	344, 371, 383, 413, 414, 415
Яшкина Е.А.	414, 415



Группа компаний «СИМАС» предлагает широкий ассортимент лабораторного оборудования, расходных материалов и лабораторной посуды для научных и производственных лабораторий от ведущих европейских и американских производителей.

Мы поставляем:

Оборудование общего назначения

Анализаторы азота по методу Кьельдаля, бани, гомогенизаторы, колбонагреватели, мешалки, морозильные камеры, муфельные печи, термостаты, центрифуги, шейкеры, шкафы вытяжные, шкафы сухожаровые, экстракторы жиров и многое другое

Пробоотборники и пакеты для пробоотбора («Вихрь»).

Продукцию KONIK (Испания) — новинка!

- РОБОКРОМ, устройства для пробоподготовки и автоматической подачи образца
- Газовые хроматографы (HRGC 4010 и 5000 В)
- Жидкостные хроматографы (HPLC 550 и 600 В)
- Масс-спектрометры (MS-Q12)
- Газо-жидкостные хроматографы (К2 HPLC + HRGC)
- Хромато-масс-спектрометрические комплексы



**Фильтры, аксессуары для фильтрации, экстракции
и хроматографии**

*WHATMAN /GE (США-Великобритания-Германия),
ТЕКНОКРОМА (Испания)*

- Фильтры — бумажные, мембранные, поршневые, капсульные, центрифужные, насадки на шприц. Материалы фильтров — целлюлоза и её производные (нитрат, ацетат, смешанные эфиры), стекловолокно, ПТФЭ, нейлон, ПВХ, оксид алюминия, полиамид, поликарбонат, полиэфирсульфон.
- Фильтровальные установки — стеклянные, металлические (нержавеющая сталь)
- Экстракционные гильзы из целлюлозы и стекловолокна
- Расходные материалы для использования в биохимии
- Хроматографические колонки, пластинки для ТСХ, носители для хроматографии
- Вials, септы, шприцы

Кроме того, предлагаем:

- Лабораторную мебель
- Оборудование и расходные материалы для микробиологии, в т.ч. питательные среды
- Оборудование для тестирования нефти и нефтепродуктов

Будем рады сотрудничать с Вами!

ООО "СИМАС ИнтерЛаб"

117587, Москва, Варшавское шоссе, д. 125, стр. 1

т/ф (495) 311-22-09, 319-22-78, 781-21-58

info@simas.ru, www.simas.ru



В работе современной аналитической лаборатории пробоподготовка становится все более критичным фактором как для сокращения затрат рабочего времени, так и для увеличения селективности. Экстракция является одним из широко используемых методов, однако, несмотря на постоянное совершенствование экстракционных технологий, процесс экстракции обычно весьма длителен.

50-ти летний опыт компании **BUCHI Labortechnik AG** в создании приборов для экстракции позволил создать серию новых систем для экстракции под давлением **SpeedExtractor**, в которых сочетаются простота работы и высокая производительность при относительно невысоких эксплуатационных затратах.

SpeedExtractor позволяет экстрагировать за 20 – 40 минут шесть проб **ОДНОВРЕМЕННО**. При такой работе производительность прибора составляет до 96 образцов за рабочий день!

Отличительной особенностью **SpeedExtractor** является непревзойденное удобство в эксплуатации прибора – не требуется ни свинчивание ячеек вручную, ни продолжительное программирование. После загрузки рабочего метода процедура экстракции запускается, а экстракционные ячейки герметизируются автоматически. Стандартный цикл также включает промывку системы растворителем со сливом в отдельный контейнер.

SpeedExtractor может работать в диапазоне температур от 50 до 200°C при давлении от 50 до 150 бар, с ячейками разных объемов: 10, 20, 40, 80 и 120 мл и приемными флаконами объемом 60, 220 и 240 мл.



С помощью внешнего ПО можно не только варьировать параметры процесса, но и записывать процедуру экстракции, что важно как для разработки методик, так и для документирования работы (GMP).

Дополнительным преимуществом является использование приемных флаконов, совместимых с системами параллельного упаривания BUCHI Multivapor или Syncore Analyst для экспресс-упаривания экстрактов.

Имеется выбор отработанных методик для экологии и пищевой промышленности, а также для исследований в фармацевтике и полимерах.

За дополнительной информацией просим обращаться в ЗАО «ДОНАУ Лаб Москва» (www.donaulab.ru).

СОДЕРЖАНИЕ

Пленарные доклады.....	4
Секция 1. Теория и моделирование экстракционных процессов.....	24
Секция 2. Новые экстракционные системы, применение нано- субмолекулярных технологий в экстракции. Субкритическая и сверхкритическая экстракция.....	63
Секция 3. Экстракционная хроматография твердофазная экстракция. Экстракция в системах с газовой фазой.....	109
Секция 4. Экстракция с применением органических лигандов.....	152
Секция 5. Экстракция в органическом анализе в т.ч. пищевых продуктов, медицинских и фармацевтических препаратов.....	197
Секция 6. Экстракция в экоаналитике.....	298
Секция 7. Экстракция в химической и нефтехимической промышленности и биотехнологии. Оборудование и технологические процессы.....	330
Авторский указатель.....	417

Научное издание

IV МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«ЭКСТРАКЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ»

КАТАЛОГ ДОКЛАДОВ

Научный редактор Я.И. Коренман
Электронная верстка А.В. Зыков,
Н.Ю. Санникова

Подписано в печать 01.07.2010. Формат 60 x 84 1/16
Усл. печ. л. . Тираж 250 экз. Заказ № .

ГОУВПО «Воронежская государственная технологическая академия»
(ГОУВПО «ВГТА»)
Отдел полиграфии ГОУВПО «ВГТА»
Адрес академии и отдела полиграфии:
394036, Воронеж, пр. Революции, 19