

Российская академия наук
Отделение химии и наук о материалах

Научный совет
по аналитической химии

Отчет за 2021 год

Москва 2022

Электронный отчет НСАХ РАН

<http://www.wssanalytchem.org/nsakh/SitePages/reports.aspx>

Бюро совета благодарит членов комиссий, отделений совета и организации, представившие материалы в отчет за 2021 г., а также председателей комиссий, принявших участие в обработке поступившего материала

*Научный совет РАН по аналитической химии
поздравляет заместителя председателя совета
член-корреспондента РАН В.П. Колотова
с награждением медалью имени
Хевеши (The Hevesy Medal Award 2021)
в знак признания его вклада
в радиоаналитическую химию и радиохимию.*

Поздравляем лауреатов премии совета за 2021 год

Премия в номинации

«За существенный вклад в развитие аналитической химии»

присуждена

Д.х.н., профессору В.И. Вершинину

(Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
кафедра аналитической химии)

Молодежные премии

присуждены

к.х.н. М.С. Ермолину и к.х.н. А.И. Иванееву

(Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН)
*за разработку комплексного подхода к выделению и анализу наночастиц
окружающей среды*

м.н.с. А.С. Ужель

(МГУ им. М.В. Ломоносова)

*за разработку новых подходов к формированию ковалентно привитых
функциональных слоев анионообменников с различной структурой*

м.н.с. С.А. Бабину и инженеру-электронику А.А. Дзюбе

(Институт автоматизации и электрометрии СО РАН, Новосибирск)

*за создание новых спектрометров для метода сцинтилляционной атомно-
эмиссионной спектроскопии.*

СОДЕРЖАНИЕ

НАУЧНЫЕ ДОСТИЖЕНИЯ В 2021 г.....	7
<i>МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.....</i>	7
<u>Методы определения.....</u>	7
Спектроскопические методы.....	7
Рентгеновские методы.....	7
Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП.....	10
Атомно-абсорбционные методы.....	17
Спектрофотометрические методы.....	18
Методы колебательной спектроскопии.....	20
Другие спектроскопические методы.....	21
Масс-спектрометрические и родственные им методы	26
Хроматографические и родственные им методы.....	35
Газовая хроматография.....	35
Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография.....	38
Хромато-масс-спектрометрия.....	46
Тонкослойная хроматография.....	51
Капиллярный электрофорез.....	52
Другие хроматографические методы.....	56
Общие вопросы хроматографии. Приборы.....	59
Электрохимические методы.....	62
Потенциометрия. Ионоселективные электроды.....	62
Вольтамперометрия.....	66
Кулонометрия.....	72
Электрохимические сенсоры.....	73
Биохимические методы.....	79
Элементный анализ органических соединений.....	91
<u>Методы разделения и концентрирования. Общие вопросы пробоподготовки.....</u>	92
Сорбционные методы.....	92

Экстракционные методы.....	101
Другие методы разделения и концентрирования.....	103
Другие методы определения.....	105
Методы обнаружения и идентификации.....	108
<i>СПОСОБЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ. ОБЩИЕ ПОДХОДЫ К АНАЛИЗУ.....</i>	110
Тест-методы и тест-средства анализа.....	110
Химические сенсоры (без электрохимических).....	111
Наноаналитика.....	118
Микрочипы. Микрофлюидика.....	125
Локальный анализ.....	126
Хемометрика. Математизация химического анализа	127
Метрология и стандартизация анализа.....	136
Общие вопросы пробоотбора.....	151
<i>ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.....</i>	151
<i>ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ</i>	152
НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА В 2021 г.....	153
КНИГИ.....	171

МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методы определения

Спектроскопические методы

Рентгеновские методы

1. Разработана методика определения рудных, породообразующих и микроэлементов в озерных и континентальных железомарганцевых конкрециях методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Проблема отсутствия стандартных образцов озерных и континентальных железомарганцевых конкреций была решена при использовании методов, позволяющих минимизировать влияние минерального состава на точность результатов, а именно сплавление порошковых проб с боратными флюсами при РФА с волновой дисперсией и использование для расчета метода внутреннего стандарта при РФА с полным внешним отражением. С учетом спектральных наложений аналитических линий и влияния размера частиц была предложена комбинация методов, позволяющая определять основные породообразующие (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn, Fe), а также микроэлементы (V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Rb, Sr, Y, Zr, Ba и Pb).

Chubarov V.M., Pashkova G.V., Panteeva S.V., Amosova A.A. Multielement analysis of continental and lacustrine ferromanganese nodules by WDXRF, TXRF and ICP MS methods: intercomparison study and accuracy assessment // Applied Radiation and Isotopes. 2021. V. 178. 109981. doi: 10.1016/j.apradiso.2021.109981.

Чубаров В.М., аспирант, chubarov@igc.irk.ru; Амосова А.А., amosova@igc.irk.ru; (Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, лаборатория рентгеновских методов анализа, Иркутск).

2. Разработана методика определения породообразующих элементов в образцах порошковых торфяных отложений методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) с учетом оценок влияния гранулометрического и минерального состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции.

Проведены теоретические оценки влияния гранулометрического состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции для аналитических линий основных породообразующих элементов в различных минералах,

присутствующих в торфяных отложениях, и целлюлозы как модели органической составляющей торфа. Экспериментальные оценки влияния минерального и гранулометрического состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции показали, что измельчение проб не позволяет полностью устранить влияния гранулометрического состава одновременно для всех петрогенных элементов, при этом дополнительное истирание до достижения среднего размера частиц менее 20 мкм приводит к уменьшению погрешности анализа.

Разработана методика определения основных породообразующих элементов в торфяных отложениях из прессованной порошковой пробы при построении градуировочных функций с использованием стандартных образцов осадочных горных пород и донных отложений. Показано, что анализ пересованных образцов может быть проведен без соответствующих по составу стандартных образцов с точностью, уступающей точности способа сплавления, однако достаточной для палеоклиматических реконструкций.

Amosova A.A., Chubarov V.M., Finkelshtein A.L. Features of X-ray fluorescence determination of rock-forming elements in powder samples of peat sediments // X-Ray Spectrometry. 2021. (Early view). doi: 10.1002/xrs.3267.

Амосова А.А., amosova@igc.irk.ru; Чубаров В.М., chubarov@igc.irk.ru; Финкельштейн А.Л., д.т.н., зав. лабораторией. finkel@igc.irk.ru (Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, лаборатория рентгеновских методов анализа, Иркутск).

3. Разработан подход к определению минерального состава медных руд, основанный на использовании только рентгеновских методов (рентгенодифракционного и рентгенофлуоресцентного анализа) и исключаящий процедуры выщелачивания и растворения проб. Наличие аморфной фазы предложено учитывать путем прямого расчета массовых долей кристаллических фаз методом G-фактора, общее содержание меди предлагается определяли реитгенофлуоресцентным методом. Возможности такого подхода изучены на примере руд Джусинского и Весеннего месторождений. Данный подход позволил определять первичные и вторичные сульфиды меди по градуировочным характеристикам (3 мин), а также полный фазовый состав па этапе рутинного анализа (10-15 мин) и в исследовательских целях (15-20 мин). В качестве экспресс-метода предложено определять содержание меди первичных сульфидов в диапазоне 1,5–2 % (массовые доли) с использованием градуировочной характеристики.

Правильность результатов подтверждена сопоставлением с результатами стандартизованного метода по ГОСТ 33207-2014. Показатель точности составил $\pm 0,06$ %.

Козлов А.С., Чижов П.С., Филичкина В.А., Филиппов М.Н. Определение минерального состава медных руд рентгеновскими методами// Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2021. Т.87. №10. С.5-11. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-10-5-11.

Козлов А.С. инженер, kozlovas44@gmail.com; Филичкина В.А., к.х.н., зав. кафедрой fil_vera@mail.ru (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»); Чижов П.С., к.х.н. pavel.chizhov@gmail.com (Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, Химический факультет.); Филиппов М.Н., mn@filippov.org.ru (Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, лаборатория химического анализа).

4. Разработаны методики анализа археологических объектов с помощью микрорентгенофлуоресцентного спектрометра Bruker Tornado M4 Plus. Выбраны условия картирования образцов со сложной геометрией поверхности, показано, что при использовании рентгеновской трубки с коллиматорной оптикой возможно получение карт распределения элементов при перепадах рельефа поверхности образца до 25 мм.

Разработан подход к определению токсичных примесей Cd, Pb, Cr, Ni, Рb и Cu в неорганических удобрениях неразрушающим методом рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО) в суспензиях образцов. Изучено влияние выбора внутреннего стандарта V, Ga, Y, Se для количественных расчетов на правильность полученных результатов. Прямое определение мышьяка затруднено из-за мешающего влияния свинца, поэтому для определения этого элемента разработана методика его селективного выделения на новом S-,N-содержащем сорбенте с последующим определением аналита в фазе сорбента методом РФА ПВО. Весь цикл наработок использован для анализа *in situ* объектов различного состава.

Статкус М.А., к.х.н., mstatkus@gmail.com, Филатова Д.Г. , к.х.н., dashafromhome@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования и лаборатория спектральных методов анализа).

5. Разработана методика рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) для определения цинка в фуллереновом производном Zn-содержащего пирофеофорбида (вычислено 4,16% Zn, найдено - 3,8% Zn). Полученный результат соответствует моноприсоединению молекулы Zn-содержащего пирофеофорбида к фуллереновому каркасу.

Буяновская А.Г., к.х.н., зав. лабораторией, analyst@ineos.ac.ru (Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, лаборатория микроанализа, Москва).

6. Разработан способ определения ионов металлов, основанный на сорбционном концентрировании элементов полимерными высокомолекулярными гидрогелями и последующем прямом анализе сорбента методом рентгенофлуоресцентного анализа. Пределы обнаружения металлов составляют 7, 17, 7 и 10 нг/мл для ионов Fe(III), Cr(VI), Cu(II) и Mn(II), соответственно.

Симакина Я.И., yana.igorevna@list.ru (ГЕОХИ РАН, лаборатория инструментальных методов и органических реагентов).

Атомно-эмиссионные методы, в том числе с ИСП

1. Предложена методика инструментального анализа твердых проб теллура методом АЭС с электротермическим испарением проб (ЭТИ) и возбуждением в двухструйной дуговой плазме (ЭТИ-ДДП-АЭС). Для снижения матричных влияний выбрана температурная программа ЭТИ, обеспечивающая раздельное испарение основы пробы и аналитов. Показано, что использование метода ЭТИ-ДДП-АЭС обеспечивает ПО 12 аналитов в диапазоне от $2 \cdot 10^{-9}$ до $4 \cdot 10^{-6}$ % мас., что в 2-50 раз ниже по сравнению с методом ИСП-АЭС.

Kuptsov A.V., Medvedev N.S., Lundovskaya O.V., Saprykin A.I., Labusov V.A. Direct analysis of tellurium solid samples with a two-jet arc plasma using electrothermal vaporization. // J. Anal. At. Spectrom. 2021. V. 36. P. 2669-2674. (Q1, IF=4,023).

Разработаны комбинированные методика ИСП-АЭС и ИСП-МС анализа высокочистого кадмия с концентрированием примесей вакуумной отгонкой основы, позволяющие одновременно определять до 57 элементов-примесей с пределами обнаружения $1 \cdot 10^{-7}$ - $4 \cdot 10^{-4}$ % мас., что позволило

охарактеризовать примесный состав кадмия и его оксида чистотой до 6N (99,9).

Lundovskaya O.V., Medvedev N.S., Tsygankova A.R., Volzhenin A.V., Saprykin, A.I. "Multi-element optical emission and mass-spectrometry analysis of high-purity cadmium with vacuum preconcentration by matrix volatilization" // Spectrochimica Acta - Part B. Atomic Spectroscopy. 2021. V. 177. Номер статьи 106049, 5 стр. (Q1, IF=4,023) 999 % мас).

Сапрыкин А.И., д.т.н., профессор, saprykin@niic.nsc.ru; Медведев Н.С., medvedev@niic.nsc.ru (Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Аналитическая лаборатория, Новосибирск).

2. Приведено сравнение методов пробоподготовки при определении кобальта и никеля в моче (прямого анализа, разбавления и СВЧ-минерализации), сопоставлены пределы обнаружения и определения, оценены некоторые метрологические характеристики, которые могут быть достигнуты при использовании этих методов пробоподготовки. Процедура была протестирована на образцах искусственной и настоящей мочи. Показано, что курсовой прием витаминных комплексов в терапевтических концентрациях не приводит к достоверному увеличению концентраций аналитов в моче, тогда как прием повышенных концентраций (например, в 2 раза) позволяет определять их с помощью ИСП-АЭС. Однако даже в этом случае концентрации кобальта и никеля остаются на относительно низком уровне, не способном привести к значительному усилению эритропоэза.

Quantification of cobalt and nickel in urine using inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy / Heliyon, V. 7, e06046. DOI: 10.1016/j.heliyon.2021.e06046.

Темердашев А.З., д.х.н., доцент, TemerdashevAZ@gmail.com (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

3. Обсуждены возможности и ограничения ИСП-МС и ИСП-АЭС определения олова в водах Черного и Азовского морей без предварительного выделения и концентрирования аналита. Установлены условия анализа вод, влияние разбавления и матричных компонентов на результаты анализа. На образцах морской воды, характеризующихся высокой минерализацией, наблюдали значительное снижение аналитического сигнала олова. Нивелирование матричного влияния морской воды на аналитический сигнал

достигали разбавлением образца до 100 раз. Методы позволяют определять олово при концентрациях от 0.33 мкг/дм³ (ИСП-МС), 0.37 мкг/дм³ (ИСП-АЭС) до 5 мкг/дм³ в природной (пресной) воде или морской воде с низким уровнем солености по градуировочному графику на деионизованной воде. Для ИСП-МС и ИСП-АЭС определения олова в морской воде с уровнем солености выше 6 ‰ при концентрации олова более 5 мкг/дм³ требуется использование градуировочной зависимости, построенной на модельной морской воде с учетом солености объекта. Проведенные исследования показали, что содержание олова в реке Кубань составляет 0.13 мкг/дм³. В Азовском море концентрация олова в воде, в зависимости от места отбора проб, составила менее 0.33 мкг/дм³ (г. Тамань) и 1.8 мкг/дм³ (г. Темрюк, торговый порт). В Черном море концентрация олова в образцах морской воды, отобранной в г. Новороссийске, выше и колебалась от 0.55 мкг/дм³ (набережная) до 1.5 мкг/дм³ (морской порт) и 2.1 мкг/дм³ (зерновой терминал).

Абакумова Д.Д., Темердашев З.А., Абакумов П.Г. Возможности и ограничения прямого определения олова методами спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой в водах Азовского и Черного морей // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25. № 2. С. 84-97.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор, Temza@kubsu.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

4. Применение сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектрометрии для анализа *in situ* геологических образцов при изучении благороднометальной минерализации. Методом сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектрометрии (САЭС) исследованы метаморфизованные углеродсодержащие породы сарминской серии из южной части Байкальского выступа фундамента Сибирского кратона. Для определения валовых содержаний благородных металлов (БМ), их элементов-спутников и элементного состава микроминеральных фаз использована прямая методика дуговой САЭС. Применение спектрометра с высоким временным и спектральным разрешением "Гранд-1500-Поток" (ООО "ВМК-Оптоэлектроника", Россия) обеспечило пределы обнаружения Au, Ag и элементов платиновой группы (Pt, Pd, Ir, Os, Rh, Ru) на уровне 1-50 нг/г. Валовые содержания БМ в пробах варьировали (г/т): Au 0.013 - 0.79; Ag 0.03-1.7; Pt 0.04 - 0.1; Pd 0.002 - 0.008; Ir, Os, Rh и Ru – в сумме не более 0.005. В сцинтилляционных спектрах зарегистрировано более 270 000 частиц и свыше

15 000 вариантов разных по элементному составу ассоциаций 28 элементов, которые представлены моно- и многоэлементными частицами самородных БМ, их интерметаллидов, сульфидов, арсенидов, селенидов и сульфосолей в сочетании с неблагородными металлами. Обнаружены самородные частицы золота размером от 2 до 22 мкм. Частицы самородного серебра и серебросодержащих соединений варьируют от 2 до 10^{-16} мкм. Частицы Pt и Pd имеют размеры 2-6 мкм. По предварительным оценкам средние диаметры частиц самородных Ir, Os, Rh и Ru составляют 2-4 мкм. Установлены ряды распространенности элементных ассоциаций всех БМ. Самое большое число и разнообразие соединений установлено для серебра. Платина, палладий, осмий, родий и рутений преимущественно образуют соединения из двух элементов (Pt-As, Pd-S, Pd-Mo, Pd-Sn, Os-S, Os-Cr, Rh-Se, Ru-S и др.). Интерметаллические соединения и другие элементные ассоциации Au и Ir крайне редки (от 1-2 до 25 частиц в 1 г пробы).

Разработанная методика дуговой САЭС рекомендована для получения новых данных о валовых содержаниях Au, Ag, Pt, Pd, Ir, Os, Rh и Ru, а также составе микрофаз – носителей БМ в порошках углеродсодержащих пород без химической пробоподготовки. Готовность этой разработки к применению оценивается на 65-70%).

Данилова Ю.В., Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Савельева В.Б., Данилов Б.С. Благородные металлы в породах сарминской серии: фазовый состав и элементные ассоциации // Геохимия. 2021. Т. 66. № 3. С. 262–274. DOI: 10.31857/S0016752521010027;

Danilova Y.V., Vasil'eva I.E., Shabanova E.V., Savelyeva V.B., Danilov B.S. Noble Metals in Rocks of the Sarma Group: Phase Composition and Element Associations // Geochemistry Int. 2021. Vol. 59, P. 301–313. <https://doi.org/10.1134/S001670292101002X>

Васильева И.Е., д.х.н., vasira@igc.irk.ru; Шабанова Е.В., д.ф.-м.н. shev@igc.irk.ru (Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов, Иркутск).

5. Оценивание точности результатов одновременного определения Na, K, Li, Rb и Cs в геохимических объектах методом пламенной атомно-эмиссионной спектроскопии. Распространенность Na, K, Li, Rb и Cs (ЩЭ) в природных образцах отличается в тысячи раз, что существенно осложняет их одновременное определение и приводит к необходимости каждую пробу анализировать неоднократно методами с разными пределами обнаружения. Тем не менее, благодаря использованию современного оборудования, была

разработана методика одновременного определения пяти ЩЭ методом пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии (ПАЭС) в горных породах разнообразного состава и генезиса, рыхлых и донных отложениях, почвах и золе энергетических углей, аэрозольный перенос которых является причиной загрязнения природных территорий. Особенности методики являются получение концентрированных растворов градуировочных и исследуемых образцов при однотипной химической пробоподготовке, использование селективного низкотемпературного пропан-бутанового пламени для возбуждения атомов всех щелочных металлов, многоканальная фотоэлектрическая регистрация атомно-эмиссионных спектров. Специфическая обработка спектральных данных при построении градуировочных зависимостей и вычислении содержаний аналитов обеспечивает минимизацию матричных и спектральных помех при использовании для градуировки растворов стандартных образцов разнообразного состава. Диапазоны определения содержаний ЩЭ расширены за счет улучшения их пределов обнаружения и использования нескольких аналитических линий на верхних границах определения Na, K и Rb. Правильность оценена при сравнении результатов ПАЭС методики с результатами, полученными по методикам рентгенофлуоресцентной и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, а также методами стандартных добавок и разбавления, и удовлетворяет требованиям геолого-геохимических исследований.

Зак А.А., Шабанова Е.В., Васильева И.Е. Точность результатов одновременного определения Na, K, Li, Rb и Cs в геохимических объектах методом пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25. № 1. С. 6-19. DOI: 10.15826/analitika.2021.25.1.004.

Шабанова Е.В., д.ф.-м.н., shev@igc.irk.ru; Васильева И.Е., д.х.н., vasira@igc.irk.ru; Зак А.А. (Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов, Иркутск).

6. Проведено сравнение пяти методов подготовки проб для количественного определения 31 элемента в гуминовых веществах бурого угля (ГВ) с помощью ИСП–АЭС с точки зрения полноты выделения и форм существования элементов. Для оценки общего содержания методы включают (1) приготовление водного коллоидного раствора ГВ с последующей прямой инъекцией образца без разложения, (2) озоление с последующим сплавлением с метаборатом. Для учета (оценки) форм существования

элементов — (3) приготовление водного коллоидного раствора ГВ с последующим центрифугированием и прямым анализом без разложения; (4) обработку кипящей азотной кислотой и (5) микроволновое разложение азотной кислотой при 250 °С для кислоторастворимых форм. Результаты анализа существенно зависят от выбранного метода пробоподготовки из-за специфических особенностей ГВ, одновременного присутствия многих неорганических компонентов в широких диапазонах концентраций и значительной доли органической матрицы; определение общего минерального состава ГВ, как макро-, так и микрокомпонентов, требует сочетания методов разложения и пробоподготовки.

Волков Д.С., к.х.н., dmsvolkov@gmail.com; Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН, proskurnin@gmail.com; Карпухина Е.А. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

7. Разработана методика прямого определения Al, Mg, Ti, Cr, Mn, Nb, La, Nd, Eu, Gd, Tb, Dy, Tm, Yb, Lu, Hf, Ni, Cu, Fe, Zr, Sm и Co методом ИСП-АЭС в отходах самариево-кобальтовых магнитов. Оценено влияние матричных компонентов на все определяемые элементы. С целью минимизации матричного эффекта исследовано влияние рабочих параметров (мощности и скорости распылительного потока) с использованием двух режимов наблюдения плазмы (аксиального и радиального). Показано, что аксиальный режим обзора плазмы более чувствителен к матричным эффектам, чем радиальный обзор, разница в величине матричного эффекта для двух режимов составила 5–15% в зависимости от определяемого элемента. Найдены робастные условия для анализа - расход распылительного потока аргона 0.5–0.6 мл/мин и мощность ВЧ-генератора 1400 Вт. Методика позволяет определять Mn, Zr и Yb с ПО $n \cdot 10^{-5}$ мас.%, Al, Mg, Ti, Cr, Hf, La, Ni, Cu, Tb, Lu, Nb, Fe, Nd, Eu, Gd, Dy и Tm с ПО $n \cdot 10^{-4}$ мас. %.

Разработаны методики многоэлементного (МС-ИСП и АЭС-ИСП) анализа оксида церия высокой чистоты для изготовления люминофоров и оптических материалов. С целью снижения матричного эффекта при определении Fe, Ni, Cr, Co, Cu, V, Mn, РЗЭ использованы “устойчивые” настройки масс-спектрометра (скорость распылительного потока, скорость подачи образца в распылитель, глубина отбора плазмы, потенциал на линзе-экстракторе), позволяющие снизить влияние матрицы и, следовательно, использовать для анализа более концентрированные растворы. Показаны

достоинства комбинирования масс-спектрального и атомно-эмиссионного методов, позволяющие расширить круг определяемых элементов и повысить надежность анализа. В частности, применение метода АЭС-ИСП позволяет определять низкие содержания тербия (предел определения составляет 1×10^{-4} мас. %), а также снизить пределы определения Fe и Pr в 4–5 раз по сравнению с методом МС-ИСП. Пределы определения целевых компонентов (Fe, Ni, Cr, Co, Cu, V, Mn, РЗЭ) методами МС-ИСП и АЭС-ИСП лежат в интервале $n \times 10^{-6} - n \times 10^{-4}$ мас. %.

Петрова К. В., к.т.н., gkv007@mail.ru; Короткова Н. А., natalya.korotkova.95@mail.ru; Барановская В. Б., д.х.н., доцент, baranovskaya@list.ru (Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Центр коллективного пользования физическими методами исследований веществ и материалов, Москва).

8. Разработаны методики определения халькофильных элементов (As, Se, Te, Sb и Bi) в сульфидных медно-никелевых рудах методами ИСП-МС и ИСП-АЭС. Исследованы возможности как ИСП-МС, так и ИСП-АЭС с генерацией гидридов целевых элементов (ГГ-АЭС-ИСП). Пределы обнаружения при определении этих элементов при помощи МС-ИСП и ГГ-АЭС-ИСП сопоставимы и составляют 0,01 – 0,02 мкг/г для As, Se, Sb и Bi; 0,05 – 0,1 мкг/г для Sn и Te. Метод ГГ-АЭС-ИСП имеет преимущества по сравнению с методом МС-ИСП при определении мышьяка в присутствии хлоридов. Найдены оптимальные условия, на основе которых предложены методики разложения твердых образцов ультраосновных горных пород для последующего их определения методом ИСП-МС.

Большов М.А., д.ф.-м.н., профессор, mbolshov@mail.ru; Серегина И.Ф., к.х.н., доцент; Максимова Ю.А. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

9. Разработана методика послойного анализа сталей методом высокочастотной оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда, позволяющая получить комплексную информацию о качественном и количественном распределении элементов по глубине образца, границе раздела фаз между слоями и оценить толщину покрытия. Оптимизировано время выполнения анализа с учетом рабочих параметров, степени перегрева образца и глубины образующегося кратера. Профиль количественного

распределения Mn, C, Si, Ni, P, S, V, Cr, Al на образцах проката получен по предварительно построенным линейным градуировочным графикам в диапазонах Mn(0,018-2,1%), C(0,0023-0,498 %), Si(0,0054-2,2 %), Ni(0,011-0,563%), P (0,0082-0,038%), S(0,0027-0,05%), V(0,0002-0,257%), Cr(0,023-0,612%), Al(0,0078-0,298%) с коэффициентами корреляции от 0,97 до 0,99. Правильность определения элементов подтверждена сопоставлением результатов интегрального анализа проката разработанной и аттестованной ГОСТ Р 54153 методиками. Установлено, что для всех определяемых элементов модуль разности массовых долей не превышает рассчитанного по РМГ 76 норматива контроля К. Методика прошла валидацию в соответствии с международными требованиями и может быть рекомендована для применения в исследовательских лабораториях.

Ермолаева Т.Н., д.х.н., профессор, etn@stu.lipetsk.ru (Липецкий государственный технический университет, кафедра химии).

Атомно–абсорбционные методы

1. Установлены условия определения меди и марганца в морской воде методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии (ЭТААС) высокого разрешения с источником сплошного спектра (ВР-СС). Аналитические возможности данного варианта метода сравнены с ЭТААС низкого разрешения и линейчатыми источниками спектра (НР-ЛИ). Оценены метрологические характеристики результатов определений с учетом необходимости разбавления анализируемой пробы и оптимизации параметров температурной программы электротермического атомизатора. Установлено, что при использовании варианта ВР-СС ЭТААС возможно определение элементов в неразбавленных пробах, для НР-ЛИ ЭТААС – только при двукратном разбавлении. Нижние границы определяемых концентраций меди практически совпадают для обоих вариантов метода. Для марганца пределы обнаружения и определения существенно ниже в варианте ВР-СС ЭТААС. Градуировочные зависимости для количественных определений можно построить с использованием стандартных растворов определяемых элементов. Предложенная схема анализа апробирована на образцах воды из Охотского моря по методу «введено-найдено». Достигнуты пределы обнаружения 0.5 мкг/л для Cu, 0.13 мкг/л для Mn (НР-ЛИ ЭТААС); 0.6 мкг/л для Cu и 0.07 мкг/л для Mn для (ВР-СС ЭТААС).

Бурылин М.Ю., д.х.н., профессор, burylin@chem.kubsu.ru; Копейко Е.С., аспирант; kopeikoelena@yandex.ru; Бауэр В.А., студент (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

Спектрофотометрические методы

1. Разработан новый способ определения концентрации 1,1-диметилгидразина и продуктов его распада (нитраты, нитриты, тетраметилтетразен) в пробах растений. Определяемые вещества смывали дистиллированной водой с поверхности листьев площадью 0,5 м² (одна проба составляет 30-60 шт. листьев). Полученные растворы анализировали методом спектрофотометрии. Выбраны объем расторителей и условия спектрофотометрического определения. По сравнению с известными разработанный способ исключает применение токсичных реагентов, снижается погрешность определения и время анализа. Практическая новизна способа подтверждена патентом РФ.

Суханов П.Т., д.х.н., профессор, pavel.suhanov@mail.ru; Маслова Н.Ю., maslovanatvl@mail.ru; (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

2. Проведен сравнительный анализ результатов спектрофотометрического определения фенилаланина при варьировании кислотности среды, проанализированы погрешности и возможность их минимизации. Показано, что аналитический сигнал и результаты определения аминокислоты в растворах с различным рН значительно различаются вследствие нахождения фенилаланина в различных ионных формах, отличающихся величиной молярного коэффициента поглощения. Установлено, что максимальная величина молярного коэффициента поглощения падает в ряду $\epsilon(\text{Phe}^-) > \epsilon(\text{Phe}^+) > \epsilon(\text{Phe}^\pm)$ на 19%. Максимальная погрешность определения концентрации фенилаланина без учёта зависимости оптической плотности раствора от кислотности среды установлена в сильнощелочных растворах.

Васильева В.И., д.х.н., профессор, viv155@mail.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

3. Предложен способ определения фенола, основанный на экстракция индофенола, образованного по его реакции с 4-аминоантипирином и $K_3Fe(CN)_6$ в присутствии неионного ПАВ Тритона X-100 и Na_2CO_3 (высаливатель) в щелочной среде с применением методологии мицеллярной экстракции на основе «точки помутнения». Фазовое разделение в исследуемой системе достигается без дополнительного нагревания при комнатной температуре. Показано, что мицеллярно-насыщенные фазы ПАВ (Тритон X-100), эффективно экстрагируют аналитическую форму (индофенол) и могут быть предложены для экстракционно-спектрофотометрического и цветометрического определения фенола. Закон Бугера-Ламберта-Бера подчиняется уравнению вида: $y = 0,053x - 0,005$, $R^2 = 0,999$. В варианте экстракционно-цветометрического определения фенола НГОС достигает $1 \cdot 10^{-6}$ М.

Доронин С.Ю., д.х.н., профессор, doroninsu@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

4. Показана возможность раздельного определения синтетических пищевых красителей E110 и E124 в их смесях с использованием хемометрических алгоритмов. Оценены среднеквадратичные ошибки градуировки и прогноза, на основании которых подобраны оптимальное количество главных компонент/латентных переменных для данных методов. Установлено, что все исследованные модели дают высокие значения коэффициентов корреляции и тангенсы угла наклона зависимостей «измерено-предсказано», близкие к единице, что позволяет рекомендовать эти методы для практического использования. Показана возможность раздельного определения красителей E110 и E124 в лекарственном препарате «Стрепсилс с витамином С» с использованием хемометрических алгоритмов РГК и ПЛС без предварительного разделения.

Русанова Т.Ю., д.х.н., зав. кафедрой, tatyanarys@yandex.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

5. В качестве нового фотометрического реагента для определения хлорамфеникола предложено использовать *n*-диметиламинокоричный альдегид. Реализовано сочетание сорбционного концентрирования хлорамфеникола на магнитном сверхсшитом полистироле с

спектрофотометрическим определением в ацетонитрильном элюате по реакции с *n*-диметиламинокоричным альдегидом после восстановления хлорамфеникола цинком в солянокислой среде.

Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru; Толмачева В.В., к.х.н., nikatolm@mail.ru; Апяри В.В., д.х.н. apyari@mail.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

6. Проведено определение скорости осаждения ионов Cl^- из атмосферы на площадках Научно-исследовательской станции Дам Бай Совместного Российско-Вьетнамского тропического научно-исследовательского и технологического центра. Скорость выпадения ионов Cl^- рассчитывали по результатам титриметрического и спектрофотометрического анализов. Диапазон определяемых концентраций ионов Cl^- составил 0.1-25.0 мг/л. Установлено, что оба метода дают воспроизводимые и правильные результаты и могут быть рекомендованы для определения хлоридов. Методом добавок установлено отсутствие влияния состава матрицы на оптическую плотность при определении хлоридов.

Као Ньят Линь, к.х.н. (Приморское отделение Совместного Российско-Вьетнамского тропического научно-исследовательского и технологического центра, г. Нячанг, Вьетнам); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

7. Спектрофотометрически определены константы протолиза функциональных групп азокрасителей (E102, E110, E122, E123, E124). Установлены диапазоны pH, в которых азокрасители находятся в водном растворе в виде одно-четырёхзарядных анионов.

Зяблов А.Н., д.х.н., профессор. alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет); Хальзова С.А., к.х.н., инженер по промстокам (МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области).

Методы колебательной спектроскопии

1. Разработана методика оценки структурированности синтетических кремнеземов типа MCM-41 и SBA-15 по данным ИК-спектроскопии.

Положение и ширина пика колебаний Si-O-Si групп позволяет контролировать формирование упорядоченной матрицы и, в совокупности с данными жидкофазной ЯМР спектроскопии, оценивать поверхностную плотность сорбционных центров и сорбционные свойства наноструктурированных материалов.

Результаты получены совместно с кафедрой технической химии Ольденбургского им. К. Осецкого университета, Германия (зав. кафедрой д.х.н., проф., Рёсснер Ф.)

Карпов С.И., д.х.н., доцент, karsiv@mail.ru; Селеменев В.Ф., д.х.н., профессор-консультант, common@chem.vsu.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

Другие спектроскопические методы

1. На основе реакции окисления флуоресцентного красителя предложена флуориметрическая система, позволяющая получать сигнал соединений различной природы, в том числе нетипичных для определения флуориметрическими методами. Использовали катализируемую медью(II) реакцию окисления коммерчески доступного карбоцианинового флуорофора пероксидом водорода, приводящую к изменению интенсивности его флуоресценции в ближней ИК (БИК) области (700 нм). Для регистрации сигнала применяли фотографирование 96-луночного планшета в БИК-визуализаторе. Найдено, что несколько органических соединений разной природы ускоряют или замедляют индикаторную реакцию, причем в различной степени при разном времени протекания процесса. Более подробно рассмотренные восемь сульфаниламидов можно различить на качественном уровне за счет использования кинетического фактора при обработке данных методом главных компонент. Показана возможность определения фталилсульфатазола в присутствии гомогената мышц индейки на уровне 0.08–0.5 мМ ($s_f = 0.09$) без использования разделения. Метод БИК-флуориметрии с фотографической регистрацией сигнала высокопроизводителен; предложенная индикаторная система может быть легко модифицирована путем замены красителя, окислителя или катализатора, что создаёт предпосылки для расширения круга аналитов.

Беклемишев М.К., д.х.н., beklem@inbox.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория биоаналитических методов и оптических сенсорных систем).

2. Предложены способы экспрессного, чувствительного, прецизионного, недеструктивного молекулярного анализа органического вещества почв несколькими методами твердофазной ИК-спектроскопии с различными способами регистрации сигнала с учетом структуры почвы и наличия в ней частиц с широким распределением по размерам. На основе полученных данных выработаны рекомендации для ИК-анализа почв. Можно рассмотреть три уровня задач. Проведен выбор условий разделения тонких почвенных фракций дерново-подзолистых и каштановых почв и черноземов и регистрации их ИК-спектров. (1) Общий обзор с использованием основных полос СНх, воды и функциональных групп; (2) сравнение почв по основным и вторичным полосам (основные поверхностные фрагменты) и т. д.; решение задач такого типа требует двух методов ИК-спектроскопии; (3) Задачи полного анализа объекта с точки зрения исследования малых изменений, связанных с деградацией, рекультивацией и т.д. Проведено моделирование и сравнение условий пробоподготовки, чувствительности, селективности и прецизионности измерений и измерений при помощи ИК-оптоакустической спектроскопии и ИК-НПВО измерений для широкого диапазона почвенных фракций, профилей по глубине и образцов различного использования. Исследованы ранее не изучавшиеся в полной мере и на таком объеме данных проблемы прецизионности измерений и представительности почвенных образцов.

Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН, proskurnin@gmail.com;
Волков Д.С., к.х.н., dmsvolkov@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

3. Количественный ядерный магнитный резонанс (qNMR) обычно выполняется посредством внутреннего или внешнего стандарта. Нами описана простая альтернатива этим подходам с использованием сигнала ЯМР других активных ядер калибровочного соединения. Например, для любого произвольного соединения количественное ЯМР определение может быть основано на использовании косвенной связи концентраций ^1H и ^2H , например, для растворителя. Для такой количественной оценки необходимо оценить уровень дейтерирования используемого дейтерированного растворителя. Новый метод применен для определения уровней дейтерирования в различных дейтерированных растворителях (MeOD , ACN , CDCl_3 , ацетон, бензол, DMSO-d_6). Изопропанол- d_6 , содержащий

определенное количество атомов дейтерия и протонов, был использован для стандартизации. Результаты валидации (точность, надежность) показали, что метод может быть использован в повседневной практике. В целом, преимущества нового подхода, использующий стандартизацию с помощью ^2H -интеграла, заключаются в сокращении подготовки проб и прогрешности анализа и может применяться в различных областях (определение чистоты, судебная экспертиза, фармацевтический анализ и т. д.).

Y.B. Monakhova, B.W.K. Diehl (2021) Novel approach of qNMR workflow by standardization using ^2H integral: application to any intrinsic calibration standard, Talanta, 222: 121504.

Монахова Ю.Б., д.х.н., профессор, Yul-monakhova@mail.ru;
(Саратовский государственный университет, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии).

4. Изучено влияние природы мицелл поверхностно-активных веществ на флуоресцентные свойства фторхинолонов и их комплексных соединений с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра. Установлено, что в мицеллярной среде анионного ПАВ (додецилсульфата натрия) наблюдается максимальное возрастание люминесценции хелатов иттрия с левофлоксацином. Показано, что в присутствии мицелл анионных ПАВ происходит модификация поверхности наночастиц серебра, которая сопровождается возрастанием η -потенциала наночастиц и увеличением устойчивости коллоидной системы. При этом модификация поверхности наночастиц серебра мицеллами неионогенных ПАВ приводит к дестабилизации коллоидных растворов, уменьшению η -потенциала. В присутствии катионных ПАВ осуществляется перезарядка поверхности наночастиц и последующая стабилизация коллоидных систем. Установлено, что интенсивность флуоресценции комплекса левофлоксацина с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра и мицелл неионогенного ПАВ значительно меньше, чем в среде наночастиц серебра, модифицированных мицеллами анионного ПАВ.

Выявлены оптимальные условия получения максимальной флуоресценции хелатов фторхинолонов с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра и мицелл додецилсульфата натрия. Изучено влияние концентраций используемых компонентов, кислотности среды, природы буферного раствора и порядка сливания на интенсивность аналитического сигнала. Разработана методика флуориметрического определения

левофлоксацина и офлоксацина в природных водах и лекарственных препаратах.

Смирнова Т.Д., д.х.н., доцент, smirnovatd@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

5. Разработан способ определения силанольных групп на поверхности синтетических кремнеземов методом жидкофазной ЯМР-спектроскопии. Отмечена перспективность способа для изучения сорбционных свойств новых кремнеземов, применяемых для сорбционного выделения концентрирования и разделения полифенольных веществ.

Результаты получены совместно с кафедрой технической химии Ольденбургского им. К. Осецкого университета, Германия (зав. кафедрой д.х.н., проф., Рёсснер Ф.)

Карпов С.И., д.х.н., доцент, karsiv@mail.ru; Селеменев В.Ф., д.х.н., профессор, common@chem.vsu.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

6. Исследована возможность применения композита состава “ПВС-20 – магнетит” и карбоксильного катионита КБ-2э-3 в Ca^{2+} -форме для определения концентрации D-глюкозы и сахарозы в водных растворах методом оптической микроскопии. С помощью математического моделирования построены кинетические поверхности, необходимые для экспрессного анализа водных растворов сахаров. Рассчитаны пределы обнаружения глюкозы и сахарозы.

^{1,2}Иванов А.В., д.х.н., доцент, sandro-i@yandex.ru; ¹Ферапонтов Н.Б., ¹Щемелев И.С. (¹МГУ им. М.В. Ломоносова, ²ИОНХ РАН, Москва).

7. Предложен метод универсального экспрессного и доступного мультисенсорного цветометрического анализа препаратов дигидрогестерона, троксерутина и адеметионина с использованием уникального двумерного кода. Разработанный подход может быть применен для быстрого выявления фальсификатов лекарственных средств на предварительном этапе анализа (до использования более дорогого специализированного оборудования). Адекватность разработанного подхода подтверждена при анализе вышеперечисленных лекарственных препаратов. В целом показана

возможность использования мультисенсорной цифровой цветометрии для фармацевтического анализа.

Осколок К.В., к.х.н., доцент, k_oskolok@mail.ru, Моногарова О.В., к.х.н., доцент (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

8. Представлены технически простые и дешевые установки для колориметрического и флуориметрического анализа с использованием камеры смартфона. Предложены лабораторные работы по цифровому колориметрическому и флуориметрическому анализу для учащихся средних и высших учебных заведений, а именно фотоколориметрическое определение ацетилсалициловой кислоты в кардиомагниле и меди и никеля в сплаве никель–серебро, а также флуориметрическое определение мононуклеотида рибофлавина в его инъекционном растворе. Никель и медь в сплавах никеля и серебра определяются одновременно; т. е. выполняется двухкомпонентный колориметрический анализ, который позволяет студентам применять линейный регрессионный анализ. Использование разработанных установок и мероприятий может помочь сформировать у студентов навыки осмысленного выбора условий измерения аналитического сигнала для достижения требуемых метрологических характеристик результатов определения.

Осколок К.В., к.х.н., доцент, k_oskolok@mail.ru; Моногарова О.В., к.х.н., доцент; Гармай А.В., к.х.н. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

9. Изучена возможность использования калибратора мониторов в качестве портативного, доступного и экономичного инструмента для регистрации люминесценции. Показаны перспективы этого устройства как альтернативы профессиональному флуориметру. Возможность применения калибратора для определения люминесцирующих соединений продемонстрирована на примере родамина 3В и флуоресцеина. Определение основано на одновременном импульсном облучении флуоресцирующего образца встроенным в прибор излучателем непрерывного спектра в видимом и ближнем УФ-диапазонах и регистрации люминесценции. Выбрана подходящая геометрия кюветы для анализа. Концентрационный предел обнаружения составил 0.03 мкмоль/л для родамина 3В и 0.01 мкмоль/л для флуоресцеина; абсолютные пределы обнаружения составили 0.01 и 0.002

нмоль для родамина 3В и флуоресцеина соответственно. Подход апробирован на водопроводной воде.

Горбунова М.В., к.х.н., masha13_1992@mail.ru; Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru; Апяри В.В., д.х.н., apyari@mail.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

Масс-спектрометрические и родственные методы

1. Разработаны новые подходы к обработке и интерпретации ЖХ-МС данных с использованием алгоритмов многомерного статистического анализа для извлечения полезной химической информации и выявления кластеров похожих образцов. Образцы экстрактов из листьев растений семейства Ариасеae были проанализированы в унифицированных хроматографических условиях с использованием масс-спектрометрии высокого и низкого разрешения в режиме сканирования в широком диапазоне масс. Были подобраны основные параметры преобразования по оси времени удерживания и по оси m/z для перевода массива сырых ЖХ-МС данных в форму, удобную для последующего применения статистического анализа с использованием тензорного разложения в форме параллельного факторного анализа (PARAFAC), а также развертки тензора с последующим анализом методом главных компонент (PCA), анализом независимых компонент (ICA), неотрицательной матричной факторизацией (NMF), или ненаправленным выбором признаков (UFS). В результате наилучшей кластеризации образцов удалось добиться в случае применения PCA и ICA методов как для данных низкого, так и высокого разрешения. Использование таких способов обработки данных позволит автоматизировать процесс ЖХ-МС анализа сложных смесей, в т.ч. может быть использован в качестве базы для создания систем компьютерного (химического) зрения. Кроме того, путем факторного анализа при такой ненаправленной кластеризации могут быть выявлены соединения, характеристичные для той или иной группы образцов. Так, с использованием разработанных подходов были обнаружены и описаны 23 потенциальных хемотаксономических маркера для исследованной группы растений.

10.1016/j.jpba.2021.114382

Ставрианиди А.Н., к.х.н., доцент, stavrianiidi.andrey@gmail.com
(Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии).

2. Предложен и исследован новый способ скрининга лекарственных соединений в биологических жидкостях методом масс-спектрометрии высокого разрешения с ионизацией, индуцированной лазерной плазмой при атмосферном давлении (APLPI). Показано, что метод APLPI позволяет оперативно и надежно обнаружить факт присутствия в пробе исследованных лекарственных соединений с концентрациями на уровне 0,5 – 5 нг/мл. Разработанный способ характеризуется высокой производительностью анализа, простотой интерпретации результатов, возможностью обнаружения многих компонентов одновременно в одной пробе и высокой чувствительностью, превышающей чувствительность подтверждающего метода анализа с ионизацией электрораспылением.

Гречников А.А., д.х.н. grechnikov@geokhi.ru (ГЕОХИ РАН, лаборатория инструментальных методов и органических реагентов, Москва).

3. Масс-спектрометрия с источником на основе матрично-активированной или поверхностно-активированной лазерной десорбции/ионизации (МАЛДИ/ПАЛДИ) использована для обнаружения хлора на поверхности арматурных сталей после экспозиции в среде, моделирующей поровую жидкость бетона, загрязненную хлоридами. Установлено, что наиболее крупные пики принадлежат кластерам гидроксида железа (II). Для мониторинга следов коррозии по исследуемой поверхности были построены двумерные диаграммы распределения частиц $[\text{FeCl}_3]^-$ и $\text{FeCl}_3 \cdot \text{Fe}(\text{OH})_2$. На поверхности стали обнаружены следы адсорбции хлора, который является потенциальным активатором коррозии, и показана его локализация. На диаграмме распределения Cl^- также наблюдаются области, различающиеся по концентрации в несколько раз, что характеризует образование коррозионных питтингов.

Као Ньят Линь, к.х.н. (Приморское отделение совместного Российско-Вьетнамского тропического научно-исследовательского и технологического центра, г. Нячанг, Вьетнам); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

4. Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения изучен метаболизм нового ноотропного препарата – унифирама в моче человека. Предложены структуры его двух потенциальных метаболитов. На основе интерпретации полученных масс-спектров ионов-прекурсоров и ионов-продуктов показано применение методологии нецелевого скрининга с использованием УВЭЖХ–МСВР в целях их обнаружения. Использование оптимизированных условий инструментального детектирования делает возможным обнаружение метаболитов унифирама в течение шести дней после однократного употребления 10 мг вещества.

Изучение метаболизма нового ноотропного препарата – унифирама методом ультра высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения / Журнал аналит. хим., Т. 76, №2, 2021, с. 143–150. DOI: 10.31857/S0044450221020134

Разработан новый способ определения стероидных гормонов в моче человека с применением метода УВЭЖХ-МСВР. Для извлечения аналитов использовали дисперсионную жидкость-жидкостную экстракцию с последующей дериватизацией гидроксиламином, что позволяет существенно повысить эффективность ионизации исследуемых соединений при использовании источника электрораспылительной ионизации. Предложенный способ характеризуется высокой чувствительностью (пределы обнаружения в диапазоне 0.1–0.25 нг/мл), воспроизводимостью и селективностью.

Определение кетостероидов в моче человека с применением дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции и ультра высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения / Журнал аналит. хим., Т. 76, №11, 2021, с. 1004-1011. DOI: 10.31857/S0044450221110037

Темердашев А.З., д.х.н., доцент temerdashevaz@gmail.com (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

5. С помощью масс-спектрометрии с различными методами активации ионов проведен анализ пептидов, содержащихся в кожном секрете лягушки *Rana temporaria* из Словенской популяции. Всего удалось идентифицировать 60 пептидов. В число идентифицированных входят 6 новых пептидов, относящихся к уже известным классам: 5 темпоринов и один бревенин 1. Подобраны условия для наиболее эффективной фрагментации пептидов. ДАСПЭ с нормализованной энергией соударений 28 показала себя довольно

эффективной, поскольку в таких спектрах снижена интенсивность вторичной фрагментации и увеличено количество фрагментных ионов в области низких масс. Напротив, для классического варианта активации фрагментации соударением (ДИС) оптимальной оказалась нормализованная энергия соударений 35. Для новых пептидов частично установлены изомерные Leu/Ile в последовательностях благодаря разработанному оригинальному подходу на основе тандемной масс-спектрометрии МСЗ с регистрацией ДПЭ-ДАСПЭ спектров, т.е. без ручного выделения первичных z-ионов с последующим инициированием их фрагментации. В основе разработанного подхода стоит регистрация w-ионов, образующихся при фрагментации боковой цепи лейцина/изолейцина с выбросом изопропильного или этильного радикалов соответственно.

Долгое время существующие алгоритмы автоматизированного *de novo* секвенирования были крайне неэффективны при работе с нетриптическими природными пептидами, в том числе пептидами амфибий. В последние годы появились новые программы для проведения секвенирования. Было проведено сравнение результатов ручного секвенирования с автоматическим с помощью программного обеспечения PEAKS Studio X Pro. Программа позволяет с высокой степенью достоверности устанавливать последовательности коротких пептидов, особенно в случае структур, богатых лизинами, однако для длинных дисульфидсодержащих пептидов результаты программы оказываются хуже. Тем не менее подобное ПО уже может быть полезным вспомогательным инструментом для ручного секвенирования.

10.1007/s00216-021-03506-1

Лебедев А.Т., д.х.н., проф., Самгина Т.Ю., к.х.н., снс, a.lebedev@org.chem.msu.ru (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра органической химии).

6. С использованием метода термодесорбционной ГХ-МС высокого разрешения получены данные об уровне содержания более 100 приоритетных загрязняющих веществ в воздухе арктической зоны Российской Федерации. Образцы воздуха были отобраны в ходе международной экспедиции по изучению шельфа Сибири на научно-исследовательском судне «Академик Келдыш». Было установлено, что основными поллютантами выступают бензойная кислота, бензол, толуол, фенол, хлороформ и четыреххлористый углерод. Полученные результаты открывают перспективы для поиска и

выявления потенциальных источников загрязняющих веществ с целью минимизации негативного воздействия на хрупкие арктические экосистемы.

10.3390/atmos12060767

Разработан подход, основанный на применении дисперсионной жидкость-жидкостной микроэкстракция для подготовки водных образцов, загрязненных продуктами трансформации 1,1-диметилгидразина (НДМГ), в сочетании с газовой хроматографией – масс-спектрометрией высокого разрешения. Такой подход, помимо смены растворителя на пригодный для ГХ анализа, позволяет проводить одновременный скрининг нескольких десятков аналитов с чувствительностью, не уступающей чувствительности методов твердофазной микроэкстракции – газовой хроматомасс-спектрометрии. Апробация разработанного подхода на реальных объектах (растворы после обработки 1,1-диметилгидразина в сверхкритической воде, водные экстракты почв с места аварийного падения ракеты-носителя) помимо целевого определения аналитов позволила предварительно идентифицировать 29 соединений, ранее не описанных как продукты трансформации НДМГ.

10.1016/j.microc.2021.106821

Исследовано поведение наиболее популярного в РФ противовирусного препарата - Умифеновира ($C_{22}H_{25}BrN_2O_3S$, торговое название «Арбидол») в условиях муниципальных очистных сооружений. Установлено, что в ходе дезинфекции данный препарат активно взаимодействует с активным хлором, образуя порядка 15 побочных бромсодержащих продуктов. Для поиска, идентификации и определения данных аналитов предложено сочетание высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием в режиме масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (мониторинг по бромид-иону) и масс-спектрометрии высокого разрешения. Такая комбинация аналитических методов позволяет проводить высокочувствительный количественный анализ без использования стандартных образцов. Применение данного подхода позволило установить крайне высокую способность аккумуляции как самого умифеновира, так и его побочных продуктов дезинфекции активным илом и донными отложениями поверхностных водоемов. Выраженное накопление данного противовирусного препарата может стать источником вторичного загрязнения окружающей среды в будущем.

10.1016/j.scitotenv.2021.150380

Разработан новый подход к молекулярной характеристике лигнина, второго по распространенности в природе биополимера, основанный на допированной фотохимической ионизации при атмосферном давлении (ФИАД) с детектированием в режиме масс-спектрометрии высокого разрешения. Исследована фотоионизация лигнина с использованием ацетона, 1,4-диоксана и тетрагидрофурана в качестве растворителей биополимера и допантов, обеспечивающих образование протонированных и депротонированных молекул олигомеров лигнина. Изучены процессы деградации олигомерных соединений, а также влияние разрешающей способности масс-спектрометра на получаемые спектры. Комбинация ФИАД с масс-спектрометрией высокого разрешения позволяет получать масс-спектры лигнинов древесины хвойных и лиственных пород с разрешенной тонкой структурой и содержащие сигналы до 3000 олигомеров в диапазоне масс 300–1800 Да. Это может быть использовано для всесторонней характеристики лигнинов и отслеживания изменений химического состава биополимеров в различных процессах.

10.1016/j.aca.2021.338836

Ульяновский Н.В., д.х.н., внс, Косяков Д.И., к.х.н., доцент, директор, uluanovskii_n@mail.ru (ЦКП НО «Арктика» Северного (Арктического) федерального университета, Архангельск).

7. В рамках исследований по выявлению надежных биомаркеров поражения сосудов с целью предупреждения или замедления сосудисто-мозговой недостаточности у больных с хроническим нарушением мозгового кровообращения предложен способ определения S-аденозилметионина в плазме крови, основанный на сочетании цвиттер-ионной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией с ионизацией электрораспылением. Привлекательной особенностью разработанного способа является экспрессность, достигнутая за счет прямого определения биомаркера без использования дериватирующих и ион-парных реагентов на стадии подготовки образцов к анализу и хроматографического разделения соответственно. Продолжительность анализа не превышает 20 минут. Другим важным достоинством разработанного хроматомасс-спектрометрического способа является элюирование S-аденозилметионина при высоких концентрациях летучего органического растворителя (в условиях, способствующих достижению низкого предела детектирования). Получаемый низкий предел детектирования позволяет исключить стадию

концентрирования при подготовке образцов к анализу. Достигнутый предел обнаружения S-аденозилметионина в плазме крови с применением разработанного способа составил 3 нг/мл.

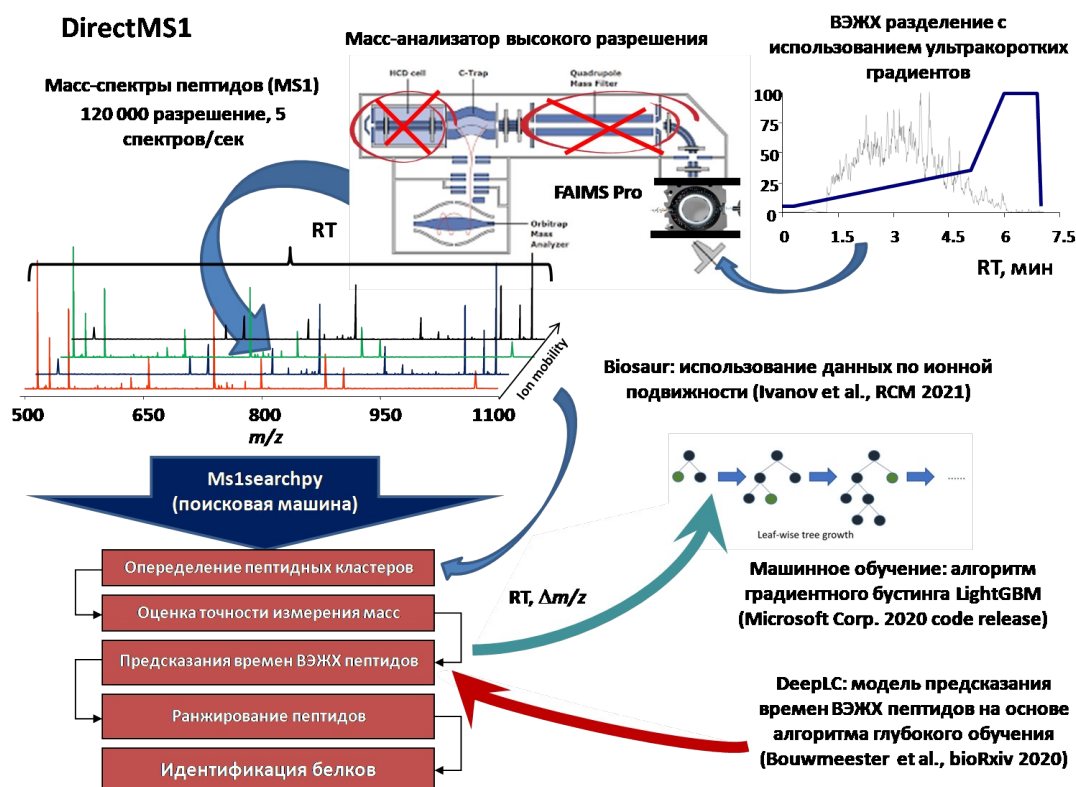
Кубатиев А.А., академик РАН; Вирюс Э.Д., д.х.н., внс, edwardvirus@yandex.ru (Научно-исследовательский институт общей патологии и патофизиологии, лаборатория регуляции агрегатного состояния).

8. Проведен сравнительный анализ измеряемого отношения сигнал/шум в усредненных спектрах для теоретических и экспериментальных данных для различных режимов мультиплексирования методом преобразований Адамара, а также проанализировано влияние «случайности» кода модулирующих ПСП на отношение сигнал/шум в итоговом спектре для случая немодифицированных последовательностей. Показано, что для случая модифицированных ПСП наблюдается хорошее соответствие между теоретическими и экспериментальными значениями относительного улучшения отношения сигнал/шум. Это косвенно подтверждает достижение ограничений мультиплексирования методом преобразований Адамара при сложении статистически значимого числа единичных спектров и необходимость создания продвинутых стратегий мультиплексирования и декодирования данных для дальнейшего увеличения чувствительности. Частью поиска стратегий улучшения чувствительности является выбор оптимальных ПСП по набору критериев, одним из которых является минимизация артефактного сигнала. Показано, что выбор коэффициента автокорреляции в качестве критерия для выбора ПСП является оправданным, но ограниченным: он не дает исчерпывающего решения проблемы выбора ПСП при поиске стратегий улучшения чувствительности в спектрометрии ионной подвижности с преобразованиями Адамара.

Сысоев А.А., д.ф.-м.н., профессор; Адамов А.Ю., к.ф.-м.н., доцент, alexey.sysoev@mephi.ru (Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва).

9. В рамках развития концепции персонализированной медицины, разработан новый метод полнопротеомного анализа DirectMS1. Предложенный подход позволяет избежать необходимости измерения масс-спектров фрагментации пептидов, что требует большого времени: анализ

только одной пробы занимает несколько часов. В случае же DirectMS1 идентификация белков осуществляется на основе измерения и обработки только масс-спектров пептидов, без измерения спектров фрагментации, для чего была разработана специализированная поисковая машина. Уже в предварительных экспериментах, проведенных в кооперации с коллегами из Университета Южной Дании, удалось достичь глубины анализа в 1000 белков для клеточных протеомов человека за несколько минут разделения. В 2021 г. была завершена разработка и практическая реализация метода, который был усовершенствован за счет использования алгоритмов машинного обучения, а также расширения функциональности программного обеспечения. В результате этих работ удалось достичь глубины анализа в 2000 белков при использовании ультракоротких (5 минут) градиентов, что сравнимо с эффективностью стандартного многочасового полнопротеомного анализа на основе фрагментации. Развитый метод может быть использован в масштабном популяционном скрининге протеомов с целью поиска маркеров социально-значимых заболеваний, создании диагностических белковых тест-систем, клинических исследований, а также в поисках химиотерапевтических мишеней.



Иванов М.В., к.ф.-м.н., нс, Горшков М.В., к.ф.-м.н., к.т.н. (ИНЭПХФ им. В.Л. Тальрозе ФИЦ ХФ РАН, Москва).

10. Разработан новый метод дериватизации с введением фиксированного заряда ароматических серосодержащих соединений для их последующего детектирования с помощью масс-спектрометрии с ионизацией электрораспылением (ИЭР) и матрично-активированной лазерной десорбцией/ионизацией (МАЛДИ). В основе метода лежит взаимодействие тиофенов и дибензтиофенов с алифатическими спиртами в присутствии трифторметансульфоновой кислоты. Предположительный механизм взаимодействия заключается в генерации карбокатиона в результате элиминирования воды из протонированной в суперкислых условиях молекулы алифатического спирта. Получаемый карбокатион атакует неподеленную пару атома серы с образованием соответствующей соли с остатком ТФМСК в виде противоиона. Анализ масс-спектров МАЛДИ и ИЭР продуктов дериватизации модельных соединений показал, что они содержат интенсивные пики катионных частей соответствующих производных. Предложенный подход был опробован на сырых нефтях, в результате чего было показано, что он позволяет проводить селективное детектирование ароматических серосодержащих соединений в сложных матрицах. Возможность гидролиза получаемых солей позволяет применять предложенный подход для концентрирования аналитов такого строения.

Борисов Р.С., к.х.н., зав. лабораторией; Заикин В.Г., д.х.н., профессор, гнс (Институт нефтехимического синтеза им. А.В.Топчиева РАН, Москва).

РЕЗЮМЕ. Анализ представленных работ по масс-спектрометрии показывает, что основная часть из них посвящена применению или развитию подходов к применению масс-спектрометрии как основного инструмента «омиксных» исследований. При этом основной акцент приходится на разделы структурной биологии, особенно протеомику и метаболомику, а также решение экологических проблем. Несколько меньшее внимание уделяется таким объектам неживой природы как, например, нефть. Во многом это связано с определенным недостатком современного оборудования: хотя за последнее десятилетие масс-спектрометрические лаборатории нашей страны получили достаточно большой набор

современных приборов сравнительно высокого класса, но доступность наиболее современных масс-спектрометров с наилучшими аналитическими характеристиками невелика. Другой важной проблемой является кадровый голод, вызванный недостатком квалифицированных специалистов в области масс-спектрометрического анализа. Тем не менее анализ публикационной активности российских ученых в области масс-спектрометрии и, особенно, с использованием результатов применения масс-спектрометрии показывает высокий уровень многих проводимых в нашей стране работ.

Борисов Р.С.

Хроматографические и родственные им методы

Газовая хроматография

1. Предложен способ выявления аномалий газохроматографических индексов удерживания гомологов на основании их гомологических инкрементов. Для иллюстрации возможностей подхода рассмотрены данные для метилзамещенных гомологов бензола, которые соответствуют трем подгруппам в зависимости от относительного расположения заместителей в молекуле.

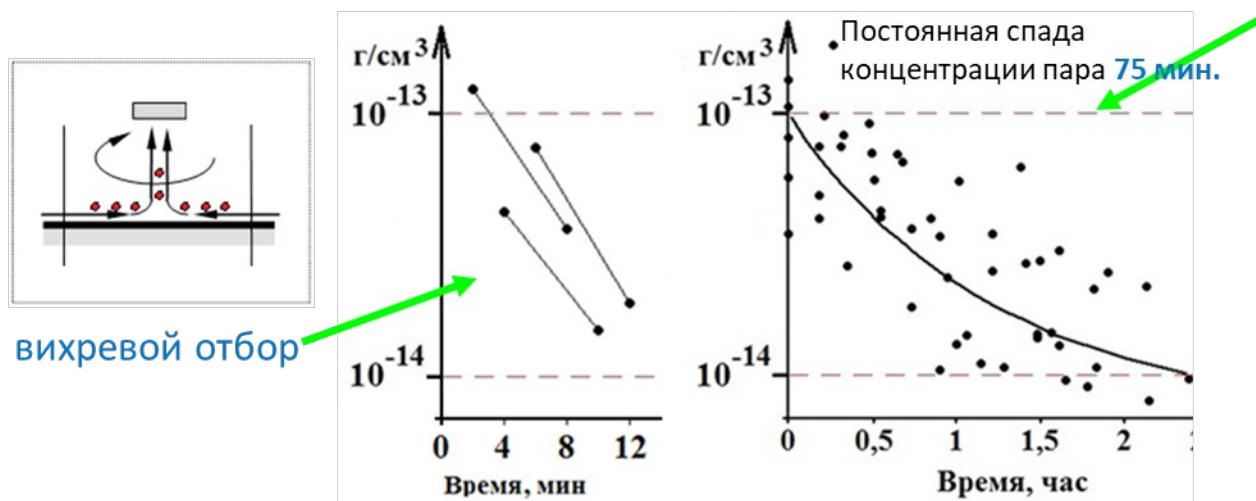
Зенкевич И.Г., д.х.н., профессор, izenkevich@yandex.ru; (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии; лаборатория ионометрии).

2. Показана потенциальная возможность использования нового монолитного материала на основе графена, запатентованного на кафедре технологии Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова, для поиска новых нефтяных залежей или ответвлений, примыкающих к уже зарегистрированному месторождению методом площадной геохимической съемки. Проведена сорбция летучих органических соединений (ЛОС) из почвенного воздуха на полигоне с помощью двух сорбентов (Tenax-ГА, традиционно используемого для подобных анализов, и углеродного сорбента) и последующее их определение методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием и термодесорбционным способом ввода пробы (ТД/ГХ/МС). Новый материал поглощает большее

количество углеводородов (н-алканов и моноароматических веществ) в диапазоне от C8 до C16, причем интенсивность пиков также выше, чем в случае Tenax-TA, что позволяет проводить идентификацию соединений с большей чувствительностью. Для ЛОС от C17 и выше наблюдается явление необратимой сорбции, однако концентрация таких веществ мала в почвенном воздухе из-за низких давлений их насыщенных паров при нормальных условиях. Определен состав геохимических маркеров для исследуемого нефтяного месторождения. Проведена процедура регенерации образцов сорбентов с целью их повторного применения. Поскольку Tenax-TA разлагается при более низких температурах, чем углеродный сорбент, его не удастся очистить полностью в отличие от углеродного монолита. Таким образом, новый сорбент не только является многоразовым, но еще и дешевле при производстве, чем импортный полимер, поскольку изготавливается только из отечественных материалов.

Пирогов А.В., д.х.н., Pirogov@analyt.chem.msu.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория хроматографии).

3. Методом вихревого отбора проб пара на концентратор с последующим анализом проб на поликапиллярном газовом хроматографе определены характеристики парообразования при испарении в нормальных климатических условиях тонкой плёнки 2,4,6-тринитротолуола (ТНТ) с поверхностной плотностью 100 нг/см² (примерно 2,5 слоя молекул) на стандартном материале – стекле для микропрепаратов. Концентрация пара ТНТ над плёнкой уменьшается с постоянной времени спада, равной порядка 75 минут, достигая за 2,5 часа уровня 10⁻¹⁴ г/см³, соответствующего пороговой чувствительности современных обнаружителей пара ТНТ. Применение вихревого сбора (аналогичного природному смерчу) паров ТНТ с поверхности объектов увеличивает скорость испарения ТНТ на порядок по сравнению со стационарным испарением. Результат определяет живучесть следов ТНТ и имеет актуальное значение для экспертно-криминалистической и антитеррористической практики.



Измерена скорость стационарного испарения ТНТ, определяющая сохраняемость следов ТНТ на поверхности объектов и эффективность антитеррористического контроля объектов.

Постоянная спада концентрации пара 75 мин.

M.I. Tivileva, V.M. Gruznov, M.N. Baldin, A.B. Vorozhtsov, A.V. Kikhtenko, & S.S. Titov. On the Evaporation Dynamics of Trinitrotoluene Microparticles on the Glass Surface// International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion, 20(3):17–25 (2021) . Scopus - Q3.

М.И. Тивилёва, В.М. Грузнов, М.Н. Балдин, А.В. Кихтенко, И.И. Науменко. Определение изменения во времени концентрации пара 2,4,6-тринитротолуола при сублимации его следов с поверхности стекла// Аналитика и контроль. 2021. Т. 25 № 3. С. 222-229. Scopus - Q3.

Грузнов В.М., д.т.н., Gruznovvm@ipgg.sbras.ru (Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, лаборатория полевых аналитических измерительных технологий, Новосибирск).

4. Разработана методика хроматографического разделения и определения 26 токсичных веществ (метилловый спирт, гексан, гексен, изопропиловый спирт, пропиловый спирт, гептан, гептен, ацетон, бензол, акрилонитрил, изобутиловый спирт, этилацетат, бутиловый спирт, толуол, метилметакрилат, ацетальдегид, этилбензол, п-ксилол, м-ксилол, о-ксилол, стирол, изопропилбензол (кумол), бутилакрилат, а-метилстирол, бензальдегид, ацетофенон), мигрирующих в водную фазу из предметов хозяйственно-бытового назначения. Подобраны хроматографические условия разделения многокомпонентной смеси на двух капиллярных колонках.

Методика позволяет определить компоненты с погрешностью не более 20% при $C_{\min} = 0,02$ мкг/л. Коэффициент вариации не превышает 10%. Методика использована для определения токсикантов в изделиях из полипропилена, полистирола и вспененного полистирола, предназначенных для контакта с пищевой продукцией.

Усова С.В., ucova@mail.ru (Омский государственный университет, кафедра аналитической химии)

Высокоэффективная жидкостная (в том числе ионная) хроматография

1. Получены новые неподвижные фазы на основе диоксида титана путем адсорбционного закрепления полиэтиленimina с последующим сшиванием 1,4-бутандиол диглицидиловым эфиром. Хроматографические свойства сорбентов изучены с помощью теста Танака для гидрофильных неподвижных фаз и на примере разделения модельной смеси водорастворимых витаминов группы В. Показано, что варьирование количества реагентов на стадии синтеза неподвижной фазы влияет на структуру функционального слоя и тем самым позволяет получить новый сорбент с улучшенными хроматографическими характеристиками.

Попов А.С., Царенко Е.А., Чернобровкина А.В., к.х.н., chernobrovkina@analyt.chem.msu.ru (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

2. Получены новые неподвижные фазы на основе аминопропилсиликагеля, ковалентно модифицированного полиэтиленгликолем с различным массовым соотношением матрица : полимер. Хроматографические свойства сорбентов изучены с использованием теста Танака для гидрофильных неподвижных фаз и на примере разделения модельных смесей сахаров, аминокислот и водорастворимых витаминов. Показано, что толщина модифицирующего полимерного слоя полиэтиленгликоля в малой степени влияет на селективность и в большей – на эффективность удерживания полярных веществ в режиме гидрофильной хроматографии.

Попов А.С., Максимов Г.С., Смоленков А.Д., д.х.н., Шпигун О.А., член-корр. РАН, Чернобровкина А.В., к.х.н.,

3. Оценка хроматографических свойств ковалентно модифицированной гиперразветвленной неподвижной фазы на основе поли(стирол-дивинилбензола) и содержащей цвиттер-ионные фрагменты в структуре функционального слоя проводилась в режимах ионной хроматографии (ИХ), ОФ ВЭЖХ и гидрофильной хроматографии (ГИХ). Помимо возможности разделения 20 неорганических анионов и органических кислот с использованием элюента КОН в режиме ИХ, полученный сорбент обеспечивал разделение алкилбензолов в ОФ ВЭЖХ, а также водорастворимых витаминов, аминокислот и сахаров в гидрофильном режиме. Тенденции в удержании гидрофобных и полярных аналитов на синтезированной неподвижной фазе указывают на доминирующее влияние природы аналита на механизм удерживания и доказали удовлетворительную гидрофилизацию поверхности ПС-ДВБ с гиперразветвленным функциональным слоем для удержания полярных соединений. Полученные результаты показали хорошие перспективы использования гидрофобной матрицы ПС-ДВБ для создания многофункциональных сорбентов.

Попов А.С., Спиридонов К.А., Ужель А.С., Смоленков А.Д., д.х.н., Чернобровкина А.В., к.х.н. chernobrovkina@analyt.chem.msu.ru, Затираха А.В. (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

4. Разработан простой, быстрый и чувствительный способ одновременного определения гидразина, метилгидразина и 1,1-диметилгидразина в водах, основанный на предколоночной дериватизации бензальдегидом и определении образующихся продуктов методом обращенно-фазовой ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектированием. Впервые применен эффект иминного и мицеллярного катализа для получения производных гидразинов при совместном присутствии. Установлено, что реакция дериватизации протекает полностью при pH 9.4 в присутствии каталитической системы на основе 0.6 М аммония и 87 мМ додецилсульфата натрия, а также 3.5 мМ реагента при комнатной температуре за 5 мин. Количественный выход продуктов дериватизации подтвержден методом ионной хроматографии. Пределы обнаружения (S/N =

3) без дополнительного концентрирования составили 0.3, 2.3 и 1.3 мкг/л, для гидразина, метилгидразина и 1,1-диметилгидразина соответственно.

Пирогов А.В., д.х.н., Pirogov@analyt.chem.msu.ru; Смоленков А.Д., д.х.н., доцент, Smolenkov@bk.ru; Тимченко Ю.В., yury_tim@mail.ru (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

5. Применен метод эпидемиологии на основе сточных вод эпидемиология (ВБЭ) в одном из населенных пунктов Московской области для оценки уровня потребления населением алкоголя, табака и морфина. Анализ образцов на биомаркеры потребления (этилсульфат, котинин и морфин) проводился с помощью жидкостной хроматографической тандемной масс-спектрометрии (LC-MS/MS). Оценки ежедневного потребления затем сравнивались с данными о продажах/производстве. Подтверждено, что потребление алкоголя было значительно выше по воскресеньям, а также в период Нового года и Рождества по сравнению с будними днями и субботами. Оценки потребления табака были в основном одинаковыми в течение недели. Данное исследование свидетельствует о целесообразности проведения ВБЭ в России. Оценки потребления алкоголя, полученные с помощью ВБЭ, были выше, чем средние данные по продажам алкоголя в стране. Оценка потребления никотина в целом соответствует производственными данными, при этом оценки выше, чем в большинстве других стран. Рекомендуется более широкое тестирование ВБЭ для информирования и оценки политики общественного здравоохранения.

Пирогов А.В., д.х.н., профессор, Pirogov@analyt.chem.msu.ru (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

6. Разработана методика синтеза наночастиц золота (НЧЗ), стабилизированных макроциклическим антибиотиком эремомицином, в боратном буферном растворе. Подобраны оптимальные условия синтеза. Для сравнения опробована для эремомицина описанная в литературе методика получения НЧЗ, стабилизированных цефиксимом. Полученные НЧЗ изучены методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). По результатам обработки микрофотографий рассчитаны распределения НЧЗ по размеру. НЧЗ, стабилизированные эремомицином, имеют размеры в диапазоне 10–20 нм. Далее проводили модификацию полимерной матрицы полученными НЧЗ

с эремомицином. В ходе эксперимента варьировали соотношение количества НЧЗ и полимера, время перемешивания, рН раствора, способ перемешивания. Требовалось добиться наилучшей адсорбции НЧЗ без их агрегации и разрушения частиц полимера. Модифицированные сорбенты исследовали методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), спектроскопии диффузного отражения (СДО), низкотемпературной адсорбции азота. Количество адсорбированного золота определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии, также делали элементный анализ на азот.

На основании экспериментальных данных, полученных для НЧЗ с эремомицином, выбраны методики и получены НЧЗ, стабилизированные ванкомицином, которые исследовали методом ПЭМ. Проведена успешная адсорбция НЧЗ с ванкомицином на полистирол-дивинилбензольной матрице. Новые наногибридные материалы использованы для создания хроматографических колонок. Проведён анализ ряда тестовых соединений, установлены хроматографические характеристики неподвижной фазы.

Ананьева И.А., к.х.н., irishan@mail.ru; Просунцова Д.С. (Московский государственный университет, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

7. Продолжено изучение ранее предложенного приема предварительной промывки колонки с графитированным углеродным сорбентом Nupercarb. Прием использован для разработки методики определения ряда карбоновых кислот: молочной, глюконовой, хинной, яблочной, винной, янтарной. В качестве подвижной фазы применяли 0.1% водный раствор муравьиной кислоты. Сравнивали 3 режима элюирования: изократический, линейный градиент и ступенчатый градиент (скачкообразное изменение концентрации муравьиной кислоты). Наилучшего разделения аналитов удалось добиться при помощи ступенчатого градиента муравьиной кислоты – аналогично предложенному в предыдущих работах.

Статкус М.А., к.х.н., mstatkus@gmail.com; Цизин Г.И., д.х.н., профессор (МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

8. Реализовано сочетание сорбционного концентрирования амфениколов (хлорамфеникола, флорфеникола и тиамфеникола) на магнитном сверхсшитом полистироле с их последующим определением в элюате методом обращенно-фазовой ВЭЖХ со спектрофотометрическим

детектором. Выбраны условия разделения и определения амфениколов методом ОФ ВЭЖХ (хроматограф «Цвет-Яуза-04»; колонка Luna C18; подвижная фаза: 25% ацетонитрила, 10% метанола, 65% воды; детектор спектрофотометрический, детектирование при 225 и 275 нм). Показано, что в выбранных условиях разделение хлорамфеникола, флорфеникола и тиамфеникола достигается за 7 мин. При концентрировании из 25 мл пределы обнаружения достигают 0.1 – 0.2 нг/мл. Правильность и воспроизводимость определения подтверждены методом “введено-найдено” в модельной смеси на основе молока.

Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru; Толмачева В.В., к.х.н., nikatolm@mail.ru; Апяри В.В., д.х.н., apyari@mail.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

9. В серии публикаций рассмотрена возможность выявления обратимого образования гидратов органических соединений в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ. Критерием их образования являются отклонения рекуррентной аппроксимации абсолютных параметров удерживания от линейности в областях, соответствующих наибольшему содержанию воды в элюенте. Показано, что образование гидратов наиболее отчетливо выражено при использовании ацетонитрила в составе элюента, тогда как метанол приводит к их разрушению.

Зенкевич И.Г., д.х.н., профессор, izenkevich@yandex.ru; (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии; кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии; лаборатория ионометрии).

10. Проведена хроматографическая оценка извлечения нативных форм основных изофлавоноидов в водно-спиртовые экстракты в условиях экстракции различными способами из разных морфологических частей клевера лугового (*Trifolium pratense* L.). Проанализированы водно-спиртовые экстракты клевера лугового, полученные мацерацией, микроволновым, ультразвуковым, субкритическим и фармакопейными способами. Из соцветий клевера лугового максимально извлекаются формонетин (0.260 мг/г) и генистеин (0.051 мг/г) мацерацией, биоканин А – субкритической экстракцией (0.340 мг/г), а дайдзеин – ультразвуковым способом (0.034 мг/г). Оптимизированы условия ВЭЖХ-определения дайдзеина, генистеина,

формонетина и биоканина А в водно-спиртовых экстрактах клевера лугового. Определены концентрации изофлавоноидов в различных морфологических частях клевера лугового. Максимальное суммарное содержание изофлавоноидов (0.190 мг/г) наблюдается в водно-этанольном экстракте соцветий.

*Темердашев З.А., Чубукина Т.К., Виницкая Е.А., Нагалецкий М.В., Киселева Н.В. Оценка содержания изофлавоноидов в клевере луговом (*Trifolium pratense* L.) Из семейства бобовые (*Fabaceae*) в условиях экстракции различными способами // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76. № 9. С. 819-831.*

Исследована возможность применения углеродных сорбентов для извлечения, концентрирования и хроматографического определения фенольных веществ растительного происхождения. Предложен способ концентрирования биологически активных веществ из экстрактов лекарственных растений углеродными сорбентами с последующей десорбцией аналитов органическими растворителями при повышенных температуре и давлении. Изучены некоторые сорбционные характеристики углеродных материалов Supelclean ENVI-Carb и HyperSep Hypercarb по отношению к фенолкарбоновым кислотам и флавоноидам, выделенным из водных экстрактов зверобоя продырявленного *Hypericum perforatum* L. Оптимизированы условия сорбции и десорбции аналитов различных классов. Показана возможность применения углеродных сорбентов для извлечения и концентрирования фенольных веществ из водных экстрактов различных лекарственных растений на примере чабреца ползучего *Thymus serpyllum* L. и шалфея лекарственного *Salvia officinalis* L.

Темердашев З.А., Виницкая Е.А., Милевская В.В., Статкус М.А. Концентрирование углеродными сорбентами фенольных соединений и их хроматографическое определение в водных экстрактах лекарственных растений // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76. № 3. С. 208-217.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор, temza@kubsu.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

11. Методом ВЭЖХ с тремя детекторами (диодной матрицей, флуоресцентным и масс-селективным) количественно определены доминирующие компоненты в семи образцах гречихи и в сочетании со спектрофотометрическим методом проведено сравнение содержания и антиоксидантной активности флавоноидов и фенольных соединений.

Экстракция образцов гречихи 50%-ным этанолом позволила добиться более высокой антиоксидантной активности и содержания фенола по сравнению с другими водно-спиртовыми растворами. Рутин, катехин и эпикатехин были доминирующими антиоксидантами, их суммарная концентрация коррелирует с антиоксидантной активностью. Наибольшее содержание фенольных соединений и флавоноидов и антиоксидантная активность были обнаружены у «зеленой» гречихи (крупы, муки, хлопьев), не подвергавшихся термообработке. Получен хроматографический профиль продуктов из гречихи. По сравнению с экстрактами из других злаков (с применением условий экстракции, оптимизированных для гречихи) ячмень обладал в среднем в 1.5 раза меньшей АОА, чем гречиха, в то время как пшеница, рис и кукуруза – незначительными АОА, свидетельствующими о небольшом количестве свободных фенолов.

Штыков С.Н., д.х.н., профессор, shtykovsn@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии); Алексенко С.С., aleksenko_s@mail.ru (ФГУП «Государственный научно-исследовательский институт органической химии и технологии», Москва).

12. Предложен комплекс методов, сочетающих высокоэффективную жидкостную хроматографию с атомно-эмиссионной и масс-спектрометрией (ВЭЖХ-ИСП-АЭС, ВЭЖХ-ЭСИ-МС), который позволил изучить продукты реакции комплексообразования полиоксометаллатов $[VNb_{12}O_{40}]^{15-}$ с рутений-органическим фрагментом $\{(C_6H_6)Ru\}^{2+}$ и обеспечил их надежную идентификацию. Методами ВЭЖХ-ИСП-АЭС и ВЭЖХ-ЭСИ-МС установлено, что взаимодействие указанных соединений приводит к образованию равновесной смеси двух комплексных форм: $[\{(C_6H_6)Ru\}_4VNb_{12}O_{40}]^{7-}$ и $[\{(C_6H_6)Ru\}_3VNb_{12}O_{40}]^{9-}$. Впервые для исследования процессов комплексообразования полиоксометаллатов применен гибридный метод ВЭЖХ-ЭСИ-МС.

Mukhacheva A.A., Volcheck V.V., Sheven D.G., Yanshole V.V., Kompankov N.B., Haouas M., Abramov P.A., Sokolov M.N. «Coordination capacity of Keggin anions as polytopic ligands: Case study of $[VNb_{12}O_{40}]^{15-}$ » // Dalton Transactions, 2021, 50, 20, P. 7078-7084. DOI: 10.1039/d1dt00765c (Q1, IF=4,39).

Сапрыкин А.И., д.т.н., профессор, saprykin@niic.nsc.ru; Медведев Н.С., к.х.н., medvedev@niic.nsc.ru (Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск).

13. Изучен аминокислотный состав белков плодов расторопши пятнистой (РП), произрастающей в нескольких районах Республики Дагестан, отличающихся друг от друга природно-климатическими условиями: Сулейман Стальский, Кайтагский, Магарамкентский, Левашинский и Кулинский районы. Эти местности расположены на разной высоте над уровнем моря, для них характерны разные состав почв, количество солнечных дней, объемы осадков, влажность воздуха, средние дневные температуры и др. Для определения состава аминокислот использовали стандартизованный метод ионообменной хроматографии с постколоночной дериватизацией нингидрином и спектрофотометрическим детектированием фиолетовых аддуктов аминокислот при 570 нм и желтого аддукта - пролина при 440 нм. Установлена вариативность содержания аминокислот в белках РП в зависимости от условий произрастания. Статистический анализ массива данных по аминокислотному составу белков РП показал наличие не только значимых симбатных и асимбатных корреляций типа $Y=aX+b$ (коэффициент парной корреляции $|R|\geq 0.55$), но и тесных природных корреляций ($|R|\geq 0.80$) между содержанием некоторых незаменимых и заменимых аминокислот, между их содержанием в белке и отдельными фенотипическими факторами. Выявленные показатели пищевой ценности белка РП, выросшей в разных районах Дагестана и установленные фенотипические тренды в составе аминокислот белков РП могут быть использованы в дальнейших биологических, биохимических и диетологических исследованиях.

Рамазанов А.Ш., Балаева Ш.А., Рудаков О.Б., Селеменев В.Ф. Хроматографический анализ состава белков плодов расторопши пятнистой, произрастающей в Республике Дагестан // Сорбционные и хроматографические процессы. 2021. Т. 21. № 5. С. 697-707. DOI: 10.17308/sorpchrom.2021.21/3776.

Рамазанов А.Ш., д.х.н., профессор, a_ramazanov@mail.ru, Балаева Ш.А. (Дагестанский государственный университет, кафедра аналитической и фармацевтической химии. Махачкала); Рудаков О.Б., д.х.н., профессор (Воронежский государственный технический университет); Селеменев В.Ф., д.х.н., профессор - консультант (Воронежский государственный университет).

Хромато-масс-спектрометрия

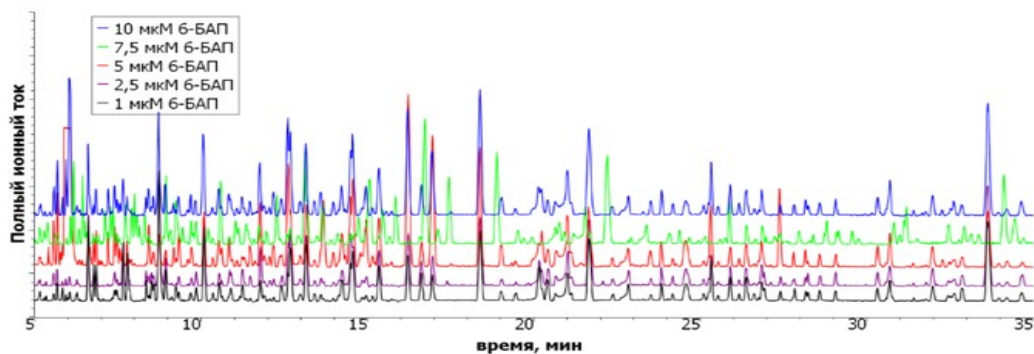
1. Рак предстательной железы (РПЖ) занимает второе место по распространенности и пятое по смертности среди мужчин. Ранее эта проблема решалась нами нецелевым метаболическим профилированием летучих органических соединений в образцах мочи методом ГХ-МС с использованием твердофазной микроэкстракции. Поскольку данный вид онкологии является стероидозависимым, представлялось важным провести целевое профилирование стероидных гормонов в образцах мочи здоровых доноров и пациентов с раком предстательной железы (образцы предоставлены Военно-Медицинской Академией, г. Санкт-Петербург). Эта часть работы выполнена в группе с.н.с., доцента кафедры аналитической химии Кубанского государственного университета А. З. Темердашева. Распространенной стратегией для оценки уровня экзогенных стероидов является подход *dilute and shoot*. Отсутствие пробоподготовки обеспечивает возможность анализа большого числа проб. Исследования выполнялись с использованием системы UHPLC Bruker Elute, соединенной с ударным квадрупольным времяпролетным масс-спектрометром Bruker Maxis, работающим в режиме ионизации электрораспылением (ESI). Хроматографическая колонка Kinetex Phenomenex C18 (100 × 2,1 мм, 1,7 мкм). Анализ данных проводился с помощью программного обеспечения Bruker Data Analysis 4.4 для поиска стероидов и интегрирования пиков аналитов. Для хемометрической обработки применено программное обеспечение RStudio. Поскольку стероидные гормоны выводятся из организма преимущественно в форме конъюгатов с глюкуровой и серной кислотами, необходимо было провести предварительную стадию гидролиза конъюгатов для высвобождения аналитов. Полученные хроматограммы обрабатывали с помощью программного обеспечения Bruker Data Analysis 4.4. Поиск стероидов осуществлялся по точной массе протонированного молекулярного иона. При использовании стратегии *dilute and shoot* обнаружить свободные формы стероидных гормонов не удалось. В случае анализа образцов мочи, подвергшихся ферментативному гидролизу, среди обнаруженных аналитов идентифицированы *кортикостерон*, *тестостерон* и *эпитестостерон*, а также ряд молекулярных ионов, изобарных стероидным гормонам.

Проведено определение аминокислот в образцах сыворотки крови больных с диагнозом неалкогольная жировая болезнь печени (НАЖБП) методом ОФ ВЭЖХ/МС, выбранным в качестве референтного по отношению

к их электрофоретическому определению. Для проведения анализов Институт экспериментальной медицины предоставил образцы сывороток пациентов: норма, стеатоз и неалкогольный стеатогепатит. Образцы хранились в морозильной камере -20°C . Перед анализом образцы размораживались при комнатной температуре, перемешивались на вортексе (3 мин). Для определения содержания АК в образцах сыворотки крови методом ОФ ВЭЖХ потребовалось получение N-дансилпроизводных, поскольку в составе молекул АК отсутствуют хромофорные группы.

Методами ОФ ВЭЖХ-УФ и ВЭЖХ-МС, высокоэффективной тонкослойной хроматографии (ВЭТСХ) с денситометрическим детектированием нами решена задача получения и исследования хроматографических профилей аналитов (*флавоноидов и аминокислот*) в листьях биотехнологического сырья *Iris sibirica L.* в зависимости от гормонального состава питательной среды. Экстракты различных видов растения рода Ирис обладают бронхолитическим действием, противовирусным и противобактериальным эффектами, что обусловлено содержанием в них различных соединений фенольной природы. Это способствует созданию новых лекарственных препаратов на их основе. Объектом исследования явилось растительное сырье (листья) *Iris sibirica L.* Микрклонально размноженные растения-регенеранты и аэропонные растения выращивались на кафедре биотехнологии растений Алтайского государственного университета (Россия). Разделение полифенолов проводили методом ОФ ВЭЖХ с использованием системы LC-30 Nexera (Shimadzu) с диодно-матричным детектором и с квадрупольным времяпролётным масс-спектрометром высокого разрешения с ионизацией электрораспылением (Q-TOF Maxis, Bruker). Масс-спектрометрическое детектирование проводили при положительной и отрицательной полярности, диапазон масс – 100-1000 m/z; В найденных условиях методом ОФ ВЭЖХ-МС-МС получены характеристические профили полифенольных соединений в экстрактах листьев биотехнологического сырья *I. sibirica L.*, выращенного на питательных средах с добавками фитогормонов 6-бензиламинопурина (6-БАП) и α -нафталинуксусной кислоты (α -НАА) в различных концентрациях. 6-БАП действовал как цитокинин, α -НУК – в качестве ауксина. Увеличение концентрации фитогормона 6-БАП существенно влияет на характеристические профили аналитов. Добавление ауксина увеличивает содержание неполярных фенолов, но снижает – полярных. Изменение

концентрации цитокинина (от 1 до 10 мкМ) повлияло практически на все аналиты.



Хроматограммы, полученные методом ОФ ВЭЖХ-МС, по полному ионному току (ТИС) экстрактов листьев биотехнологического *I. sibirica* L. (А) Влияние добавки ауксина (1 мкМ) на хроматографический профиль полифенолов в экстрактах листьев *I. sibirica* L. (Б) Влияние добавок цитокинина на хроматографический профиль экстракта листьев *I. sibirica* L. (В) Влияние добавок цитокинина (6-бензиламинопурина (1мМ – 10 мМ)) в присутствии ауксина (НУК, 1 мкМ) на хроматографический профиль экстракта листьев *I. sibirica* L. Условия: градиентный режим, фаза А – 0,1% НСООН в воде, фаза Б – 0,1% НСООН в ацетонитрил.

Карцова А.А., д.х.н., профессор, kartsova@gmail.com (Санкт-Петербургский университет, Институт химии, кафедра органической химии, лаборатория хроматографии).

2. Рассмотрены результаты статистического анализа большого массива данных, полученных с помощью валидированного метода газохроматографического анализа с тандемным масс-спектрометрическим детектированием. Рассмотрена возможность применения статистических методов анализа для установления факта деградации проб мочи в процессе хранения на основе хемометрических подходов, выявлены факторы, подвергающиеся наибольшему влиянию в ходе деградации образцов мочи, продемонстрированы возможности и ограничения различных статистических методов при работе с большими массивами данных.

Применение методов статистического анализа данных для установления критериев деградации проб мочи в целях допингового контроля / Журнал аналит. хим., Т. 76, №6, 2021, с. 543-554. DOI: 10.31857/S0044450221060074

Предложен способ определения некоторых кетостероидов в моче человека, включающий ферментативный гидролиз с применением β -глюкуронидазы *E. coli* с последующими дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией, дериватизацией аналитов гидроксиламином и детектированием методом обращенно-фазовой ультра ВЭЖХ–квадруполь-времяпролетной масс-спектрометрии. Оптимизация условий экстракции и получения производных исследуемых соединений позволила установить, что наивысшие степени извлечения достигаются при использовании смеси ацетон–хлороформ в качестве диспергента и экстрагента, а полнота протекания реакции дериватизации – при термостатировании пробы при 70°C в течение 90 мин. Предложенный способ характеризуется высокой чувствительностью (пределы обнаружения в диапазоне 0.1–0.25 нг/мл) и широким линейным диапазоном.

Определение кетостероидов в моче человека с применением дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции и ультра высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения / Журнал аналит. хим., Т. 76, №11, 2021, с. 1004-1011. DOI: 10.31857/S0044450221110037

Методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии (ГХ-МС) и кварцевыми микровесами на основе датчика «электронный нос» проведен анализ выдыхаемого воздуха 40 больных раком легкого и 40 здоровых лиц. В ходе проведения исследования было установлено, что электронный нос не смог различить образцы разных групп, а применение ГХ-МС позволило выявить статистически значимые различия площадей пиков соединений и их соотношений для исследуемых групп. Диагностические модели были созданы с помощью классификатора случайного леса на основе площадей пиков и их соотношений с чувствительностью и специфичностью площадей пиков (отношений) 85,7-96,5 % (75,0-93,1 %) и 73,3-85,1 % (90,0-92,5 %) при обучении. данных и 63,6-75,0% (72,7-100,0%) и 50,0-69,2% (76,9-84,6%) по данным испытаний соответственно.

Exhaled breath analysis by using GC-MS and «electronic nose» for lung cancer diagnostics / Anal. Methods, V. 40, 2021. DOI: 10.1039/D1AY01163D

Проведены исследования выдыхаемого воздуха 80 пациентов с раком легких в целях выявления различий в профилях летучих органических соединений у больных с разным гистологическим типом и локализацией рака с использованием метода газовой хромато-масс-спектрометрии. Выявлены некоторые летучие органические соединения и их соотношения, содержания

которых статистически значимо отличаются в пробах с различной локализацией и гистологическим типом.

Оценка возможности дифференцирования гистологического типа и локализации опухоли у пациентов с раком легких по составу выдыхаемого воздуха / Журнал аналит. хим., Т. 76, №8, 2021, с. 723-729. DOI: 10.31857/S0044450221080053

Образцы выдыхаемого воздуха 40 больных раком легкого и 40 здоровых людей проанализировали методом газовой хроматографии-масс-спектрометрии. Исследовано влияние других факторов на профиль ЛОС выдыхаемого воздуха. На некоторые параметры, коррелирующие со статусом заболевания, влияли такие факторы, как курение, время последнего приема пищи и т.д.. Исключение этих параметров позволяет создать диагностическую модель логистической регрессии с чувствительностью 83% и специфичностью 81%.

Study of confounding factors influence on lung cancer diagnostics effectiveness using gas chromatography–mass spectrometry analysis of exhaled breath / Biomarkers Med., V. 15, 2021. DOI: 10.2217/bmm-2020-0828

В обзорной статье рассмотрены некоторые аспекты управления селективностью и чувствительностью анализа стероидов. Показана значительная роль подходов ЖХ-МС в определении и количественном определении стероидов. Также были представлены преимущества спектрометрии ионной подвижности для обнаружения стероидов.

Analytics for steroid hormone profiling in body fluids / Microchemical Journal. V. 168, 2021, 106395. DOI: 10.1016/j.microc.2021.106395

Рассмотрен метаболизм нового ноотропного препарата – унифирама, который предположительно обладает существенно большей активностью по сравнению с пирацетамом и проходит клинические испытания в качестве средства для улучшения памяти, предотвращения болезни Альцгеймера, синдрома дефицита внимания и различных форм деменции. Предложены структуры двух потенциальных метаболитов унифирама. На основе интерпретации полученных масс-спектров ионов-прекурсоров и ионов-продуктов показано применение методологии нецелевого скрининга с использованием ультра высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения в целях их обнаружения. Установлено, что определение предполагаемых метаболитов унифирама возможно только с применением ферментативного гидролиза, в то время как минеральный гидролиз приводит к полному разрушению как самого

унифирама, так и предполагаемых метаболитов. Использование предложенных условий хроматографирования и масс-спектрометрического детектирования делает возможным обнаружение метаболитов унифирама в течение шести дней после однократного употребления 10 мг вещества.

Изучение метаболизма нового ноотропного препарата – унифирама методом ультра высокоэффективной жидкостной хроматографии–масс-спектрометрии высокого разрешения / Журнал аналит. хим., Т. 76, №2, 2021, с. 143–150. DOI: 10.31857/S0044450221020134

Темердашев А.З., д.х.н., доцент, TemerdashevAZ@gmail.com (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

3. Хромато-масс-спектрометрическим методом впервые установлены основные виды аналитов курительных смесей, содержащих синтетические каннабиноиды (КС-СК), и предложены подходы к их определению. Разработан способ пробоподготовки образцов КС-СК, включающий устройство для выделения летучих соединений из матрицы, с использованием процессов парофазной сорбционной микроэкстракции. Разработаны методики ГХ-МС/ПИД определения полярных органических компонентов наполнителей СК-содержащих пластичных курительных смесей. Выбран и реализован хемометрический подход на основе кластерного анализа с использованием численных методов обработки хроматограмм для ГХ-ПИД сравнительного анализа больших массивов КС-СК экспертных образцов.

DOI: 10.29296/25877313-2021-05-04; 10.17516/1998-2836-0218; 10.17516/1998-2836-0077; 10.25557/1682-8313.2020.07.44-48; 10.26896/1028-6861-2020-86-8-5-11; 10.29296/25877313-2019-04-04;
<http://dx.doi.org/10.1016/j.forsciint.2019.109902>

Качин С.В., д.х.н., профессор, kachin.s@yandex.ru; Оберенко А.В., krasandrew@mail.ru (Сибирский федеральный университет, кафедра органической и аналитической химии, Красноярск).

Тонкослойная хроматография

1. Проведено разделение симвастатина, аторвастатина и розувостатина методом ТСХ в водно-ацетонитрильных подвижных фазах (ПФ) при варьировании водной и органической составляющей, изучено влияние

элюирующей силы ПФ, модификации ПФ буферными растворами и сильным электролитом. Установлено, что наиболее эффективной системой является подвижная фаза ацетонитрил-вода с соотношением компонентов 70:30 и фосфатным буферным раствором с $pH = 3$, применение которого позволило улучшить параметры эффективности и селективности разделения статинов (величины N и H) в 4-5 раз по сравнению с ацетатно-аммиачным модификатором. Линейная зависимость площади хроматографической зоны аторвастатина- $S_{аторв.}$ в ВЭЖХ наблюдается в интервале (0,1–10) мкг/мл против (1-5) мг/мл для ТСХ. В выбранных оптимальных условиях определено содержание аторвастатина в медицинских препаратах Аторвастатин-OBL, Липримар и Тулип. Значение S_r не превышало 0,01 для ВЭЖХ, 0,1 для ТСХ.

Сумина Е.Г., д.х.н., профессор, suminaeg@yandex.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

Капиллярный электрофорез

1. Одним из важных направлений при проведении метаболомных исследований является определение энантиомерного состава природных объектов. С этой целью проведены эксперименты по хиральному разделению аминокислот, лекарственных препаратов в биологических жидкостях с использованием таких подходов как внутрикапиллярная хиральная дериватизация, введение хиральных селекторов в состав фонового электролита, выявление синергетического эффекта двойных хиральных систем на факторы энантиоселективности. Выявлены аналитические возможности синтезированных хиральных селекторов на основе алкилимидазолия и β -циклодекстрина (3-Me-1- β -ЦДImOTs и 3-Bu-1- β -ЦДImOTs) в составе фонового электролита при селективном разделении стероидных гормонов и энантиомеров нестероидных противовоспалительных препаратов. Ранее эти модификаторы нами были применены в качестве стационарной фазы с реализацией режима капиллярной электрохроматографии, обеспечив в одном аналитическом цикле разделение гидрофобных и гидрофильных аналитов. Проведен анализ образцов плазмы крови с 3-Me-1- β -ЦД-ImOTs в ФЭ: 10 мкл внутреннего стандарта (преднизолон ацетат, Pr) с применением внутрикапиллярного концентрирования. Поскольку образующиеся ассоциаты «стероид- 3-Me-1- β -

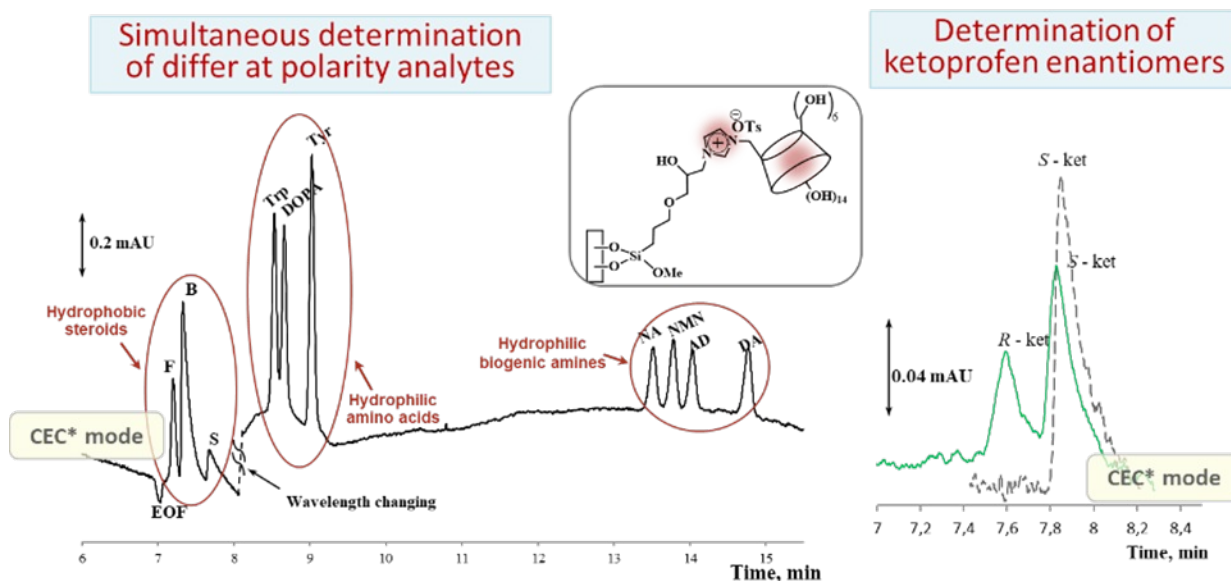
ЦД-ImOTs» положительно заряжены, оказалось возможным применить более эффективный по сравнению со стэкингом вариант *электростэкинга*. С целью выявления синергетического эффекта поставлена серия специальных электрофоретических экспериментов с применением *двойных хиральных селекторов*. В качестве второго, дополнительного к 3-Bu-1-β-ЦДImOTs, выбраны β-ЦД, 2-гидроксипропил-β-циклодекстрин (2-ГП-β-ЦД), амикацин, ванкомицин и др. При этом два хиральных селектора оказывали конкурирующее влияние, изменяя порядок миграции энантиомеров. Достигнуто электрофоретическое разделение энантиомеров аминокислот за счет внутрикапиллярной хиральной дериватизации в сочетании с он-лайн концентрированием. В найденных условиях определены продуцируемые аминокислоты в культуральной жидкости бактерий *E. coli*. Tyr, Ala, Ser и Glu. Важным результатом явилось электрофоретическое обнаружение в культуральной жидкости D-Ser и D-Ala.

Разработан подход к разделению и on-line концентрированию короткоцепочечных жирных кислот (КЦЖК) при их определении в сыворотке крови больных с воспалительными заболеваниями кишечника. Недостаточная чувствительность метода КЭ требует применения он-лайн концентрирования для обеспечения возможности детектирования минорных концентраций КЦЖК. Разработана схема электрофоретического определения 15 карбоновых кислот в сыворотке крови, включающая минимальную пробоподготовку, он-лайн концентрирование и разделение аналитов. Достигнутые значения пределов обнаружения 30-50 нг/мл. Для устранения проблемы высокосолевой матрицы процедуру классического стэкинга модифицировали введением в кварцевый капилляр перед дозированием пробы водной пробки. На границе «водная пробка - ФЭ» происходит их резкое торможение с последующим разделением сконцентрированных зон в условиях КЗЭ. В итоге, высокая проводимость матрицы пробы не помешала селективному электрофоретическому определению этих аналитов. Электрофоретическая методика апробирована при определении карбоновых кислот в сыворотках крови мышей.

Предложенный нами вариант электрофоретического анализа нативных аминокислот с использованием фонового электролита, содержащего ионы Cu^{2+} , адаптирован и валидирован при метаболическом профилировании образцов культуральных жидкостей при создании клеточной модели неалкогольной жировой болезни печени. Полученные результаты указывают

на возможность использования молочной кислоты и аланина в качестве потенциальных биомаркеров этой патологии.

Предложен подход к формированию плотного и стабильного покрытия стенок кварцевого капилляра с внешним отрицательно-заряженным слоем нанокатионита, заключающийся в последовательном чередовании противоположно-заряженных слоев наноразмерных ионообменников. Сформировано двухслойное покрытие «наноанионит-нанокатионит», отличающееся высокой стабильностью в диапазоне pH от 2 до 10, и позволяющее проводить до 120 циклов анализа без обновления покрытия. Аналитические возможности двухслойного покрытия продемонстрированы при анализе смесей биогенных аминов и аминокислот в режиме капиллярной электрохроматографии. Показано, что определение данных аналитов на сформированном покрытии характеризуется высокой эффективностью и меньшим временем проведения анализа. Высокая концентрация ионообменных групп на поверхности капилляра обеспечивает эффективное концентрирование аналитов в условиях электростекинга.



Электрофореграммы различных по полярности аналитов и энантиомеров кетопрофена, полученные с использованием ковалентного покрытия кварцевого капилляра на основе β -ЦД и имидазола. Условия: 10 мМ NaH_2PO_4 (доведенный до pH 2.0 0.1 М HCl; ввод пробы: 2.0 с \times 30 мбар; -20 кВ; 254 нм (1-8 мин) and 220 нм (8-15 мин), 0 мбар (1-10 мин) and 40 мбар (10-15 мин).

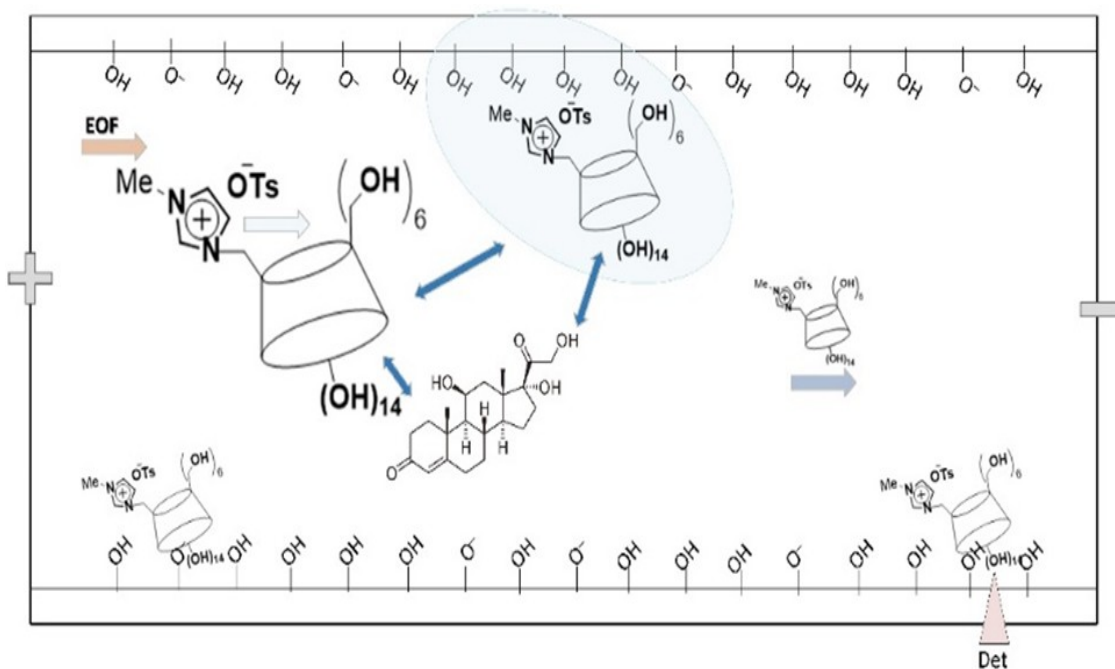
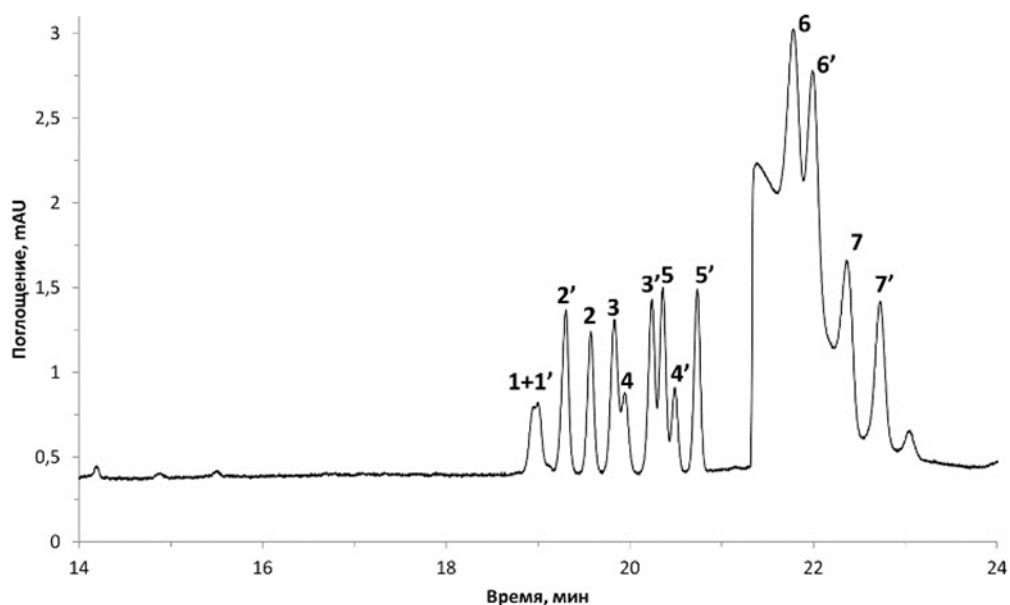
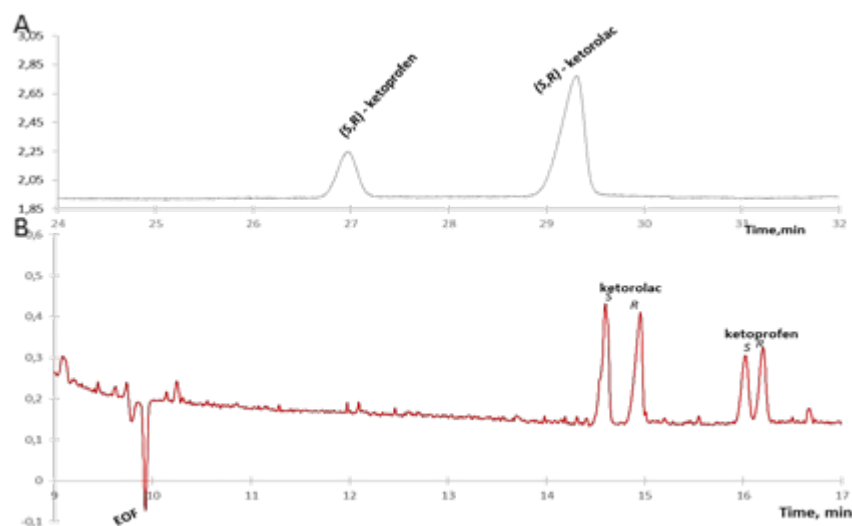


Схема возможных механизмов взаимодействия кортикостероидов с 3-Ме-1-β-ЦД-ImOTs в составе фонового электролита.



Электрофореграмма диастереомеров производных аминокислот (Trp, Tyr, Ala, Ser, Val, Met, Thr) с добавкой 2-ГП-β-ЦД в ФЭ, полученная в условиях внутрикапиллярной дериватизации. Условия: 160 мМ боратный буферный раствор (pH 9.5); 0.1 мМ 2-ГП-β-ЦД. Режим ввода: 1. 150 мМ раствора N-ацетил-L-цистеина, 5 с, 15 мбар. 2. Раствор анализируемой пробы: 10 с, 30 мбар; 3) 100 мМ раствор ОФА, 5 с, 15 мбар; 25 кВ; 340 нм.



Электрофореграммы энантимеров кетопрофена и кеторолака в отсутствие (А) и присутствии (В) 3-Бу-1-β-ЦДТотс в ФЭ. Условия: модельная смесь (рас-кетопрофен 10мкг\мл и рас-кеторолак 50 мкг\мл); ввод пробы 2с, 30мбар; 25мМ ФБР (рН 6.4), 0мМ (А) и 1мМ (В) 3-Бу-1-β-ЦДТотс, 254нм, 20кВ

Карцова А.А., д.х.н., профессор, kartsova@gmail.com (Санкт-Петербургский университет, Институт химии, кафедра органической химии, лаборатория хроматографии).

Другие хроматографические методы

1. Продолжено изучение механизма удерживания гидрофильных аналитов на сорбенте Нурегcarb. Использована ранее разработанная установка, позволяющая проводить ВЭЖХ разделение при приложенном к сорбенту электрическом потенциале. Предложено проводить перезарядку сорбента с использованием трехэлектродной ячейки с остановкой потока, а дальнейшие хроматографические эксперименты проводить в двухэлектродной ячейке. Показано, что перезарядка поверхности сорбента обратима в диапазоне потенциалов от +1 до -1 В. Изучен дрейф потенциала поверхности сорбента после размыкания цепи, установлено, что в положительной области не происходит существенного изменения потенциала сорбента и времени удерживания аналита спустя 60 – 120 минут после отключения внешнего потенциала.

Статкус М.А., к.х.н., mstatkus@gmail.com; Цизин Г.И., д.х.н., профессор; Никитина В.Н., к.х.н. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

2. Разработана методика определения полимерных функциональных присадок и их молекулярно-массовых характеристик в водах Черного и Азовского морей без предварительного разделения методом гель-проникающей хроматографии. Объектами исследования были растворы индивидуальных присадок “С5А”, “Максойл Д”, “Детерсол”, полиметиметакрилат “Д” (ПМАД), “Керопур D”, Антигель “Difron 3319”, “Суперантигель”, а также дизельное топливо. Для каждой функциональной присадки по аналитическим стандартным образцам полистирола рассчитывали молекулярно-массовые характеристики. Разработанная методика ГПХ-определения полимерных функциональных присадок в дизельном топливе, наряду с концентрационными характеристиками, позволяет определять также молекулярно-массовые показатели широкого круга полимерных функциональных присадок. Предложенная аналитическая схема апробирована при анализе реального образца дизельного топлива.

Иванова Ю.А., Темердашев З.А., Колычев И.А., Киселева Н.В. Определение полимерных функциональных присадок в дизельном топливе методом гель-проникающей хроматографии // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25. № 1. С. 53-62.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор, temza@kubsu.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

3. Проведены исследование и выбор оптимальных условий определения кофеина, катехинов и галловой кислоты в черном чае методом мицеллярной электрокинетической хроматографии для целей классификации черного чая по региону произрастания. С применением метода планирования экспериментов проведена оптимизация электрофоретического определения семи катехинов, кофеина и галловой кислоты в черном чае. Проанализированы «оригинальные» образцы черного чая цейлонского, китайского, ассамского, индийского, кенийского и краснодарского регионов произрастания и сформирован массив данных содержаний исследуемых аналитов. С использованием дискриминантного анализа построена модель и получены классификационные функции для 6 групп чая различных регионов произрастания. На основе полученных функций классификации построена диаграмма рассеяния канонических значений, которая показала, что образцы краснодарского и китайского чая локализованы от всех исследуемых групп. Индийский, ассамский и цейлонский чай сформировали единую область с

минимальной удалённостью от группы китайского чая. Проведена проверка правильности модели, общая прогнозирующая способность составила 92%. Показано, что содержания катехинов, галловой кислоты и кофеина являются подходящими маркерами классификации образцов черного чая различного региона произрастания.

Гущаева К.С., Цюпко Т.Г., Воронова О.Б., Малюкова Л.С. Определение кофеина, катехинов и галловой кислоты в черном чае различного происхождения // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2021. – Т. 87. – № 9. – С. 12-19. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-9-12-19

Цюпко Т.Г., д.х.н., tsypko@inbox.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

4. Показана возможность извлечения β -каротина из его гексановых растворов с использованием аналога мезопористого материала MCM-41, синтезированного из смеси содержащей в качестве матрицы предшественника Ludox HS-40.

Беланова Н.А., к.х.н., belanovana@mail.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

5. Разработаны новые способы сорбционного выделения и динамического сорбционного концентрирования жирорастворимых биологически активных веществ на примере α -токоферола и β -каротина на кремнеземах SBA-15 и MCM-41. Синтез новых кремнезёмов гидротермальным золь-гель методом с различными источниками SiO_2 , ионогенным и неионогенным шаблонами позволила в широких пределах варьировать селективность сорбента к целевым компонентам.

Усовершенствованы способы сорбционного выделения и концентрирования полифенольных веществ на примере кверцетина и (+)-катехина с использованием упорядоченных кремнезёмов MCM-41 и MCM-48. Изучено изменение селективности наноструктурированных сорбентов к целевым компонентам при варьировании источника кремнезёма и условий синтеза.

Карпов С.И., д.х.н., karsiv@mail.ru; Селеменев В.Ф., д.х.н. профессор-консультант (Воронежской государственной университет. кафедра аналитической химии).

Общие вопросы хроматографии. Приборы

1. Проведена сравнительная характеристика различных вариантов количественного хроматографического анализа методом двойной стандартной добавки. Показана эффективность решения подобных задач студентами в ходе выполнения ими практических работ.

Проанализирована распространенная и часто воспроизводимая в разных руководствах ошибка обработки данных количественного хроматографического анализа методом внутреннего стандарта и способы ее устранения

Зенкевич И.Г., д.х.н., профессор, izenkevich@yandex.ru; (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии, кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии; лаборатория ионометрии).

2. С целью повышения информативности портативных газохроматографических комплексов для гео- и специального мониторинга при разделении сложных смесей органических веществ в изотермическом режиме создан теоретический метод подбора системы поликапиллярных колонок (ПКК) на основе известных индексов удерживания веществ. Для этого обоснован метод расчета факторов удерживания целевых веществ по их индексам удерживания на ПКК. Метод позволяет при планировании эксперимента определить необходимое количество колонок, условия хроматографирования, эффективность системы ПКК для разделения с заданной степенью компонент смеси, что важно для портативных газовых хроматографов в изотермическом режиме при ограниченном времени анализа и в ограниченном интервале температур колонок. Соответствие метода расчёта эксперименту показано на взрывчатых веществах при определении системы ПКК с неподвижными фазами OV-5 и SE-54.

А.П. Ефименко, И.И. Науменко, Е.В. Кириллова, А.А. Шорохов Подбор параметров поликапиллярной колонки для портативных газоанализаторов по индексам Ковача // Аналитика и контроль. – 2022.Т.26.№1.С. DOI: 10.15826/analitika.2022.26.1.00 (Scopus – Q3).

Науменко И.И., к.х.н., Грузнов В.М., д.т.н., Gruznovvm@ipgg.sbras.ru (Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, лаборатория полевых аналитических измерительных технологий, Новосибирск).

3. Квантовохимические предпосылки дифференциального хроматографического удерживания 4-бутиробетаина, L-карнитина и мельдония. На уровне теории MPW1B95/6-311++G(3df,3pd) с анализом натуральных связевых орбиталей (NBO-анализ) рассчитана пространственная и электронная структура молекул 4-бутиробетаина, L-карнитина и мельдония, а также катионов их сопряжённых кислот. В протонированной молекуле 4-бутиробетаина присутствует плоская зигзагообразная цепь C–N–C–C–COOH. Остальные молекулярные системы существенно непланарны. Для всех изученных электронейтральных цвиттер-ионных молекул характерна значительная степень разделения заряда, проявлением чего является высокий дипольный момент. Полярный растворитель – вода стабилизирует столь полярные структуры, повышая в них степень разделения заряда, вследствие чего в водной среде момент диполя по сравнению с газовой фазой сильно возрастает. В газовой фазе мельдоний имеет более низкий дипольный момент по сравнению с 4-бутиробетаином и L-карнитином. В водном растворе нивелируется различие в полярности между последними. Принципиально возможно дифференцировать характеристики хроматографического (ВЭЖХ, ТСХ) удерживания исследованных веществ варьированием как полярности неподвижной и подвижной фаз, так и содержания в них воды (включая вариант градиентного элюирования). В молекулах L-карнитина и мельдония существует прочная внутримолекулярная водородная связь (ВВС) O \cdots H. Межъядерные расстояния O \cdots H, значения натурального индекса К.Б. Уайберга и результаты NBO-анализа показывают следующее: а) в молекуле L-карнитина ВВС прочнее, нежели в молекуле мельдония; б) в катионе сопряжённой кислоты L-карнитина ВВС прочнее по сравнению с протонированным по COO $^-$ -группе мельдонием; в) в молекулярных формах соединений L-карнитина и мельдония ВВС – намного более прочная, чем в протонированных; г) в водной среде ВВС ослабляется по сравнению с газовой фазой, в катионе сопряжённой кислоты мельдония в водном растворе она отсутствует. Наличие сильных, но разных по прочности ВВС в L-карнитине и мельдонии, а также отсутствие таковых в 4-бутиробетаине служит основанием для дифференциального хроматографического удерживания веществ. Протонирование мельдония по вторичной аминогруппе приводит к деструкции молекулярной системы с образованием комплекса, компонентами которого являются катион триметиламмония и азиран, объединённые прочной водородной связью N \cdots H, а также оксид углерода(IV). Для 4-бутиробетаина, L-карнитина и мельдония рассчитано газофазное

сродство к протону. В ряду этих соединений водная среда вносит непостоянный вклад в протолитические свойства. Предсказана принципиальная возможность посредством варьирования рН подвижной фазы (в том числе в режиме градиентного элюирования), во-первых, регулировать условия хроматографического разделения этих веществ, и, во-вторых, создавать условия для их селективного элюирования (выделения).

Структурные особенности молекул как предпосылка хроматографического поведения статинов.

1. На уровне теории B3LYP/6-311++G(2df,2p) с анализом натуральных связевых орбиталей (NBO-анализ) рассчитана пространственная и электронная структура молекул 8 статинов. По атомно-связево-аддитивным схемам и DFT-методом квантовой химии вычислен ряд дескрипторов структуры. Все молекулы полярны, что делает желательным использование для разделения и определения изученных соединений нормально-фазовой ВЭЖХ и полярных колонок в ГХ в сочетании с неполярным элюентом, либо обращённо-фазовой ВЭЖХ и неполярных колонок в ГХ при полярной подвижной фазе. Дифференциация молекул по полярности и липофильности (гидрофобности) позволяет надеяться на успешное хроматографирование и в перспективе разделение статинов в указанных условиях.

2. В молекуле питавастина несколько разрыхлены связи С–С трёхчленного цикла с участием углеродного атома, соединённого с хинолиновой системой.

3. В молекуле розувастина связи S^{•••}O носят «полуторный», семиполярный характер; одна из них участвует в сопряжении с орбиталью несвязывающей (неподелённой) электронной пары сульфаниламидного атома азота, имеющего близкую к тригональной конфигурацию связей и почти чистый *p*-характер.

4. Установлено, что время удерживания статинов, измеренное методом ОФ ВЭЖХ, антибатно связано с числом гетероатомов N, O, F, гидрофилизирующих молекулы, и симбатно – с индексом липофильности (гидрофобности) (*lgP*), в обоих случаях с тенденцией к линейности.

5. На выборке из трёх статинов показано, что определённое методом ГХ время удерживания изменяется симбатно (линейно или близко к линейности) с относительной молекулярной массой, размерными характеристиками молекул, рефракцией, поляризуемостью.

Панкратов А.Н., д.х.н., профессор, PankratovAN@info.sgu.ru ([Саратовский](#) государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

Электрохимические методы

Потенциометрия. Ионоселективные электроды

1. Изучены свойства полимерных сенсорных мембран для селективного определения скандия в многокомпонентных растворах. В качестве мембраноактивных веществ использовались азотсодержащие лиганды, ранее применявшиеся в экстракции для разделения и концентрирования актинидов и лантанидов. Изучены электрохимическая чувствительность, селективность электродов, установлены пределы обнаружения сенсоров, продемонстрировано их применение для определения скандия в технологических растворах.

Результаты работы опубликованы в журнале Sensors and Actuators. B: Chemical, DOI: 10.1016/j.snb.2021.130699

Кирсанов Д.О., д.х.н., профессор, d.kirsanov@gmail.com (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии, лаборатория прикладной хемометрики).

2. Разработаны немодифицированные и модифицированные полианилином планарные потенциометрические сенсоры на основе ассоциатов диметилдистеариламмония с амоксициллином Ag (I), определены их электрохимические и операционные характеристики. Показано, что линейный диапазон нернстовской зависимости составляет $1 \cdot 10^{-2}$ – $1 \cdot 10^{-4}$ М, угловой коэффициент - 50 ± 4 мВ/рС, предел обнаружения амоксициллина - $8 \cdot 10^{-5}$ М, срок службы сенсоров 1,5-2 мес. Для модифицированных полианилином планарных сенсоров в растворах амоксициллина регистрировались относительно высокие значения потенциала (около 400 мВ), что обусловлено синергетическим эффектом электропроводящих свойств углеродсодержащих чернил и полианилина. Сенсоры применимы для экспрессного детектирования амоксициллина в водных растворах, слюне, в лекарственных препаратах (Амоксициллин, Амоксиклав).

Изучены транспортные свойства немодифицированных и модифицированных амоксициллинселективных пластифицированных

мембран: модификатор - нанотрубки полианилина (PANI NT), представляющие интерес в качестве модификаторов сенсорных и мембранных композиций. Установлено влияние концентрации электродноактивных соединений, растворов антибиотиков, природы модификатора на транспортные свойства. Оценены количественные характеристики мембранного транспорта: коэффициент проницаемости и поток ионов.

Кулапина Е.Г., д.х.н., профессор, kulapinaeg@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

3. Разработана новая потенциометрическая сенсорная система для неинвазивного определения антиоксидантной активности (АОА) кожи человека, основанная на гибких пленочных электродах (ГПЭ) с мембраной, содержащей медиатор ($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$). В ГПЭ использовались доступные недорогие материалы и масштабируемые технологии. Индикаторный ГПЭ изготавливали на основе пленки из полиэтилентерефталата (ПЭТ) и углеродной вуали (УВ) методом одностороннего горячего ламинирования. ГПЭ сравнения изготавливали на основе ПЭТ и серебряных чернил с использованием трафаретной печати с последующим электроосаждением осадка, содержащего смесь хлорида серебра и феррицианида серебра (ХСФС). Трехэлектродная конфигурация предложенной потенциометрической системы, включающая два индикаторных ГПЭ (УВ/ПЭТ) и один ГПЭ сравнения (ХСФС/Ag/ПЭТ), успешно использовалась для измерения АОА кожи и оценки воздействия фитокосметических продуктов. Устройство обеспечивает получение воспроизводимых ($S_r \leq 7\%$) и надежных (восстановление неферментативных антиоксидантов близко к 100%) результатов, что позволяет прогнозировать его применение при мониторинге АОА кожи человека, а также для оценки эффективности антиоксидантов наружного и перорального применения.

A.V. Tarasov, E.I. Khamzina, M.A. Bukharinova, N.Y. Stozhko. Flexible potentiometric sensor system for non-invasive determination of antioxidant activity of human skin: Application for evaluating the effectiveness of phytocosmetic products.// Chemosensors. 2021. Vol. 9.No 4. 76. DOI [10.3390/chemosensors9040076](https://doi.org/10.3390/chemosensors9040076).

Стожок Н.Ю., д.х.н., профессор, sny@usue.ru; Тарасов А.В., tarasovav@usue.ru (Уральский государственный экономический университет,

кафедра физики и химии, научно-инновационный центр сенсорных технологий, Екатеринбург).

4. Развита методология комплексного исследования антиоксидантных свойств материалов, в том числе сложносоединенных соединений, основанная на различных механизмах их антиоксидантного действия:

1. Реакция переноса электрона с антиоксиданта (АО) на субстрат (реакция окисления АО) – ET-mechanism;
2. Реакция переноса атома водорода с АО на субстрат, которую в водных средах можно рассматривать как перенос протона, сопровождающийся переносом электрона (реакция окисления АО) – HAT-mechanism;
3. Реакция переноса одной или нескольких пар электронов с образованием ковалентной связи по донорно-акцепторному механизму (реакция комплексообразования АО с ионами металлов переменной валентности).

Показана возможность оценки антиоксидантных свойств с использованием всех трех механизмов с применением потенциометрических методов. Изучена эффективность применения комплексного подхода при исследовании сложносоединенных систем, синтезированных с целью разработки лекарственных препаратов двойного (сочетанного или плеiotропного) действия: с противовирусной/антиоксидантной активностью (на основе нитроазолоазинов), противодиабетической/антиоксидантной активностью (на основе 2,5-замещенных-6Н-1,3,4-тиадиазинов) и нейродегенеративной/антиоксидантной активностью (на основе фенилимидазолов). Изучено также влияние сопряжения фрагментов с различными видами активности на антиоксидантные свойства молекул. Найдены закономерности изменения антиоксидантных свойств как в зависимости от нитроазолоазинового/имидазольного, так и от фенольного фрагмента.

Иванова А.В., д.х.н., профессор, a.v.ivanova@urfu.ru (Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург).

5. В качестве материалов в потенциометрических сенсорах с внутренним раствором сравнения исследованы перфторированные сульфокатионообменные мембраны МФ-4СК, модифицированные полианилином. Установлено, что появление в мембране дополнительных

сорбционных центров в виде аминогрупп и фрагментов с π - π -сопряжением способствует росту чувствительности ПД-сенсоров (ПД – потенциал Доннана) к анионам сахараина и сульфаниламидов, что отражается на диффузионной проницаемости мембран и увеличении концентрации допанта в поверхностном слое. Показано, что присутствие в анализах неорганических катионов другого сорта нежели исходная ионная форма мембран способствует повышению чувствительности сенсоров к органическим анионам за счет сопряженного переноса. Мультисенсорные системы на основе полученных композиционных мембран апробированы при анализе многокомпонентных фармацевтических препаратов, а также в технологических средах со сложной матрицей.

Оценена стабильность характеристик ПД-сенсоров при длительном использовании для анализа технологических и фармацевтических растворов. Материалами ПД-сенсоров являются перфторированные сульфокатионообменные мембраны (Nafion®, МФ-4СК), амфифильные свойства, высокая селективность которых по отношению к катионам и наноструктурированная матрица обуславливают высокую устойчивость к фаулингу по сравнению с ПВХ мембранами. Показано, что возможной причиной фаулинга ПД-сенсоров является накопление в порах мембран объемных органических ионов, влияющее на их сорбционные и транспортные свойства. Вследствие этого в ПД-сенсорах используются мембраны с катионами калия, высокое сродство к которым обеспечивает быструю и полную регенерацию мембран посредством приведения в равновесие с 0.1 М раствором КСl. Пространственное разделение границ мембраны с анализируемым раствором и раствором сравнения в ПД-сенсорах минимизирует диффузию компонентов анализируемых сред в объем мембраны. Градуировочные характеристики ПД-сенсоров сохраняются постоянными не менее 1 года при условии хранения в деионизированной воде и отмывки между сериями измерений (~100 измерений).

Результаты получены совместно с Лабораторией ионики функциональных материалов ИОНХ РАН (зав. лабораторией – д.х.н., проф., член.-корр. РАН Ярославцев А.Б.)

Бобрешова О.В., д.х.н., профессор. bobreshova@chem.vsu.ru; Паршина А.В., д.х.н., parshina_ann@mail.ru; Колганова Т.С., к.х.н., tanyadenisova@list.ru (Воронежский государственный университет. кафедра аналитической химии).

6. Предложен оптимизированный состав мембраны для изготовления цинк-селективного электрода на основе поливинилхлорида, модифицированного 2-меркаптобензтиазолом (МПВХ), с соотношением ингредиентов (в мас. %): поливинилхлорид – 31.7; диоктилсебацинат – 66.3; тетра-п-хлорфенилборат калия – 0.5; МПВХ – 1.5. Рабочий диапазон рН с минимальным дрейфом потенциала составил 1.5 – 3, крутизна электродной функции - 30.1 ± 0.3 мВ. Предлагаемая модель электрода работает в диапазоне концентраций $1 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ моль/л, с пределом обнаружения 0.65 мг/л. Время стабилизации потенциала в пределах 1 мВ составило 15-20 с. Определены потенциометрические коэффициенты селективности цинк-селективного электрода по отношению к различным ионам. Предложены условия определения цинка с помощью сенсора в сплавах и сточной воде. Полученные экспериментальные данные близки по точности результатам, полученным методами атомной абсорбции, а также ионометрии с применением промышленного электрода. Таким образом, электрод с мембраной на основе поливинилхлорида, модифицированного 2-меркаптобензтиазолом, можно использовать как альтернативный промышленному ХС-Zn-001 для определения ионов цинка в различных объектах.

Татаева С. Д., Зейналов Р.З., Магомедов К.Э. Потенциометрический сенсор для определения ионов цинка // Аналитика и контроль. – 2021. – Т. 25. – № 3. – С. 205-211. – DOI: <http://dx.doi.org/10.15826/analitika.2021.25.3.002>

Татаева, С.Д., Зейналов Р.З., Магомедов К.Э. .(Дагестанский государственный университет, кафедра аналитической и фармацевтической химии, Махачкала).

Вольтамперометрия

1. Изучены электрохимические свойства цитохрома Р450 2С9 (СУР2С9) и полиморфных модификаций Р450 2С9*2 (СУР2С9*2) и Р450 2С9*3 (СУР2С9*3). Для оценки сравнительной каталитической активности ферменты были иммобилизованы на электроды, модифицированные мембраноподобным поверхностно активным соединением – бромидом дидодецилдиметиламмония (ДДАБ) (ПГЭ/ДДАБ). Циклические вольтамперограммы цитохромов Р450 в анаэробных условиях характеризуются пиками восстановления и окисления иона железа гема-ферментов, что подтверждает адекватный выбор типа модифицированного

электрода. Полупотенциал цитохрома P450 2C9 составил $E_{mid} = -0.318 \pm 0.01$ В, аллельного варианта 2C9*2 $E_{mid} = -0.324 \pm 0.01$ В, аллельного варианта 2C9*3 $E_{mid} = -0,318 \pm 0.03$ В (отн. хлоридсеребряного электрода сравнения). Диклофенак (нестероидный противовоспалительный препарат) является субстратом как фермента «дикого» типа, так и изоформ цитохрома P450 2C9*2 и 2C9*3, с образованием 4-гидроксидиклофенака. Показана каталитическая активность цитохромов P450 2C9, P450 2C9*2 и P450 2C9*3 по отношению к диклофенаку, выражаемая каталитическим током фермента «дикого типа» и обеих аллельных изоформ. Соотношение величин токов диклофенак/кислород (IDF/IO_2 , индекс сопряжения) составляет 1,80 для цитохрома P450 2C9, 1,33 и 2,18 для изоформ P450 2C9*2 и 2C9*3, соответственно. Антиоксидантные препараты мексидол и таурин (в концентрации 98 мкМ и 100 мкМ) стимулируют первую стадию в каталитическом цикле цитохромов P450 – аэробное восстановление гема. Показана их стимулирующая роль в концентрациях, сравнимых с концентрациями субстратов изоформ, в метаболических реакциях диклофенака. В присутствии мексидола, метаболического антиоксидантного препарата, регистрируется повышение каталитической активности цитохрома P450 2C9 по отношению к диклофенаку в 1,7 раза. Таурин, витаминоподобное соединение с антиоксидантными свойствами, также стимулирует метаболизм диклофенака в 1,5 раза.

В. В. Шумянцева, Л. Е. Агафонова, Т. В. Булко, А. В. Кузиков, Р. А. Масамрех, Д. Ян, Д. В. Пергушов, Л. В. Сиголаева. Электроанализ биомолекул: обоснованный выбор сенсорных конструкций. Успехи биологической химии. 2021. т.61. с. 295-316.

Rami A. Masamrekh, Tatiana A. Filippova, Kirill A. Sherbakov, Alexander V. Veselovsky, Victoria V. Shumyantseva, Alexey V. Kuzikov. Interactions of galeterone and its 3-keto-D4 metabolite (D4G) with one of the key enzymes of corticosteroid biosynthesis – steroid 21-monooxygenase (CYP21A2). Fundamental & Clinical Pharmacology 35 (2021) 423–431. doi: 10.1111/fcp. 12607

Шумянцева В.В., д.биол.н., профессор, Victoria.shumyantseva@ibmc.msk.ru; Булко Т.И., Кузиков А.В., Масамрех Р.А. (Научно-исследовательский институт биомедицинской химии имени В.Н. Ореховича, лаборатория биоэлектрохимии, Москва).

2. Изучено вольтамперометрическое поведение токсичных компонентов жидких неорганических отходов I-II классов опасности (ионы Cu^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{3+}) в минерально-органических средах с высокой

сольватирующей способностью. Установлено, что в хлоридных диметилсульфоксидсодержащих средах ионы меди (II), никеля (II) и хрома (III) восстанавливаются на электроде в присутствии компонентов исходной матрицы с образованием хорошо выраженных пиков. Предложена методика одновременного вольтамперометрического определения меди(II) и никеля(II) в кислой части жидких неорганических отходов, а также хрома(III) в хромсодержащих отходах. Определение сводится к разбавлению аликвоты жидких неорганических отходов водой, последовательному введению в полученный раствор диметилсульфоксида, хлористоводородной кислоты и хлорида калия до необходимых соотношений и регистрации вольтамперограмм. Работа выполнена в рамках реализации задач национального проекта «Экология» с целью разработки новых методик оперативного аналитического контроля на производственно-технических комплексах по обработке, утилизации и обезвреживанию отходов I-II классов опасности.

Трубачев А.В., к.х.н., trub_av@mail.ru (УдмФМЦ УрО РАН, Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии, Ижевск).

3. Разработаны методики селективного определения тяжелых металлов в жидких неорганических отходах I и II классов опасности:

1. Вольтамперометрический способ определения содержания меди (II) и никеля (II) для определения состава кислотно-щелочной части жидких неорганических отходов, заключающийся в разбавлении пробы отходов водой, добавлении раствора хлорида калия, диметилсульфоксида до необходимых соотношений и регистрации вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от -0,05 до -1,20 В. Расчет содержания компонентов проводится методом градуировочного графика;

2. Вольтамперометрический способ определения содержания хрома в жидких хромсодержащих отходах, заключающийся в применении диметилсульфоксидсодержащего фонового электролита: хром(III) в хлористоводороднокислых водно-органических электролитах, содержащих ДМСО, восстанавливается на электроде с образованием максимумов на вольтамперограммах в области потенциалов от -0,9 до -1,1 В.

Трубачева Л.В., к.х.н., trub12@mail.ru; Лоханина С.Ю., swetlei@mail.ru; Трубачев А.В., к.х.н., trub_av@mail.ru (Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии, Ижевск).

4. Проведены исследования по электроокислению компонентов различных фаз, полученных при совместном электроосаждении свинца и платины на поверхность графитового электрода (ГЭ). Электроосаждение компонентов осадка на ГЭ проводилось в режиме «in situ». Высказаны предположения по составу фазовых структур, находящихся на поверхности ГЭ. С использованием термодинамической теории сплавов рассчитана теплота смешения компонентов бинарного сплава свинец-платина. Смещение равновесного потенциала свинца при селективном электроокислении его из бинарного электролитического осадка свинец-платина оценивалось в приближении теории регулярных растворов. Установлено, что после электроконцентрирования на поверхности ГЭ находятся фазы: свинец, платина и PtPb. Селективное электроокисление свинца из фазы PtPb наблюдается при потенциале минус 0,3 В. Показана возможность определения ионов платины (II, IV) методом ИВ по пику селективного электроокисления свинца из интерметаллического соединения с платиной.

Исследована возможность определения платины(IV) и родия(III) без их разделения в растворе методом инверсионной вольтамперометрии по пику селективного электроокисления свинца из электролитического осадка свинец–платина–родий при потенциале -0.3 В. Свинец, платину и родий электроосадили в режиме in situ на поверхность графитового электрода из 1 М HCl. В электролитическом осадке платина и родий не образуют твердых растворов между собой, но образуют интерметаллические соединения (ИМС) со свинцом. Селективное электроокисление свинца из ИМС PtPb и родия из ИМС Pb₂Rh наблюдается при потенциале -0.3 В. Показана возможность определения платины (IV) и родия (III) без их разделения с использованием метода добавок. Нижняя граница определяемых содержаний платины (IV) по пику селективного электроокисления свинца из ИМС PbPt составляет 0.86 мг/л. Нижняя граница определяемых содержаний родия (III) по пику селективного электроокисления свинца из ИМС Pb₂Rh составляет 0.0046 мг/л.

Колпакова Н.А., д.х.н., профессор, nak@tpu.ru (Национальный исследовательский Томский политехнический университет, кафедра химической инженерии ИШПР).

5. С использованием безртутной вольтамперометрии для определения токсичных соединений предложен способ определения формальдегида (ФМ)

на толсто пленочном углеродсодержащем электроде, модифицированном пленкой висмута (ТУЭ/Bi). Анализ основан на переводе гидратированной формы ФМ в электрохимически активное производное с образованием формальдегид-гидразона (ФАГ) в присутствии сернокислого гидразина на фоне фосфатного буфера. ФАГ необратимо восстанавливается в области потенциалов (-0,7) – (-1,1) В. Предложенный подход позволяет достичь предела обнаружения ФМ 0,057 мкМ, более низкого по сравнению с ранее опубликованными в литературе данными, как для электрокатализа на твердых электродах, так и для непрямых методов с ртутной каплей, и обеспечить достаточно широкий линейный диапазон градуировочного графика от 0,33 до 167 мкМ ФМ. Этот подход отличается от большинства известных подходов простой процедурой модификации с высокими электроаналитическими характеристиками. Предложенный метод весьма перспективен для обнаружения формальдегида в следовых количествах в различных объектах.

Малахова Н.А., к.х.н., n.a.malahova@urfu.ru (Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург).

6. Установлено, что композитная пленка на основе восстановленного оксида графена, покрытого полиглициновой пленкой (поли-Гли-Говос), иммобилизованная на электроде из стеклоуглерода (СУ), проявляет электрокаталитическую активность при окислении ацикловира и валацикловира. Оптимизированы условия получения полимерной пленки и восстановления оксида графена на СУ и регистрации максимального каталитического тока на композитном пленочном электроде. Рассчитанные кинетические характеристики характеризуют высокую скорость электронного переноса при окислении рассматриваемых соединений на электроде поли-Гли-Говос-СУ. Разработан способ селективного вольтамперометрического определения ацикловира и валацикловира на таком электроде. Предложен способ амперометрического детектирования противовирусных препаратов на основе гуанина в условиях проточно-инжекционного анализа. Линейная зависимость аналитического сигнала от концентрации ацикловира и валацикловира наблюдается до 5×10^{-6} М в стационарном режиме и до 1×10^{-7} М в проточной системе. Разработанный вольтамперометрический способ определения ацикловира и валацикловира апробирован при анализе лекарственных средств.

Разработан способ селективного и чувствительного вольтамперометрического определения аскорбиновой и щавелевой кислот. В качестве детектора использовали планарный электрод, модифицированный биметаллической системой золото–палладий, которая проявляет каталитическую активность при электроокислении органических кислот. Разность потенциалов пиков окисления аскорбиновой и щавелевой кислот на этом электроде составляет 400 мВ. Линейная зависимость аналитического сигнала от концентрации органического соединения наблюдается до 5×10^{-8} М и 1×10^{-7} М для аскорбиновой и щавелевой кислот соответственно. Предложен способ *in situ* вольтамперометрического определения аскорбиновой и щавелевой кислот в цитрусах и апельсиновых соках без пробоподготовки. Модифицированный электрод вводили в плод, в кожуре которого предварительно делали срез ножом, и регистрировали вольтамперограмму. Свежевыжатые соки анализировали с погружением электрода в сок. Результаты вольтамперометрического определения аскорбиновой и щавелевой кислот были сопоставлены с результатами, полученными методами иодометрического и перманганатометрического титрования. Анализ результатов по F- и t-критериям показал, что расхождения между средними незначимы. Разработанный способ позволяет проводить определение аскорбиновой и щавелевой кислот в соках и фруктах с высокой селективностью и чувствительностью, не требует пробоподготовки образца, сокращает время анализа и расход реагентов.

Шайдарова Л.Г., д.х.н., профессор, larisashaidarova@mail.ru (Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии).

7. Разработан вольтамперометрический способ экспрессного определения нитрит-ионов как метаболитов оксида азота в макрофагах, выделенных из моноцитов периферической крови человека для оценки их фенотипа и ранней диагностики онкологических заболеваний. Исследованы закономерности и предложен механизм электровосстановления S-Нитрозо-N-ацетилпенициллина на поверхности графитового модифицированного электрода (ГМЭ). Показано, что процесс электровосстановления носит необратимый двухстадийный характер. Разработан вольтамперометрический способ экспрессного определения S-нитрозотиолов в модельных средах как субстратов оксида азота на ГМЭ. Проведена оценка метрологических характеристик методики. Разработанная методика применена для определения S-нитрозотиолов в биологических жидкостях.

Исследованы электрохимические свойства и разработаны вольтамперометрические методики определения ряда карбаматных пестицидов (карбарил, карбофуран, карбосульфат) в объектах окружающей среды и пищевых продуктах. Методики отличаются высокой чувствительностью и селективностью благодаря использованию новых электродных материалов на основе восстановленного лазером оксида графена.

Короткова Е.И., д.х.н., профессор, eikor@mail.ru (Национальный исследовательский Томский политехнический университет, кафедра химической инженерии ИШПР).

Кулонометрия

1. Оценена реакционная способность антиоксидантов (АО) пива по отношению к электрогенерированным титрантам (бromу, иоду и гексацианоферрат (III) ионам). Показано, что электрогенерированный иод взаимодействует с аскорбиновой кислотой и серосодержащими соединениями, но не окисляет фенольные АО. Установлены стехиометрические коэффициенты реакций фенольных АО с электрогенерированными бромом и гексацианоферрат (III) ионами. Предложены соответствующие схемы реакций. Оценены обобщенные антиоксидантные показатели (интегральная антиоксидантная емкость по реакции с электрогенерированным бромом, железовосстанавливающая способность по реакции с электрогенерированными гексацианоферрат(III) ионами и окисляемость по иоду) пива различных типов брожения и сортов (16 образцов). Показано статистически достоверное отличие их характеристик, что обусловлено реакционной способностью АО пива по отношению к титрантам. Установлены корреляции интегральной антиоксидантной емкости и железовосстанавливающей способности пива с общепринятыми антиоксидантными параметрами (общим содержанием фенольных соединений и антиоксидантной активностью). Коэффициенты корреляции (0.7175-0.8703) подтверждают правильность полученных с помощью кулонометрического титрования результатов.

Зиятдинова Г.К., д.х.н., профессор Ziyatdinovag@mail.ru (Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии).

Электрохимические сенсоры

1. Разработан новый электрохимический сенсор с использованием мезопористого углерода для определения п-нитрофенола и бетулина. Применение графитового электрода, модифицированного мезопористым углеродом, позволило увеличить чувствительность определения, улучшить селективность определяемых компонентов и применить сенсоры при разработке методики определения широкого круга органических веществ. Ртутно-графитовый электрод с добавками меди, модифицированный арендиазониевыми тозилатами, показал высокую чувствительность и селективность по сравнению с ртутно-графитовым электродом. Изучено влияние концентрации модификатора и различных заместителей. Продемонстрировано применение полученного электрода для анализа образцов сыворотки крови. Исследовано влияние мешающих элементов, содержащиеся в крови. Полученные результаты показали применимость электрода для определения селена в присутствии мешающих компонентов. Разработанная методика определения селена в биологических объектах имеет преимущества перед другими, ранее известными, методиками. Она отличается высокой чувствительностью, хорошей воспроизводимостью получаемых сигналов, а также простотой пробоподготовки и аппаратного обеспечения и может быть рекомендована к использованию в фармакокинетических и фармацевтических исследованиях.

Разработан высокочувствительный электрохимический сенсор для определения мельдония в моче. Золото-графитовый электрод был модифицирован арендиазониевыми тозилатами, полученные результаты показали высокую чувствительность и селективность по сравнению с золото-графитовым электродом. Изучено влияние концентрации модификатора и различных заместителей, продемонстрировано аналитическое применение этого электрода для анализа образцов мочи. Время анализа одной пробы сокращено до 15 минут. Линейный диапазон определяемых концентраций мельдония на этом электроде – 0.01 – 400 мкг/мл. Погрешность определения не превышала 18%.

Слепченко Г.Б.; д.х.н., профессор, slepchenkogb@mail.ru
(Национальный исследовательский Томский политехнический университет; кафедра химической инженерии ИШПР).

2. Разработан иммуносенсор для определения антител к вирусу клещевого энцефалита (ВКЭ), где в качестве маркера использовались наночастицы серебра. Исследованы электрохимические свойства наночастиц серебра и их биоконъюгатов на разных электродах методом инверсионной вольтамперометрии. Разработан алгоритм проведения иммуноанализа для определения антител к ВКЭ с использованием биоконъюгатов. Показана специфичность иммуносенсора с контрольными образцами, не содержащими антител к ВКЭ, рассчитаны основные метрологические характеристики разработанного иммуносенсора для количественного определения антител к ВКЭ. Разработанный иммуносенсор апробирован на реальных объектах (сыворотке крови человека и лекарственных препаратах, содержащих иммуноглобулины против КЭ). Результаты анализа совпадают с результатами, полученными традиционным иммуноферментным (ИФА) методом, что открывает новые возможности для создания дешевых, надежных и простых электрохимических иммунодиагностических тест-систем с использованием маркёров на основе наночастиц серебра, как альтернатива ИФА с ферментными метками. Замена ферментной метки на серебряную позволит увеличить срок хранения диагностикумов и не использовать консервирующие реактивы. Разработанный электрохимический иммуносенсор на основе наночастиц серебра может быть успешно использован в лабораторной диагностике и медицинских целях.

Короткова Е.И., д.х.н., профессор, eikor@mail.ru; (Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Кафедра химической инженерии ИШПР).

3. Предложена методология структурирования синтетического рецепторного слоя на основе органических молекул класса диазинов в качестве компонента рецепторного слоя небιологической природы для интегрального ультрачувствительного определения нитроароматических соединений в пробах со сложной матрицей. На основе предложенной методологии разработан оригинальный электрохимический сенсор для быстрого и чувствительного обнаружения нитробензола в коммерческих образцах меда. Планарный печатный электрод модифицировали производными 1,3/1,4 диазинов, используемых в качестве элементов самостоятельного молекулярного распознавания. В ходе проведенных исследований произведен скрининг производных диазинов, установлены взаимосвязи «структура молекулы – способность к концентрированию

нитробензола», определены соединения-лидеры и установлены корреляции с результатами, полученными с использованием оптических методов исследований. Модифицированные электроды охарактеризованы методами электрохимической импедансной спектроскопии и электронной микроскопии, выбраны рабочие условия формирования и регистрации электрохимического отклика от нитробензола. При выбранных условиях получены линейные градуировочные зависимости, определены аналитические характеристики. Показана применимость разработанного подхода и сенсора для анализа коммерческих образцов меда. Получен предел обнаружения, составляющий 0,107 мкМ.

Козицина А.Н., д.х.н., профессор, Alisa-Kozitsina@yandex.ru; a.n.kozitsina@urfu.ru (Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург).

4. Разработаны и исследованы новые энантиоселективные вольтамперометрические сенсоры и сенсорные системы на основе хиральных комплексов металлов с оптически активными лигандами, хиральных цеолитов и углеродных материалов для экспрессного распознавания и обнаружения энантиомеров в энантиочистых лекарственных соединениях и биологических добавках (варфарин, атенолол, триптофан, тирозин, цистеин), в плазме крови и моче человека, а также для контроля качества лекарственных средств и пищевых продуктов. На основе комплексного изучения хиральных супрамолекулярных структур из ахиральных малых молекул предложены методы синтеза и получения новых хиральных материалов для применения в энантиоселективных вольтамперометрических сенсорах.

Zagitova L.R., Maistrenko V.N., Yarkaeva Yu.A., Zagitov V.V., Zilberg R.A., Kovyazin P.V., Parfenova L.V. Novel chiral voltammetric sensor for tryptophan enantiomers based on 3-neomenthylindene as recognition element // J. Electroanal. Chem. 2021. V. 880. N 114939. DOI: [10.1016/j.jelechem.2021.114939](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2021.114939).

Yarkaeva Yu.A., Maistrenko V.N., Zagitova L.R., Nazyrov M.I., Berestova T.V. Voltammetric sensor system based on Cu (II) and Zn (II) amino acid complexes for recognition and determination of atenolol enantiomers // J. Electroanal. Chem. 2021. N. 115839. DOI: [10.1016/j.jelechem.2021.115839](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2021.115839).

Майстренко В.Н., д.х.н., профессор, V_maystrenko@mail.ru, (Башкирский государственный университет, химфак, кафедра аналитической химии, Уфа).

5. Разработаны вольтамперометрические сенсоры на основе наночастиц оксида олова (IV) и поверхностно-активных веществ (ПАВ) для определения природных фенольных антиоксидантов (гесперицина и галловой кислоты). Варьирование природы и концентрации ПАВ показало, что наилучший отклик аналитов регистрируется в случае катионного 0.50 мМ цетилпиридиний бромида. Рассчитаны параметры электроокисления гесперицина и галловой кислоты на предложенном электроде. Сенсоры охарактеризованы методами сканирующей электронной микроскопии, циклической вольтамперометрии и спектроскопии электрохимического импеданса. Показано статистически достоверное увеличение эффективной площади поверхности и скорости переноса электрона по сравнению со стеклоуглеродным электродом. В условиях дифференциально импульсной вольтамперометрии диапазон определяемых содержаний галловой кислоты составляет 0.10-2.5 и 2.5-75 мкМ с пределом обнаружения 0.044 мкМ, что превосходит описанные ранее для модифицированных электродов на основе наночастиц оксидов металлов и неметаллов. Сенсор на гесперидин функционирует в режиме адсорбционной дифференциально-импульсной вольтамперометрии (время накопления 120 с) и позволяет определять 0.10-10 и 10-75 мкМ аналита с пределом обнаружения 0.077 мкМ. Полученные аналитические характеристики сопоставимы или улучшены по сравнению с другими химически модифицированными электродами. Важным преимуществом сенсора на гесперидин является селективность отклика в присутствии неорганических ионов, сахаридов и аскорбиновой кислоты, а также ряда структурно родственных природных фенольных соединений (нарингина, кверцетина, рутина, морина, кофейной и хлорогеновой кислот). Сенсоры апробированы на образцах соков и нектаров. Оценено содержание гесперицина в апельсиновых соках и сопоставлено с данными хроматографического анализа. Галловая кислота использована в качестве стандарта при оценке антиоксидантной емкости соков и нектаров, пики окисления которых носят интегральный характер. Преимуществами разработанного подхода являются высокая чувствительность, простота, доступность и экспрессность, что позволяет рекомендовать методику для скрининга напитков.

Зиятдинова Г.К., д.х.н., Ziyatdinovag@mail.ru, Якупова Э.Н., elviraakupova96@mail.ru (Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии).

6. Разработан новый вольтамперометрический сенсор на основе наночастиц (НЧ) $\text{CeO}_2 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ для определения липоевой кислоты, играющей важную роль в аэробном метаболизме в живых организмах. Наилучшие вольтамперометрические параметры получены для дисперсии НЧ $\text{CeO}_2 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ с концентрацией 0.5 мг/мл. Сканирующая электронная микроскопия подтверждает наличие сферических НЧ размером 25-60 нм и их агрегатов, равномерно распределенных по поверхности электрода и образующих пористое покрытие. Это приводит к увеличению эффективной площади поверхности в 4.4 раза по сравнению со стеклоуглеродным электродом. Электроокисление липоевой кислоты протекает необратимо с участием двух электронов, контролируется диффузией и рН-независимо. Сенсор дает линейный отклик на липоевую кислоту в диапазонах 0.075-7.5 и 7.5-100 мкМ с пределом обнаружения 0.53 мкМ. Полученные аналитические характеристики превосходят описанные ранее в литературе. Сенсор селективен по отношению к липоевой кислоте в присутствии неорганических ионов, аскорбиновой кислоты, сахаридов и других S-содержащих соединений, может использоваться для контроля качества лекарственных форм липоевой кислоты.

Ziyatdinova G., Gimadutdinova L. Cerium(IV) and iron(III) oxides nanoparticles based voltammetric sensor for the sensitive and selective determination of lipoic acid // Sensors. 2021. V. 21. № 22. Article 7639. <https://doi.org/10.3390/s21227639>

Зиятдинова Г.К., д.х.н., Ziyatdinovag@mail.ru, Гимадудинова Л.Т., liliya.gimadutdinova@gmail.com (Казанский (Приволжский) федеральный университет университет, кафедра аналитической химии).

7. Предложен электрод на основе углеродной вуали (УВЭ), изготовленный способом горячего ламинирования, который использован для определения мочевой кислоты (МК) в слюне. Потенциостатическая поляризация УВЭ при 2.0 В (отн. Ag/AgCl) в растворе H_2SO_4 (0.05 М) привела к увеличению количества кислород- и азотсодержащих групп на поверхности электрода, уменьшению сопротивления переносу заряда, увеличению эффективной площади поверхности в 1.5 раза и снижению потенциала окисления МК более чем на 0.4 В по сравнению с неактивированным УВЭ, что подтверждено энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией, электрохимической импедансной спектроскопией, хроноамперометрией и вольтамперометрией с линейной разверткой потенциала. Разработанный сенсор характеризуется низким

пределом обнаружения (0.05 мкМ) и широким линейным диапазоном (0.09–700 мкМ), позволяет получать воспроизводимые ($S_r \leq 3.9\%$) и правильные (извлечение 96–105%) результаты. Помимо высоких аналитических характеристик, важными преимуществами предлагаемого сенсора являются простая, масштабируемая и экономичная технология производства, а также отсутствие дополнительных сложных и трудоемких операций модификации.

M.A. Bukharinova, N.Y. Stozhko, E.A. Novakovskaya [et al.] Developing activated carbon veil electrode for sensing salivary uric acid. // Biosensors. – 2021. – Vol. 11. – No 8. – 287. – DOI [10.3390/bios11080287](https://doi.org/10.3390/bios11080287)

Стожко Н.Ю., д.х.н., профессор, sny@usue.ru; Бухаринова М.А., m.a.buharinova@usue.ru (Уральский государственный экономический университет, кафедра физики и химии, научно-инновационный центр сенсорных технологий).

8. Усовершенствованы подходы к созданию вольтамперометрических мультисенсорных систем для анализа неэлектроактивных веществ и электроактивных веществ на уровне следовых количеств, когда полезный аналитический сигнал фиксируется на уровне (или ниже) фонового сигнала, а массив данных зашумлен случайными факторами. Для объяснения наблюдаемых явлений и расшифровки скрытых (латентных) закономерностей применена *темпоральная сенсорная система*, то есть система, функционирующая непрерывно в течение определенного времени накопления малых сигналов. При малой интенсивности сигнала становится невозможным непосредственное определение веществ, но он достаточен для обнаружения веществ. В случае классических методов обработки массива данных такой сигнал приравнивается к случайным флуктуациям.

В основе предложенного подхода идея о накоплении сигналов в формате вольтамперных временных рядов и их расшифровка, и также количественное описание этой эволюции с использованием теории перколяции, фрактального подхода, обобщенных методов главных компонент и дискретных геометрических инвариантов, позволяющих представить случайный ряд в виде 3-х мерной поверхности. Темпоральность вольтамперометрического поведения сенсорных систем в условиях их непрерывного функционирования и, как следствие, их фрактальные временные характеристики, расширили возможности вольтамперометрии при исследовании неэлектроактивных и электроактивных веществ в следовых количествах.

Nigmatullin R.R., Sidelnikov A.V., Maksyutova E.I., Budnikov H.C., Govorov E.V. Differentiation of different sorts of sugars by the CAPoNeF method / Electroanalysis. 2021. DOI: 10.1002/elan.202100291.

Maksyutova E.I., Sidelnikov A.V., Mustafin A.G., Govorov E.V. Classification of raw sugar by PCA of voltammetric signals from tube electrodes / New Journal of Chemistry. 2021. V. 45. P. 13512-13518. DOI: 10.1039/D0NJ04362A

Сидельников А.В., д.х.н., доцент, chemartsid@gmail.com, Будников Г.К., д.х.н., профессор, Herman.Budnikov@kpfu.ru; Нигматуллин Р.Р., д. ф.-м. наук, профессор, renigmat@gmail.com; Максютова Э.И., ассистент, elzesh@gmail.com (Уфимский государственный нефтяной технический университет, кафедра физической и органической химии; Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии; Казанский национальный исследовательский технический университет им. А. Н. Туполева – КАИ, кафедра радиоэлектроники и информационно-измерительной техники).

Биохимические методы

1. Для определения маркеров нейромедиаторного обмена предложена методика синтеза наноструктурированных серебряных сенсорных поверхностей с помощью разработанного роботизированного комплекса. Синтезированные субстраты отличаются высокой стабильностью по отношению к окислению кислородом воздуха и равномерным усилением аналитического сигнала в пределах поверхности. Коэффициенты усиления, полученные при использовании модельного индикаторного соединения родамин 6Ж, достигают $\sim 1 \cdot 10^6$. Разработаны полимерные структуры (планарные пленки и трехмерные губки) на основе хитозана с пористой активной поверхностью и высокой сорбционной емкостью для ускорения комплексообразования катехоламинов, а также для устранения шероховатости сенсорного элемента в целях равномерного распределения аналитов по наноструктурированной серебряной поверхности. Синтезированные композитные структуры применены в качестве ГКР (гигантское комбинационное рассеяние)-активной поверхности для определения катехоламинов в виде тройного комплекса с медью (II) и 4-аминоантипирином. Подход позволил достичь пределов обнаружения дофамина, адреналина и норадреналина на уровне 2, 7 и 5 нМ соответственно. Наличие характеристических линий в ГКР спектре

катехоламинов позволяет определять их индивидуально на фоне соединений-аналогов.

Для определения полиароматических углеводов (ПАУ) и полиароматических гетероциклических соединений (ПАГС) разработана методика синтеза ГКР-активного гибридного сенсорного элемента на основе композита наночастиц серебра и оксида графена, иммобилизованных в матрицу хитозановой пленки. Полученные субстраты демонстрируют высокий коэффициент усиления $\sim (1.0 \pm 0.3) \cdot 10^6$ при использовании в качестве модельного индикаторного соединения родамина 6Ж и лазера с длиной волны 532 нм, характеризуются высокой воспроизводимостью и равномерным латеральным усилением аналитического сигнала. Показано, что добавка оксида графена (10 масс. %) в сенсорную систему приводит к тушению фоновой флуоресценции родамина 6Ж, повышая соотношение «сигнал-шум» в 3 раза. Показана возможность проведения измерений с использованием полученного сенсорного элемента и портативного рамановского спектрометра.

Разработаны индикаторные системы для определения ПАУ и ПАГС на основе комплексов с переносом заряда, интенсивно поглощающих в видимой области спектра, с возможностью контроля положения полосы поглощения от 550 до 800 нм для обеспечения резонансного ГКР. Рассчитаны константы устойчивости полученных комплексов с переносом заряда на основе ПАУ и ПАГС.

Пределы обнаружения 4-метилдипенилметана, фенантрена, флуорена и антрацена составили 0.3, 0.4, 0.2, и 0.1 мкМ соответственно.

Веселова И.А., д.х.н. irina.veselova@mail.ru; Шеховцова Т.Н., д.х.н., профессор, tnshekh@yandex.ru (Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

2. Разработаны методики хемилюминесцентного гетерогенного определения микроРНК с использованием реакции усиленной хемилюминесценции, катализируемой полипероксидазой хрена. Для снижения предела обнаружения микроРНК применены полимеризация, замещение с использованием большого фрагмента Кленова и каталитическая сборка шпилек. Продемонстрирована значимость оптимизации концентрации шпилек и солевого состава растворителя, влияющих на формирование шпилек и, соответственно, на аналитические параметры определения

микроРНК. Показана возможность определять содержание клеточных микроРНК, получая информацию, значимую для медицинской диагностики.

Работа выполнялась в рамках гранта РФФИ 21-54-53007.

Chen S., Zhao J., Xu C., Sakharov I.Yu, Zhao S. Absolute Quantification of MicroRNAs in a Single Cell with Chemiluminescence Detection Based on Rolling Circle Amplification on a Microchip Platform. Analytical Chemistry, издательство American Chemical Society (United States), том 93, № 26, с. 9218-9225.

Bodulev Oleg L., Zhao Shulin, Sakharov Ivan Yu. Improving sensitivity of miRNA assay coupled with mismatched catalytic hairpin assembly reaction by optimizing of hairpin annealing conditions. Analytical Chemistry, издательство American Chemical Society (United States), том 93, № 17, с. 6824-6830.

Solovjev Anton M., Galkin Ivan I., Pletjushkina Olga Yu, Medvedko Alexey V., Zhao Shulin, Sakharov Ivan Yu. Isothermal chemiluminescent assay based on circular strand-displacement polymerization reaction amplification for cel-miRNA-39-3p determination in cell extracts. International Journal of Biological Macromolecules, издательство Elsevier BV (Netherlands), том 182, с. 987-992.

Сахаров И.Ю., д.х.н., профессор, sakharovivan@gmail.com (Московский государственный университет им. М.В Ломоносова, Химический факультет, кафедра химической энзимологии).

3. ¹Разработана методика поляризационного флуоресцентного иммуноопределения нестероидного противовоспалительного препарата диклофенака (ДКФ), который часто обнаруживается в сточных и поверхностных водах и включен ЕС в список веществ, требующих экологического мониторинга. Определение выполняется в одну стадию путем смешивания аналита с иммунореагентами, не требует разделения связанной и свободной фракции и проводится в течение 20–30 минут. Для определения были синтезированы и сопоставлены индикаторные флуоресцеин-меченные молекулы (трейсера): три гомологичных трейсера на основе ДКФ, два трейсера, содержащих спейсер С6, и один гетерологичный трейсер, полученный из 5-гидрокси-ДКФ. Самый низкий достигнутый предел обнаружения ДКФ составил 2,0 мкг/л с диапазоном определяемых содержаний до 870 мкг/л. Показана возможность выявления аналита в сточных водах без сложной предварительной очистки. Полученные результаты анализа реальных образцов сточных вод были сопоставлены с ВЭЖХ-МС/МС; показано хорошее соответствие результатов определения.

Anna Raysyan, Robin Moerer, Bianca Coesfeld, Sergei A. Eremin, Rudolf J. Schneider. Fluorescence polarization immunoassay for the determination of diclofenac in wastewater. Anal. Bioanal. Chem., 413(4), 999-1007 (2021). <https://doi.org/10.1007/s00216-020-03058-w>

²Разработана методика поляризационного флуоресцентного иммуноанализа для обнаружения дегидроэпиандростерона (ДГЭА) в образцах мочи человека. Синтезированы пять трейсеров – меченных флуоресцеином производных ДГЭА с различной длиной цепи между флуоресцеином и гаптенем. В оптимальных условиях достигнут предел обнаружения ДГЭА 1,1 нг/мл. Диапазон линейного изменения регистрируемой поляризации флуоресценции – от 1,6 до 243,3 нг/мл ДГЭА; IC50 составило 25,1 нг/мл. Методика позволяет обнаруживать гормон в течение 3 минут. Сопоставление с результатами применения коммерческого набора для иммуноферментного анализа показало хорошее извлечение (92,1–108,0%) и высокий коэффициент корреляции ($R^2 = 0,98$) для разработанной методики, подтверждая ее возможности для быстрого и эффективного скринингового обнаружения ДГЭА в образцах мочи человека.

Huiyi Yang, Qiyi He, Sergei A. Eremin, Junkang Pan, Yikui Zou, Xiping Cui, Suqing Zhao. Fluorescence polarization immunoassay for rapid determination of dehydroepiandrosterone in human urine. Anal. Bioanal. Chem., 413(17), 4459 - 4469 (2021). <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03403-7>.

³Разработана методика поляризационного флуоресцентного иммуноанализа на β -(1→3)-D-глюкан. β -(1→3)-D-Глюкан – разветвленный полисахарид, содержащийся во внутреннем слое клеточной стенки самых разных представителей царства грибов. Благодаря этому данный полисахарид рассматривается как общий маркер для диагностики микозов различной этиологии. Предложена аналитическая система для обнаружения β -(1→3)-D-глюканов.

Л. И. Мухаметова, В. Б. Крылов, А. С. Соловьев, Д. В. Яшунский, А. Л. Матвеев, Н. В. Тикунова, С. А. Еремин, Н. Э. Нифантьев. Характеристика аффинности анти- β -(1→3)-D-глюканового моноклонального антитела 3G11 методом поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа. Известия академии наук. Серия химическая". 2021. Т.5. № 5. С.975-981.

⁴Разработана методика поляризационного флуоресцентного иммуноанализа на Бензотиостробин. Пептиды, полученные из библиотек фаговых дисплеев, являются ценными реагентами для иммуноанализов на низкомолекулярные вещества. Однако их применение в иммуноанализе с поляризацией флуоресценции (FPIA) ограничено фаговыми частицами. Здесь

мономер, дендример-подобный димер, тетрамерный пептидомиметик и антииммунокомплексные индикаторы были предложены и синтезированы с использованием лизина в качестве специальных каркасов и спейсеров для разработки конкурентного и неконкурентного метода FPIA для бензотиостробина. Более высокое отношение сигнал / шум и более высокая чувствительность могут быть получены в FPIA на основе тетрамерных индикаторов. Чувствительность конкурентных (50% ингибирующая концентрация) и неконкурентных (50% насыщающая концентрация) FPIA составила $19,71 \pm 4,65$ и $40,43 \pm 2,73$ нг / мл соответственно. Повышенное извлечение составило 78,3% - 105,2% с относительными стандартными отклонениями (RSD) 0,7% - 15,4% для конкурентного FPIA, в то время как 78,7% - 115,3% с RSD 0,7% - 12,5% для неконкурентного FPIA. Количества бензотиостробина в рисе, обнаруженные с помощью разработанного FPIA, соответствовали количествам, обнаруженным с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

He Chen, Tianyang You, Lingfeng Zong, Liliya I. Mukhametova, Dmitry O. Zherdev, Sergei A. Eremin, Yuan Ding, Minghua Wang, Xiude Hua. Competitive and noncompetitive fluorescence polarization immunoassays for the detection of benzothiostrubin using FITC-labeled dendrimer-like peptides. Food Chemistry, 360, 130020, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130020>

Еремин С.А., д.х.н., профессор, saeremin@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра химической энзимологии совместно с ¹Федеральным институтом исследования и испытаний материалов, Берлин, Германия; ²Технологическим университетом Гуандун, Гуанчжоу, Китай; ³Институтом органической химии им. Н.Д. Зелинского РАН, Москва; ⁴Колледжем защиты растений, Нанкинский сельскохозяйственный университет, Нанкин, Китай).

4. Для контроля фикотоксинах домоевой и окадаевой кислот – метаболитов водорослей, являющихся опасными токсичными контаминантами пищевой продукции, – разработаны тест-системы, основанные на принципе иммунохроматографии. В тест-системе для контроля домоевой кислоты с непрямой иммобилизацией антител на поверхности золотых наночастиц достигнуты уровни инструментального и визуального пределов обнаружения (PrO), равные 1,4 и 60 нг/мл, соответственно, при рабочем диапазоне определяемых концентраций – 2,9–35,8 нг/мл. При контроле окадаевой кислоты инструментальный и визуальный PrO равны 0,1 и 2,5 нг/мл, соответственно, а рабочий диапазон

определяемых концентраций - 0,2–1,1 нг/мл. Продолжительность тестирования для обоих фикотоксинав – 15 мин. Тест-системы успешно апробированы для выявления домоевой и окадаевой кислот в морской воде, рыбе и морепродуктах.

Разработаны оптимальные методики конъюгирования антител и несферических наночастиц золота с разветвленной поверхностью – наночетов. Выбор наиболее эффективных наночетов проводили, варьируя размер и концентрацию сферических зародышей и концентрацию золотохлористоводородной кислоты на стадии доращивания. Оптимальными были препараты, полученные при выращивании из 0,2% раствора зародышей диаметром 10 или 20 нм с золотохлористоводородной кислотой в концентрации 0,12 мМ. Конъюгаты антител с наночетами были использованы в аналитических системах, основанных на принципе иммунохроматографии. Несферическая метка обеспечила 3-10-кратное снижение предела обнаружения при визуальной и 30-100-кратное при инструментальной детекции кардиомаркеров по сравнению с традиционно используемым сферическим нанодисперсным золотом.

Предложены и синтезированы новые наномаркеры для экспрессного иммунохроматографического выявления коронавируса, возбудителя COVID-19 – би- (AuAg) и триметаллические (AuAgPt) наночастицы, регистрируемые по собственным оптическим свойствам и как катализаторы окислительных реакций. Показана перспективность таких маркеров (нанозимов), позволивших снизить предел обнаружения поверхностного антигена возбудителя коронавируса до 1 пг/мл по сравнению с 480 пг/мл для обычно используемых золотых наночастиц. Реализованные подходы являются универсальными и могут быть применены для экспрессного выявления различных практически значимых аналитов.

Дзантиев Б.Б., dzantiev@inbi.ras.ru (ФИЦ Биотехнологии РАН, Москва).

5. Изучены условия применения магнитных углеродных нанокмполитов в пьезоэлектрическом гравиметрическом иммуносенсоре для экспрессного определения в продуктах питания и объектах окружающей среды остаточных концентраций антибиотиков (фторхинолоны, пенициллин G) и пестицидов (глифосат). Предложена ячейка с сенсором, расположенным над неодимовым магнитом. Рассмотрена возможность создания распознающего слоя сенсора под действием магнитного поля, что позволяет

сократить продолжительность его формирования с 24 до 1,5 ч и повысить стабильность связи с поверхностью электрода. Оценены различные методы синтеза магнитных наночастиц (МНЧ) Fe_3O_4 и их закрепления на поверхности многостенных углеродных нанотрубок. Показано влияние размера МНЧ на устойчивость и массу рецепторного слоя, которая лимитирует диапазон определяемых содержаний. Методом ИК-спектроскопии изучена структура распознающего слоя пьезоэлектрического иммуносенсора на основе магнитных углеродных нанокомпозитов. Сенсор апробирован для определения ципрофлоксацина и пенициллина G в молоке и мясе.

Разработаны пьезоэлектрические сенсоры на основе полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО) тетрациклина и ионными отпечатками Cd и Pb. Изучены условия синтеза магнитных частиц полимеров с молекулярными отпечатками тетрациклина методом «ядро-оболочка» и формированием распознающего слоя под действием магнитного поля. Методом пьезокварцевого микровзвешивания установлены характеристики распознающего слоя сенсора на основе магнитных частиц Fe_3O_4 @ПМО тетрациклина, позволяющие оценить поверхностную концентрацию молекулярных отпечатков и устойчивость распознающего слоя. Установлен диапазон определяемых концентраций тетрациклина (16-275 мкг/мл) и предел обнаружения – 4,5 мкг/мл.

Изучены условия синтеза методом фотополимеризации тонких пленок на основе хитозана, импринтированных ионами Pb и Cd, на поверхности электрода пьезоэлектрического сенсора. Методом ИК-спектроскопии изучен механизм формирования импринтированных пленок. Оценено влияние соотношения концентраций ионов Pb и Cd, хитозана, акриламида (прививочного агента), глутарового альдегида (кросс-линкера) на устойчивость и аналитические характеристики сенсора. Диапазон определяемых концентраций Cd и Pb (мкг/мл) составляет 10-200 и 50-200, предел обнаружения – 0,5 и 1,2 соответственно. Сенсор апробирован для определения тяжелых металлов в почве.

Изучено применение в качестве меток в поляризационном флуоресцентном иммуноанализе углеродных квантовых точек (УКТ) с зеленой флуоресценцией, получаемых путем ультразвуковой обработки многослойных углеродных нанотрубок в смеси HNO_3 и H_2SO_4 и микроволнового разложения 9,10-динитроантрацена в этаноле. Разработаны методики определения гентамицина, стрептомицина и амикацина методом

ПФИА на ТDx-анализаторе («Abbott Diagnostics», США), приведены метрологические характеристики определения аминогликозидных антибиотиков. Предел обнаружения составляет (нг/мл) 20; 4 и 3; а диапазон определяемых содержаний (мкг/мл) 0,05–3; 0,07–3 и 0,01–3 для гентамицина, стрептомицина и амикацина соответственно. Методики апробированы для определения данных антибиотиков в молочных продуктах.

Разработаны методики определения ципрофлоксацина и пенициллина G в жидких средах с помощью пьезоэлектрического сенсора на основе магнитных углеродных наноконпозитов в конкурентном формате иммуноанализа. Диапазон определяемых содержаний и предел обнаружения пенициллина G составляет 5-380 нг/мл и 1,5 нг/мл, ципрофлоксацина – 5-400 нг/мл и 2 нг/мл соответственно.

Ермолаева Т.Н., д.х.н., профессор, etn@stu.lipetsk.ru. Фарафонова О.В., к.х.н., ov.farafonova@yandex.ru (Липецкий государственный технический университет, кафедра химии).

6. Метод структурно-группового анализа и квантово-химическое моделирование применены для исследования структуры рабочего слоя биосенсора, содержащего катионы Pd^{2+} , глюкозооксидазу (GOx) и мембрану Nafion, осажденные из многокомпонентного раствора электролита на покрытый оксидом графена электрод. Выполнены квантово-химические расчеты ИК-спектров предполагаемого окружения GOx и Nafion в растворе электролита и выявлены структуры, ИК-спектры которых наилучшим образом соответствуют эксперименту. Показано, что катионы Pd^{2+} адсорбируются на аминокислотных остатках GOx. Установлено, что наибольшая энергия адсорбции Pd^{2+} имеет место при их взаимодействии с боковыми цепями основных аминокислот и метионина. Показано, что вблизи сульфогруппы Nafion в растворе электролита находятся молекулы воды, этанола и катион Pd^{2+} . Полученные результаты свидетельствуют о том, что функциональный слой биосенсора состоит в основном из инкапсулированных молекул GOx и воды, включенных в металлополимерную основу.

Результаты получены совместно с Institute for Biochemistry, Zentrum fur Human und Molekularbiologie (ZHMB), University of Saarland, Saarbrucken, Germany.

Бутырская Е.В., д.х.н., профессор, bev5105@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

7. С использованием люминесцентных полупроводниковых квантовых точек (КТ) разработан высокочувствительный биосенсор, основанный на Фёрстеровском резонансном переносе энергии (FRET). Предложена пара FRET из квантовых точек в качестве донора энергии и наночастиц золота в качестве акцептора энергии. Подбор свойств донора и акцептора позволил достичь большого значения Ферстеровского расстояния (12,9 нм) и благодаря этому использовать полноразмерные специфические антитела при сохранении высокой эффективности переноса энергии. Эффект тушения в донорно-акцепторной паре сопоставлен для белков разного размера. Разработан метод гомогенного иммуноанализа на основе FRET для быстрого высокопроизводительного обнаружения микотоксина дезоксиниваленола (ДОН). Предел обнаружения ДОН в пробах пшеницы составил 28 мкг/кг.

Goryacheva O.A., Beloglazova N.V., Goryacheva I.Y., De Saeger S. Homogenous FRET-based fluorescent immunoassay for deoxynivalenol detection by controlling the distance of donor-acceptor couple. Talanta, 2021, [V. 225](#), 121973.

Разработана одностадийная методика получения биотинилированных золотых наночастиц (ЗНЧ@биотин) прямым восстановлением тетрахлораурата с помощью биотина и создания плазмонных меток, образованных посредством взаимодействий биотинилированных золотых наночастиц со стрептавидином. Синтезированные частицы обладают характерным плазмонным максимумом, высокой коллоидной стабильностью и эффективностью связывания стрептавидина. Предлагаемые метки не требуют дополнительных реагентов или манипуляций для синтеза, разделения или очистки. Разработанные метки применены для иммунохимического обнаружения С-реактивного белка (СРБ) как основного биомаркера воспаления. Предел обнаружения СРБ в плазме крови человека составил 1,2 нг/мл, а предел количественного определения 3,9 нг/мл, что сравнимо с методиками классического иммуноанализа. Предлагаемый подход универсален и может применяться для количественного определения других биомаркеров.

Kokorina A.A., Rashchevskaya R.O., Goryacheva I.Yu. Nets of biotin-derived gold nanoparticles as a label for the C-reactive protein immunoassay // Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2021, 413, 27, 6867 – 6875.

Горячева И.Ю., д.х.н., профессор, goryachevaiy@mail.ru, (Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии).

8. Предложена стратегия биоимпринтинга, позволяющая проводить извлечение и определение белковых молекул. Подход успешно апробирован на примере импринтинга овальбумина и пероксидазы хрена, в качестве матрицы для формирования связывающих полостей использовали глюкозооксидазу. Разработан эффективный метод очистки полученных импринтированных полимеров от молекул шаблонов на основе комбинации диализа и гель-фильтрации. Изучено влияние условий синтеза импринтированных биополимеров на их сорбционные свойства и выбраны оптимальные условия синтеза. Для определения связывающих свойств импринтированных биополимеров для овальбумина использовали конъюгаты белка с двумя типами меток – ФИТЦ и пероксидаза хрена. Изучена способность синтезированных анти-овальбумин импринтированных полимеров как распознающих элементов. Полученные полимеры протестированы на примерах определения овальбумина в реальных образцах куриного яичного белка и в искусственно загрязненных образцах кекса.

P.Pidenko, K. Presnyakov, N. Beloglazova, N. Burmistrova. Imprinted Proteins for Determination of Ovalbumin, Anal Bioanal Chem (2022) In press.

Бурмистрова Н.А., д.х.н., профессор, naburmistrova@mail.ru (Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии).

9. Разработаны проточные ферментные сенсоры на основе печатного графитового электрода, модифицированного сополимером метиленового синего и тионина и пиллар[5]ареном как медиатором электронного переноса с тирозиназой, пероксидазой и уриказой, иммобилизованными на стенках сменного проточного реактора из полимолочной кислоты. Для изготовления сменного реактора использовали 3D печать, сигналом сенсоров служил катодный ток восстановления продуктов ферментативных реакций. Биосенсоры показали устойчивый сигнал в потоке буферного раствора с инъектированием субстратов и возможность проведения до 30 измерений в час без замены фермента и электрода-трансдьюсера. Разработанные

ферментные сенсоры испытаны на образцах синтетической плазмы крови и урины.

Изучены условия электрополимеризации фенотиазиновых красителей из водно-органических сред и показана возможность улучшения условий электронного обмена в образующемся полимерном слое при проведении полимеризации в присутствии хлороформа и ацетонитрила. Присутствие органического растворителя улучшило адгезию ДНК и устойчивость смешанного покрытия полимер–ДНК. Определены параметры переноса электрона и влияние органического растворителя на чувствительность электрохимических характеристик покрытий к взаимодействиям с участием ДНК. Показана возможность дискриминации сигнала полифенотиазинов при термическом и окислительном повреждении ДНК. Установлены критерии разделения влияния интеркалирования ДНК антрациклиновыми препаратами и окислительного повреждения ДНК активными формами кислорода.

Изучены условия формирования агрегатов ДНК – полиаминированные дендримероподобные тиакаликсарены в водных растворах и на поверхности стеклоуглеродных электродов, модифицированных углеродными наноматериалами. Показано, что варьирование соотношения концентраций компонентов агрегатов и конфигурации макроцикла позволяет изменять доступность поверхности электрода для электронного обмена с участием различным образом заряженных редокс-индикаторов (феррицианид-ион, метиленовый зеленый, гидрохинон). Установлен относительный вклад электростатических и диффузионных факторов в сигналы редокс-индикаторов и выявлены закономерности структура – свойство, позволяющие прогнозировать условия электронного обмена на границе электрод–раствор. Найденные закономерности могут найти применение в конструировании ДНК-сенсоров, а также для изучения наноконтейнеров для направленной доставки лекарств.

Предложен новый принцип сборки ДНК-сенсоров и чувствительного определения интеркаляторов ДНК с использованием физически адсорбированного акридинового красителя. Сигналом служило изменение тока пика окисления красителя (Акридиновый желтый) в присутствии нативной ДНК и ее интеркалятора (доксорубицин). Установлены оптимальные характеристики сборки чувствительного слоя ДНК сенсора и показана возможность определения пикомолярных концентраций доксорубицина без мешающего влияния стабилизаторов лекарственных

форм, присутствующих в коммерческих препаратах (доксорубин – ТЕВА и доксорубин – ЛАНС).

Разработана статистическая модель, описывающая электрохимические характеристики полимерных покрытий, получаемых при электрополимеризации метиленового синего в присутствии ДНК и пиллар[5]арена. Установлено синергетическое влияние ДНК и макроцикла на эффективность полимеризации. Установлено противоположное влияние ДНК и пиллар[5]арена на токи пика поли(метиленового синего) при высоких и низких концентрациях ДНК в смеси. Статистическая модель описывает нелинейный характер концентрационных зависимостей и позволяет прогнозировать электрохимические характеристики продукта полимеризации в зависимости от состава реакционной смеси и условий проведения реакции. Результаты моделирования могут найти применение при конструировании электрохимических биосенсоров на основе редокс-активных органических материалов.

Евтюгин Г.А., д.х.н., профессор, Gennady.Evtugyn@kpfu.ru (Казанский (Приволжский) федеральный университет, кафедра аналитической химии).

10. Исследованы электрохимические свойства модифицированных графитовых биоэлектродов. Впервые для модификации электродов использован композит, включающий проводящий гель поли (3,4-этилендиокситиофен): поли (стиролсульфонат) (ПЭДОТ:ПСС) и терморасширенный графит (ТРГ) в сочетании с бактериальными клетками *Glucobacter oxydans* и их мембранными фракциями. Показано, что применение данного композита приводит к увеличению проводящих свойств электродов, кооперативности связывания лиганда ферментами бактериальных клеток и обеспечивает возможность применения биоэлектродов для высокочувствительных измерений.

Исследовано безмедиаторное биоэлектрокаталитическое окисление глюкозы мембранными фракциями *G. oxydans*, иммобилизованными в проводящем геле ПЭДОТ:ПСС на поверхности графитовых электродов, модифицированных ТРГ. На основе полученных результатов разработан безреагентный глюкозный биосенсор, чувствительность которого составила 11.7 мкА/(мМ см²).

Исследовано формирование чувствительного слоя на поверхности графитового электрода при одновременном и послойном нанесении

компонентов композита (проводящий полимер ПЭДОТ:ПСС, наноматериал ТРГ, бактериальные клетки). Разработан новый композит с послойным нанесением компонентов и использованием геля Нафiona для иммобилизации клеток *G. oxydans*. Композит сохраняет ферментативную активность уксуснокислых бактерий и обеспечивает отсутствие достоверных изменений сигнала биосенсора в течение 120 суток.

Полученные результаты будут использованы при создании микробных топливных элементов для долговременной генерации электроэнергии.

Решетилов А.Н., д.х.н., профессор, anatol@ibpm.pushchino.ru (Институт биохимии и физиологии микроорганизмов) им. Г.К. Скрыбина РАН, лаборатория биосенсоров, Пущино).

Элементный анализ органических соединений

1. Разработано несколько новых методик элементного анализа для определения 2-4 элементов из одной навески с использованием методов экспресс-гравиметрии и спектрофотометрии.

Буяновская А.Г., к.х.н., зав. лабораторией, analyst@ineos.ac.ru (Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, лаборатория микроанализа, Москва).

2. Использование суспензий бентонитовых глин при обработке виноматериалов в процессе их осветления и стабилизации оказывает влияние на минеральный состав вин. Виноматериалы могут обогащаться катионами металлов, оказывающими разнонаправленное влияние на качество и розливостойкость вина. Исследованы изменения элементного состава виноматериалов в результате их обработки 32 образцами бентонитовых глин различных торговых марок. Объектами исследования были образцы виноматериалов из винограда сортов Каберне-Совиньон, Мерло и Молдова, собранного на территории Краснодарского края в 2019 г. Методами ИСП-АЭС и ИСП-МС определен элементный состав виноматериалов до обработки суспензиями бентонитовых глин и после нее. Установлено, что обработка бентонитовыми глинами привела к изменению концентраций практически всех определяемых элементов в исследованных образцах: во всех снизились концентрации В, Сu, Zn и увеличились концентрации Ag, Al, Cd, Ni, Na, Sb, Sn, Pb, Ti, Fe, Мышьяк и ртуть не были обнаружены ни в исходных, ни в

обработанных образцах. Концентрации Cd и Pb, которые регламентируются в Российской Федерации, во всех обработанных образцах виноматериалов были существенно ниже установленного максимального уровня. Концентрации других элементов - Ag, B, Cu, Na, Zn, Ni, нормируемых в документах ЕС и МОВВ, в обработанных образцах виноматериалов оказались также значительно ниже нормативов. Таким образом, все исследованные бентонитовые глины могут быть рекомендованы к использованию при производстве вин.

Абакумов А.Г., Темердашев З.А., Агеева Н.М. Влияние бентонитовых глин на минеральный состав красных столовых виноматериалов // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. 2021. № 4 (382). С. 22-27.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор ((Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

Методы разделения и концентрирования. **Общие вопросы пробоподготовки**

Сорбционные методы

1. Предложен способ пробоподготовки при определении водорастворимых синтетических красителей триарилметанового ряда с помощью твердофазной экстракции на γ -оксиде алюминия. Установлено, что при pH 4 можно селективно извлекать красители из водных растворов при степени извлечения > 94%.

Хальзова С.А., к.х.н. (лаборатория МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

2. Установлена возможность разделения энантиомеров гистидина на одностенных углеродных нанотрубках (ОУНТ) mkNANO-MKN-SWCNT-S1. Данный вывод сделан на основе доказанного существенно большего сродства углеродных нанотрубок к D- изомеру. Доказательство основано на получении и анализе изотерм адсорбции, квантово-химическом моделировании и применении модели кластерной адсорбции к интерпретации структуры сорбата на поверхности ОУНТ. Методами

квантовой химии показано, что мономеры D-гистидина имеют более высокую энергию адсорбции на правовращающих трубках, что является следствием большего числа близких контактов функциональных групп аминокислоты с поверхностью трубки. На основе модели кластерной адсорбции показано, что L- и D-гистидин сорбируются на поверхности нанотрубки главным образом в форме мономеров и кластеров размерности 13 (L-) и 9 (D-гистидин). Предложена интерпретация энергетической предпочтительности адсорбции в форме кластеров.

Бутырская Е.В., д.х.н., профессор, bev5105@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

3. Установлена возможность применения сверхсшитых сорбентов типа MN для селективного безреагентного разделения близких по строению аминокислот, имеющих в своем составе гидрофобные радикалы, а также водорастворимых полимеров-гидрогелей для разделения алифатических аминокислот.

Хохлов В.Ю., д.х.н., профессор, vladkh70@mail.ru; Хохлова О.Н., к.х.н., доцент, okxox@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

4. Изучена кинетика сорбции гваякола и ванилина на сверхсшитом полистироле (DUPONT) и активированном угле (NORIT). Установлено, что скорость поглощения исследуемых соединений на полимерном сорбенте значительно выше, чем на активированном угле. Сорбцию сверхсшитым полистиролом лимитирует стадия внешней диффузии. При этом данный сорбент проявляет большее сродство по отношению к гваяколу. Установлено, что поглощение ванилина активированным углем и полимерным сорбентом снижается при повышении температуры, что использовано для извлечения сорбатов в раствор.

Елисеева Т.В., к.х.н., зав. кафедрой, tatyanaeliseeva@yandex.ru; Селеменев В.Ф., д.х.н., профессор – консультант, common@chem.vsu.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

5. Предложены эффективные сорбенты на основе наночастиц магнетита и ионных жидкостей для твердофазной экстракции бутилового

эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-DB) и его метаболитов – 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-D), 2,4-дихлорфенола (2,4-DCP) и 4-хлорфенола (4-CP). Для модифицирования наночастиц Fe₃O₄ применены 1-карбоксиметил-3-метилимидазола хлорид, 1,3-диметилимидазолия-2-карбоксилат и 1,3-диметилимидазолия-2-карбоксилат. Наибольшая эффективность извлечения веществ обеспечивается сорбентом, модифицированным 1,3-диметилимидазолия-2-карбоксилатом. При однократной сорбции (масса сорбента – 0.02 г, рН 4-5, t = 20 мин) извлекалось 98-99 % 2,4-D и 2,4-DB, 92% 2,4-DCP и 94% 4-CP. Коэффициент обогащения после десорбции достиг 160-1710. Предельная равновесная сорбция составляла 300-52 мг•г⁻¹.

Сочетание ТФМЭ с ГХ-МС применено для мониторинга загрязнения почв, грунтовых и речных вод, а также донных отложений 2,4-DB и его метаболитами. Изучено распределение пестицида и его метаболитов по профилю типичного и остаточного карбонатного черноземов до глубины 110 см. Предел обнаружения 2,4-D и 2,4-DB при определении в дистиллированной воде составляет 0,1 нг•л⁻¹, в речной и грунтовой водах 0.5-0.6 нг•л⁻¹, в почве - 10 нг•кг⁻¹, в донных отложениях – 25-30 нг•кг⁻¹. Пределы определения 4-CP и 2,4-DCP составляют в дистиллированной воде 5 нг•л⁻¹, в речной и грунтовых водах 8- 10 нг•л⁻¹. При определении в таких сложных матрицах как почвы пределы определения 4-CP и 2,4-DCP составляют 10-15 нг•кг⁻¹.

Суханов П.Т., д.х.н., профессор, pavel.suhanov@mail.ru; Губин А.С., к.х.н., goubinne@mail.ru; Кушнир А.А., к.х.н. kushnir_aleksei@mail.ru; (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии, кафедра технологии органических соединений, переработки полимеров и техносферной безопасности).

6. Изучена возможность химического модифицирования поверхности высокодисперсного бемита (γ -AlO(OH)) полифосфоновыми комплексами (ОЭДФ, ГЭИДФ, ИДУМФ, НТФ, ЭДФ). Выявлены факторы, влияющие на содержание и свойства поверхностно-закрепленных комплексов. Описаны протолитические и сорбционно-координационные равновесия с участием модифицированного γ -AlO(OH). Предложена модель строения поверхностного слоя и механизм связывания ионов металлов бемитом, содержащим привитые группы фосфоновых комплексов. детально

Исследованы сорбционные свойства полученных модифицированных носителей по отношению к двухзарядным ионам металлов (Pb(II), Cu(II), Cd(II), Zn(II), Co(II), Ni(II), Ca(II), Mg(II)). Проведено сопоставление процессов комплексообразования с участием иона металла и фосфонового комплексона в гомогенных и гетерогенных системах. Установлена взаимосвязь устойчивости и строения фосфонатов металлов в растворе и на поверхности. Показано, что полученные комплексообразующие носители пригодны для сорбционного извлечения и концентрирования ионов тяжелых металлов из водных растворов, в том числе в присутствии катионов жесткости. Модифицированный фосфовыми комплексонами бемит может найти применение в ионообменной и комплексообразовательной хроматографии, а также в сорбционной очистке загрязненных тяжелыми металлами природных и сточных вод.

Кропачева Т.Н., к.х.н., доцент, krop@uni.udm.ru; (Удмуртский государственный университет, кафедра фундаментальной и прикладной химии, Ижевск).

7. Изучены особенности сорбции паров индивидуальных легколетучих органических соединений различных классов на карбоксилированных углеродных нанотрубках (МУНТ-соон). Карбоксилированные нанотрубки по-разному сорбируют алифатические спирты нормального и изомерного строения, особое поведение характерно для бутиловых и пентиловых спиртов. Пьезосенсоры масс-чувствительного типа с МУНТсоон разной массы рекомендованы в качестве измерительных элементов для газоанализаторов и систем интегральной оценки сложных смесей соединений при малых концентрациях с методологией «электронный нос». Применение в одном массиве сенсоров с фазами МУНТсоон повышает избирательность детектирования компонентов в смеси на уровне микроконцентраций без разделения.

CuXII, DOI: 10.17308/sorpchrom.2021.21/3467

Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Умарханов Р.У., к.х.н. (Воронежский государственный университет инженерных технологий, ООО «Сенсорика – Новые Технологии»); Корнехо Туэрос Х.В., (Universidad Continental, Huancayo, Peru).

8. Рассмотрены особенности сорбции паров индивидуальных легколетучих органических соединений различных классов на фазах

биогидроксиапатита, нанесенных на электроды пьезокварцевых резонаторов объемных акустических волн. Установлены особенности сорбции паров органических соединений в широком диапазоне концентраций. Представлен подход по анализу носовой слизи телят и человека при развитии заболеваний верхних дыхательных путей. Правильность подхода продемонстрирована на примере анализа биопроб носовой слизи 50-ти телят и 17-ти человек добровольцев. Правильность интерпретации данных основана на результатах анализа биопроб (лабораторные исследования), клинического анализа и осмотра животных специалистами. Результаты применения идентификационного параметра сенсоров с ГА для классификации биопроб носовой слизи людей подтверждает стабильность параметра и минимальную погрешность ложно положительных ошибок классификации.

CuXII DOI: 10.17308/sorpchrom.2021.21/3348;

DOI: 10.17308/sorpchrom.2021.21/3355

Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Умарханов Р.У., к.х.н., (Воронежский государственный университет инженерных технологий, ООО «Сенсорика – Новые Технологии»); Менжулина Д.А., , (Воронежская детская клиническая больница ВГМУ им. Н.Н. Бурденко).

9. Подобраны сорбенты и предложены методики обнаружения, разделения и определение катионов никеля в водных растворах, содержащих минеральные примеси. Изучена индивидуальная и совместная сорбция катионов на полярных синтетических и природных материалах в статических и динамических условиях. Установлены наиболее перспективные сорбенты для концентрирования никеля из водных сред сложного состава. Разработаны экспресс-методики идентификации катионов никеля в минеральных растворах, основанные на кондуктометрическом определении общей минерализации и идентификации катионов никеля методом бумажной хроматографии на уровне 0,5 ПДК. Предложена методика концентрирования никеля из минеральных вод на сорбционных патронах.

Бондарева Л.П., к.х.н., доцент, larbon@mail.ru; Гринь К.В., kristina.zueva.2000@list.ru; Потапова Т.Ю., tatyana.potapova.2000@mail.ru (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

10. Разработан дуговой атомно-эмиссионный метод (АЭС-ДВ) определения примесей в оксиде неодима, исходного вещества для

производства магнитных материалов, с предварительным их сорбционным концентрированием. Показана эффективность применения S-, N-содержащих сорбентов для выделения некоторых редкоземельных элементов (РЗЭ), Mo и Cu. Найдены условия сорбционного извлечения Yb, Lu, Sc, La, Gd, Cu, Mo из раствора Nd₂O₃. Достигнута степень извлечения 92-99%. АЭС-ДВ применён для прямого анализа сорбата в твёрдой фазе. Изучены условия применения данного метода: выбраны электроды, сила тока, соотношение буферной смеси и анализируемого сорбента. Оценены метрологические характеристики метода.

Архипенко А. А., alexandra622@mail.ru; Петрова К. В., к.т.н., gkv007@mail.ru; Короткова Н. А., natalya.korotkova.95@mail.ru; Барановская В. Б., д.х.н., доцент baranovskaya@list.ru (Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН – Центр коллективного пользования физическими методами исследований веществ и материалов, Москва).

11. Изучена сорбция синтетических красителей метиленового синего, эритрозина (E127), родамина С (РС) и родамина 6Ж на МНЧ Fe₃O₄-ПАК. Оценивали влияние на степень извлечения красителей рН среды, времени перемешивания красителя с сорбентом, массы сорбента, концентрации красителя. Показано, что максимальное извлечение красителей происходит в следующих условиях: для РС рН 9, 20 мин., масса сорбента 56 мг, а для E127 рН 3, 60 мин., масса сорбента 6.7 мг, соответственно. Показано, что МНЧ Fe₃O₄-ПАК являются универсальным сорбентом, который подходит для сорбции как катионных, так и анионных красителей из их водных растворов. Высказаны предположения о механизме сорбции.

Штыков С.Н., д.х.н., профессор, shtykovsn@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

12. Исследована сорбционная способность глауконита Саратовской области (Белоозерское месторождение) по отношению к 4-нитрофенолу (4-НФ). Оценено влияние глауконита на рН и состояние 4-нитрофенола в растворе. Показано, что глауконит увеличивает рН водных сред до 8 и смещает равновесие в сторону образования аци-формы 4-НФ. Установлены условия сорбции 4-НФ глауконитом: время сорбции 20 мин, масса сорбента (0,50 – 1,0) г. Получена изотерма сорбции 4-НФ глауконитом с учетом кинетики установления равновесия. Дана её интерпретация с применением

уравнений Ленгмюра и Фрейндлиха. Рассчитаны основные количественные характеристики сорбции 4-НФ глауконитом: степень извлечения ($R = 64 \%$), коэффициент распределения ($D = 88$), константы Ленгмюра и Фрейндлиха. Проведенные эксперименты позволили сделать вывод о потенциальной возможности применения глауконита Белоозерского месторождения Саратовской области для извлечения 4-НФ из различных вод.

Доронин С.Ю., д.х.н., профессор, doroninsu@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

13. Сверхсшитый полистирол предложен для многокомпонентной твердофазной экстракции остатков 63 ветеринарных препаратов различных классов (сульфаниламиды, тетрациклины, хинолоны, амфениколы, нитроимидазолы, β -лактамы, макролиды, линкозамиды и плевромутилины) при их определении в курином мясе методом ВЭЖХ-МС/МС. Пробоподготовка включает экстракцию аналитов буфером Макилвейна, удаление жиров экстракцией гексаном и дальнейшую очистку экстрактов на картриджах, заполненных сверхсшитым полистиролом. Способ обеспечивает количественное выделение аналитов (степени выделения составляют от 83 до 117%) и хорошую воспроизводимость ($s_r \leq 0.12$). Ветеринарные препараты идентифицировали по точным массам ионов аналитов, образующихся при электрораспылительной ионизации с переключением положительной и отрицательной полярности. Матричный эффект для всех ветеринарных препаратов ниже 20%. Определение проводили методом матричной градуировки, пределы обнаружения и определения составили 0.01–0.3 и 0.02–1 нг/г соответственно. Анализ загрязненных образцов куриного мяса показал, что результаты удовлетворительно совпадают с данными, полученными методами, принятыми в Российской Федерации для определения различных групп антибиотиков.

Для концентрирования амфениколов в качестве новых сорбентов предложен сверхсшитый и магнитный сверхсшитый полистиролы. На этих сорбентах проведено изучение сорбции хлорамфеникола, флорфеникола и тиамфеникола в зависимости от времени контакта фаз, рН раствора и концентрации сорбатов. Выбраны условия сорбции и десорбции, обеспечивающие количественное выделение амфениколов из водных растворов. Показано, что магнитный сверхсшитый полистирол можно использовать для группового концентрирования амфениколов методом

магнитной твердофазной экстракции. Степени выделения амфениколов из 25 мл растворов с использованием 20 мг магнитного сорбента и 2 мл элюента на стадии десорбции составили 89 – 96 %.

Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru; Толмачева В.В., к.х.н., nikatolm@mail.ru; Апяри В.В., д.х.н., apyari@mail.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

14. Разработан способ ВЭЖХ-МС определения фенолов в водных растворах с концентрированием аналитов на магнитном гидрофобизированном кремнеземе (ХМК-С₁₆/Fe₃O₄) Оптимизированы условия хромато-масс-спектрометрического определения хлор- и нитро-фенолов, а также сорбционного концентрирования фенолов в статическом режиме. Установлено, что модифицирование гидрофобизированного кремнезема магнитными наночастицами увеличивает эффективность извлечения фенолов. Область линейности градуировочной зависимости при определении фенолов находится в диапазоне 5–50 мкг/л. Пределы обнаружения аналитов ниже, чем ПДК фенолов в природных водах. Правильность определения фенолов подтверждена при анализе природной воды.

Тихомирова Т.И., д.х.н., доцент, tikhomirova-tatyana@yandex.ru, Цизин Г.И., д.х.н., профессор (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

15. В статическом режиме изучена зависимость степени извлечения красителя при твердофазной экстракции от рН раствора на оксиде алюминия. В результате твердофазной экстракции синтетических красителей триарилметанового ряда было установлено, что при рН=0.98 степень извлечения Е142 достигает 99.6 %, а для красителей Е131 и Е133 она максимальна при рН=4. Степень извлечения триарилметановых красителей при рН 2-4 зависит от наличия ионизированных сульфогрупп, числа бензольных колец.

Хальзова С.А., к.х.н. (лаборатория МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

16. Предложен способ определения химических форм ртути (Hg^{2+} , PhHg^+ и CH_3Hg^+) в растворах различной природы, включающий твердофазную экстракцию (ТФЭ) аналитов на металлоорганическом координационном полимере (МОКП) состава $[\text{Zr}_6\text{O}_4(\text{OH})_4(\text{bdc})_6]$. Возможность определения химических форм ртути реализована за счет уникальных свойств МОКП: высокой удельной поверхности и пористости, кроме того, свойства МОКП могут быть изменены путем модификации введением определенных функциональных групп. Реализовано два способа ТФЭ. Первый способ заключается в концентрировании ртутьорганических соединений на сорбенте за счет гидрофобного взаимодействия МОКП с бензол-дикарбоксильными линкерами. Второй способ связан с модификацией МОКП L-цистеином, что обеспечивает концентрирование форм ртути благодаря комплексообразованию форм ртути на L-цистине.

Volynkin S.S., Demakov P.A., Shuvaeva O.V., Kovalenko K.A. «Metal-organic framework application for mercury speciation using solid phase extraction followed by direct thermal release-electrothermal-atomic absorption detection» // Anal. Chim. Acta. 2021. V. 1177. Номер статьи 338795, 9 стр. (Q1, IF=6,558).

Сапрыкин А.И., д.т.н., профессор, saprykin@niic.nsc.ru; Медведев Н.С., medvedev@niic.nsc.ru (Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Аналитическая лаборатория, Новосибирск).

17. Показана возможность модификации поверхности силикагеля солью имидазолия с помощью клик-реакции. Полученный ионообменный материал использовали в качестве неподвижной фазы в ионообменной хроматографии для разделения Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , I^- и SO_4^{2-} . Исследование показало, что использование предлагаемого материала позволяет определять Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , I^- и SO_4^{2-} с погрешностью 3,5–6% как в модельных системах, так и в реальных образцах воды. При этом разработанный материал показал хорошую стабильность и повторяемость результатов определения и разделения анионов в процессе эксплуатации.

D. A. Chuprynina, I. A. Lupanova, V. V. Konshin, D. N. Konshina. Silica gel functionalized with imidazolium group via click chemistry – new stationary phase for ion chromatography. Chimica Techno Acta, 2021, 8 (4), No20218409

<https://doi.org/10.15826/chimtech.2021.8.4.09>.

Коншина Дж.Н., к.х.н., доцент, jfox@list.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

18. Изучены сорбционные материалы для твердофазного извлечения вязкостных присадок на основе полиалкилметакрилата из смазочного материала и хроматографическому определению выделенных присадок. В качестве сорбционных материалов использовали концентрирующие патроны с немодифицированным силикагелем «Диапак Силикагель» и гидроксилированный силикагель (зернение 5–50 мкм). Для каждого сорбента построены динамические кривые сорбции, рассчитаны сорбционные характеристики по отношению к исследуемым вязкостным присадкам. Сочетание сорбции из гексанового раствора вязкостных присадок на основе полиалкилметакрилата из базовой основы смазочных материалов и десорбции аналитов ацетоном показали большую эффективность гидроксилированного силикагеля по отношению к исследуемым аналитам.

Иванова Ю.А., Темердашев З.А., Киселева Н.В., Махоткина Д.А. Сорбционные материалы для твердофазной экстракции вязкостных присадок на основе полиалкилметакрилата из смазочных материалов // Сорбционные и хроматографические процессы. 2021. Т. 21. № 3. С. 297-306.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор ((Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

Экстракционные методы

1. Экстракционные системы, использующие комбинированные растворители (двухфазные водные системы (ДФВС), легкоплавкие смеси – «эвтектические жидкости»), на основе органических ионных соединений исследованы для извлечения РЗЭ из водных растворов и отделения от других металлов. Установлены оптимальные условия получения ДФВС на основе бромидов замещенного аммония, не требующие введения высаливателя, для эффективной безреагентной экстракции. Реализовано количественное отделение некоторых редкоземельных элементов (например, неодима) и других металлов экстракцией в новые ДФВС с последующей реэкстракцией минеральными кислотами. Для новых экстракционных систем построены диаграммы растворимости, оценены границы области расслаивания и оптимизированы условия извлечения.

Проведено сравнение экстрагирующей способности ряда ДФВС на основе галогенидов (хлориды, бромиды) тетраалкиламмония, не требующих введения высаливателя и образующихся в присутствии высаливателя, по отношению к некоторым нестероидным противовоспалительным препаратам (диклофенак, ибупрофен), предложены эффективные ДФВС для сочетания

концентрирования этих веществ с последующим селективным методом их определения.

Плетнев И.В., д.х.н., профессор, Смирнова С.В., к.х.н., доцент, sv_v_smirnova@mail.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

2. Предложен способ экстракционного извлечения водорастворимыми полимерами аминокислот гистидина, метионина, пролина из водных сред с целью их определения методом капиллярного электрофореза. Установлены закономерности межфазного распределения аналитов в водно-солевых экстракционных системах на основе поли-N-винилформамида (ПВФ) и его сополимера с N-ви-нилимидазолом (ВИ). Гомо- и сополимеры N-винилформамида применены для эффективного извлечения и экстракционного разделения смеси гистидин–метионин. При концентрации аминокислот в смеси $2.5 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ и соотношении объемов равновесных фаз 10:2 достигается максимальное извлечение ($\approx 99\%$) при использовании в качестве экстрагента сополимера ВФ-ВИ. Лучший результат для систем на основе ПВФ зафиксирован при концентрации аминокислот $2.2 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³: степень извлечения составляет 94–95%. Разработан способ электрофоретического раздельного определения аминокислот с предварительным экстракционным извлечением целевых компонентов водорастворимыми полимерами, который может быть рекомендован для серийных анализов при определении безопасности пищевых продуктов, энергетических напитков, фармацевтических средств.

Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76. № 1. С. 51–58).

Изучено межфазное распределение никотиновой кислоты при ее экстракции из водных растворов поли-N-винилформамидом в качестве экстрагента. Степень извлечения никотиновой кислоты достигает 98 % при соотношении водной и органической фаз 10:4. На основании результатов ИК-спектроскопии предложен механизм взаимодействия никотиновой кислоты с водой и поли-N-винил-формамидом, который позволяет объяснить результаты межфазного распределения витамина в экстракционных системах. Установлено, что применение в качестве экстрагента поли-N-винил-формамида обеспечивает более высокие экстракционные характеристики никотиновой кислоты по сравнению с другими полимерами и органическими растворителями. Определение никотиновой кислоты в

водном растворе проведено методами УФ-спектрофотометрии (262 нм) и капиллярного электрофореза.

Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. 2021. № 1. С. 20-24.

Мокшина Н.Я., д.х.н., доцент, moksnad@mail.ru; (Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина», кафедра физики и химии; Воронеж); Пахомова О.А., к.х.н., доцент (Елецкий госуниверситет им. И.А. Бунина, кафедра химико-биологических дисциплин и фармакологии).

3. Получено новое алкинилсодержащее производное 8-гидроксихинолина–5-((4-(проп-2-ин-1-окси)фенилазо)хинолин-8-ол. Полученное соединение охарактеризовано совокупностью данных ИК-спектроскопии, масс-спектрометрии высокого разрешения и ^1H , ^{13}C ЯМР, позволившими однозначно подтвердить его структуру. Установлено, существование 5-((4-(проп-2-ин-1-окси)фенилазо)хинолин-8-ол в растворе в хлороформе и ацетонитриле преимущественно в азо-форме, а в биполярных апротонных растворителях в виде смеси азо- и гидразо-форм. Показана возможность его использования для экстракции Cu(II) и Zn(II). Условная константа экстракции, описывающая распределение в двухфазной системе вода-хлороформ, содержащей также 5-((4-(проп-2-ин-1-окси)фенилазо)хинолин-8-ол, Cu(II), Zn(II) в диапазоне концентраций $0.25 \cdot 10^{-6} - 1.25 \cdot 10^{-5}$ М, уменьшается при переходе от Cu(II) к Zn(II).

Konshina, D. N., Lupanova, I. A., Efimenko, S. E., & Konshin, V. V. A new derivative of 8-hydroxyquinoline. features of distribution and complexation with Cu(II) and Zn(II) in two-phase systems. Solvent Extraction and Ion Exchange, 2021, doi:10.1080/07366299.2021.1910271

Коншина Дж.Н., к.х.н., доцент, jfox@list.ru (Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

Другие методы разделения и концентрирования

1. Предложен метод каскадной фильтрации через трековые мембраны с размером пор от 0,2 до 5 мкм для фракционирования экстрагируемого водой органического вещества. Метод предназначен для фракционирования как растворенных так и дисперсных веществ. Основное внимание уделено узким фракциям, полученным путем вымывания из соответствующих мембранных

фильтров. На основании анализа фракций установлено, что они значительно различаются как по органическим, так и по минеральным составляющим.

Волков Д.С., к.х.н., dmsvolkov@gmail.com; Овсеенко С.Т., к.х.н. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

2. Выполнен цикл исследований по созданию не имеющего аналогов экстракционно-сорбционного способа концентрирования микроэлементов из тяжелого нефтяного сырья с использованием суб-/сверхкритической флюидной экстракции (СФЭ) и сорбционных наноразмерных магнитных частиц с модифицированной поверхностью, добавляемых в нефтяное сырье. Предложенный способ позволяет выделять микроэлементы из нефтяного сырья в асфальт (один из продуктов СФЭ) и получать деасфальтизат (второй продукт СФЭ), свободный от металлов. Впервые проведен синтез высокодисперсных наноразмерных сорбционных материалов, обладающих высокой сорбционной способностью по отношению к асфальтенам нефтяного происхождения.

Magomedov, R.N., Pripakhailo, A.V., Maryutina, T.A. Effect of Iron Oxide Nanoparticle Addition on the Efficiency of Solvent Deasphalting of Oil Residue with Subcritical Pentane // Russian Journal of Physical Chemistry B, 2020, 14 (7), pp. 1098-1102. DOI: 10.1134/S1990793120070131.

Марютина Т.А., д.х.н., t_maryutina@mail.ru; Магомедов Р.Н., tetrationat@rambler.ru (Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория концентрирования, Москва).

3. В 2021 году завершен цикл исследований по использованию ультразвуковых суспензионных колонок (УСК) для выделения платины и палладия. УСК были впервые применены для выделения и концентрирования металлов платиновой группы с использованием микрочастиц кремнезема, модифицированных фосфониевой ионной жидкостью Cyphos® IL-101. Показано, что в условиях УСК удается достичь количественного извлечения платины(IV) и палладия(II) из модельных растворов, содержащих ионы меди(II), никеля(II), железа(III), а также практически полного элюирования целевых металлов различными элюентами. Предложен способ твердофазной экстракции платины(IV) и палладия(II) в УСК и их последующего определения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).

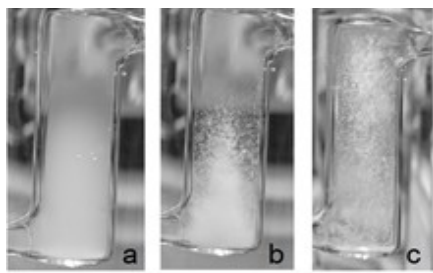


Рис. Процесс удерживания зерен сорбента в проточной ячейке УСК во времени: *a* – 0 мин; *b* – 2 мин; *c* – 5 мин.

Шкинев В.М., д.х.н., доцент, vshkinev@mail.ru; Дженлода Р.Х., dzhenloda@gmail.ru (Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория концентрирования, Москва).

4. Установлены особенности массопереноса компонентов через ионообменные мембраны при электродиализе с монополярными ионообменными мембранами трехкомпонентного раствора ароматическая аминокислота – углевод – минеральная соль с инертными спейсерами. Проведена оценка количественных характеристики разделения компонентов раствора ароматическая аминокислота – минеральная соль - углевод. Рассмотрено разделение компонентов раствора ароматическая аминокислота – углевод при электродиализе с биполярными и анионообменными мембранами за счет сопряженного транспорта аминокислоты через анионообменную мембрану с гидроксильными ионами, генерируемыми на внутренней межфазной границе биполярной мембраны. Рассмотрено влияние концентрации углевода в модельном растворе на массоперенос ароматической аминокислоты и ионов неорганической соли. Выявлено взаимное влияние компонентов систем при транспорте через гетерогенные мембраны марок МА-41 и МК-40.

Елисеева Т.В., к.х.н., зав. кафедрой. tatyanaeliseeva@yandex.ru; Харина А.Ю., к.х.н., aukharina@gmail.com; Шапошник В.А., д.х.н., профессор (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

Другие методы определения

1. Проведена оценка хлоридной коррозии при обследовании железобетонной конструкции причала в заливе Нячанг (Вьетнам).

Исследовали пробы бетона на различных глубинах от поверхности причала в надводной зоне и зоне переменного уровня воды. Показано, что содержание ионов Cl^- во всех исследуемых образцах превышает критическую величину. В зоне переменного уровня хлориды проникают в бетон быстрее, чем в надводной зоне из-за попеременного увлажнения и высушивания, которые способствуют продвижению фронта проникновения хлоридов. Анализ водных вытяжек из образцов показал, что при приближении к арматуре значение рН образцов увеличивается. В работе для оценки влияния хлоридов на коррозию стали в бетоне также применяли соотношение концентраций ионов Cl^- и OH^- бетонных образцов. Показано, что только при глубине заложения арматуры надводной зоны это отношение остается меньше максимально допустимого содержания.

Као Ньят Линь, к.х.н. (Приморское отделение совместного Российско-Вьетнамского тропического научно-исследовательского и технологического центра, г. Нячанг, Вьетнам); Зяблов А.Н., д.х.н. доцент, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

2. ¹Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) изучены теплофизические свойства жидких при комнатной температуре растительных масел амаранта, кукурузы, льна, подсолнечника, рапса, расторопши, рыжика и тыквы. Установлены характеристические тепловые эффекты этих масел – температуры максимумов эндотермических пиков и их площади на термограммах ДСК. В качестве идентификационных показателей обсуждены эндотермические пики разной интенсивности на кривых плавления жидких растительных масел в диапазонах от -40 до -15°C , от -25 до -8°C , от -19 до $+6^\circ\text{C}$ и от -10 до $+4^\circ\text{C}$. Координаты максимумов этих пиков по оси абсцисс (T_i) и их площади (S_i) значимо коррелируют с содержанием основных жирных кислот и триацилглицеринов (W_i , %), определенных методом обращенно-фазовой ВЭЖХ. Показана возможность эффективно контролировать методом ДСК подлинность растительных масел. Создана база данных (БД), которая содержит следующую совокупность самостоятельных материалов: температур максимумов и площадей характеристических пиков кривых плавления ДСК растительных масел. БД полезна для идентификации и определения покомпонентного состава триглицеридов растительных масел.

²Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) изучены теплофизические свойства масла дикорастущей расторопши пятнистой (*Silybum marianum*) из разных районов Дагестана. Установлены характеристические тепловые эффекты для серии образцов масла – температуры максимумов эндотермических пиков на термограммах ДСК в пяти диапазонах: T1 от –37.6 до –31.1°C, T2 от –27.6 до –23.8°C, T3 от –19.9 до –14.4°C, T4 от –13.5 до –4.2°C и T5 от –4.7 до –1.2°C и площади этих пиков. Максимум при T1 отнесен к фракции триненасыщенных триацилглицеринов (UUU), имеющих самые низкие Tпл. Наиболее выраженные максимумы при T2 и T3 формируются смесью фракций триненасыщенных (UUU, U – unsaturated) и диненасыщенных, мононасыщенных триацилглицеринов (UUS, S – saturated). Максимумы при T4 и T5 образуются при плавлении фракций мононасыщенных и триненасыщенных триацилглицеринов (USS и SSS). Показано, что на положение максимумов эндотермических пиков и их площади оказывают влияние фенотипические факторы – совокупность условий произрастания сырья (высота над уровнем моря, содержание гумуса в почве, количество осадков и солнечных дней в течение года).

Рамазанов А.Ш., Балаева Ш.А., Рудаков О.Б., Саранов И.А. Влияние климатических условий Республики Дагестан на содержание жирного масла и других биологически активных веществ в плодах расторопши пятнистой // Химия растительного сырья. 2021. №4. С. 207–215. DOI: 10.14258/jcprm.2021049668. 8/sorpchrom.2021.21/3776.

³Показано, что методом дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК) можно эффективно контролировать наличие в сырах добавок немолочных жиров. Способ обнаружения методом ДСК этих добавок отличается высокой чувствительностью, сравнительно простыми алгоритмами выполнения методик измерения. В качестве аналитического сигнала в ДСК применимы температуры максимумов эндотермических пиков и их площади на кривых плавления жировой фазы, выделенной из сыра методом жидкостной экстракции. Данные ДСК хорошо согласуются с результатами органолептической экспертизы и хроматографическими данными. Мониторинг качества сыров, реализуемых в торговых сетях, показал, что жировая фаза сыров из низкого ценового сегмента, как правило, содержит большое количество (20-30 %) немолочных жиров.

^{1,3}Рудаков О.Б., д.х.н., профессор. robi57@mail.ru; (Воронежский государственный технический университет, кафедра химии и химической технологии материалов);

²Рамазанов А.Ш., д.х.н., профессор a_ramazanov@mail.ru; Балаева Ш.А. (Махачкала, Дагестанский государственный университет, кафедра аналитической и фармацевтической химии); Рудаков О.Б., д.х.н., профессор, Саранов И.А. (Воронежский государственный технический университет);

Методы обнаружения и идентификации

1. Показана возможность использования карбоцианиновых флуорофоров для визуализации доставки гидрофильных соединений в эукариотические клетки в хитозановых контейнерах. Визуализация доставки разработана в основном для гидрофобных соединений; нами предложен подход к мониторингу доставки гидрофильных лекарств в реальном времени, основанный на недавно обнаруженном нами (см. Отчет НСАХ за 2020 г.) способе обратимого связывания соединений массой 300–700 Да, способных образовывать множественные водородные связи. Подход основан на образовании ионных пар с подходящим противоионом; получаемый агрегат сольбилизирует гидрофобный краситель, излучающий в ближней ИК-области, со значительным усилением его флуоресценции. Вместо ПАВ в качестве противоиона применили амфифильный полимер-олигомер полигексаметиленгуанидин (ПГМГ). В качестве модельного гидрофильного соединения использовали цефтриаксон. Получаемые агрегаты цефтриаксон – противоион – краситель инкапсулировали в сшитые диальдегидами контейнеры анионированного хитозана. Исследование с помощью конфокальной лазерной сканирующей микроскопии показало интернализацию полученных контейнеров клетками аденикарциномы груди в течение 40 мин. Эти результаты подтверждают хороший потенциал гидрофобных ионных пар, содержащих краситель, для визуализации доставки гидрофильных соединений в организмы.

Беклемишев М.К., д.х.н., beklem@inbox.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория биоаналитических методов и оптических сенсорных систем).

2. Установлен элементный состав почвы, винограда и вина и выявлены взаимосвязи между содержаниями в них ряда элементов. Объектами исследования были ягоды винограда сортов Мускат, Каберне и Мерло, образцы вин, произведенные из них, и пробы почв, отобранные с полей, соответствующих местам произрастания винограда. Характер распределения

металлов в системе почва - виноград изучали для трех различных форм извлечения элементов из почв: определяли их валовое содержание, содержание кислоторастворимых и подвижных форм. Степень усвоения подвижных форм металлов почв ягодами винограда оценивали по показателю «биологический коэффициент поглощения». Для ягод винограда Мерло выше оказался биологический коэффициент поглощения Rb, Ti, Mg, Zn, Cu, Na, Fe, Al и Sr; Муската - K, Pb и Ni; Каберне - V и Mn. Наименьший биологический коэффициент поглощения в случае всех изучаемых сортов винограда наблюдали для Co, Ba и Ca. Каждый сорт винограда формировал свой индивидуальный элементный образ за счет различного характера усвоения изучаемых металлов. Переход металлов из ягоды в вино для всех сортов сопровождался снижением концентраций Mg, Al, K, Ca, Mn, Ni, Cu, Zn, Rb, Ba, Ti и Sr и повышением содержания V, Fe, Co, Pb и Na. Дискриминантным анализом установили обладающие наибольшими идентификационными свойствами металлы с учетом формы их содержания в почве. Полученные результаты могут быть использованы при установлении маркеров, определяющих сортовую и региональную принадлежность вин.

Темердашев З.А., Абакумов А.Г., Халафян А.А., Агеева Н.М. Взаимосвязи между элементным составом винограда, почвы с места его произрастания и вина // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2021. Т. 87. № 11. С. 11-18.

Представлен анализ происхождения и дифференциации алканов в продуктивном водном слое открытых районов восточной части Черного моря. В исследованной акватории отобраны 300 проб воды с пяти горизонтов (поверхность, слой термоклина, 25, 50 и 100 м) в различные сезоны 2015 г. Определение суммарного и индивидуального содержания антропогенных и биогенных углеводородов проводили методами хроматографии. Результаты исследований систематизированы по четырем основным типам распределения углеводородов в водной толще. Полученные данные позволяют высказать предположение, что в акватории открытых районов восточной части Черного моря углеводороды носят характер морского биогенного происхождения. Их природное происхождение можно объяснить значительными объемами газовыделений от грязевых вулканов, газовых фонтанов и сипов, выделением углеводородов из донных осадков, а также наличием постоянно возобновляемых биомасс бактерий, окисляющих метан и продуцирующих сероводород, а также функционированием биоты в кислородной зоне моря.

Темердашев З.А., Воловик С.П., Корпакова И.Г., Павленко Л.Ф., Елецкий Б.Д. О природе происхождения алканов в продуктивном водном слое открытых районов восточной части Черного моря // Экология и промышленность России. 2021. Т. 25. № 4. С. 44-49.

Темердашев З.А., д.х.н., профессор ((Кубанский государственный университет, кафедра аналитической химии, Краснодар).

СПОСОБЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ. ОБЩИЕ ПОДХОДЫ К АНАЛИЗУ

Тест-методы и тест-средства анализа

1. Предложен неинвазивный способ оценки здоровья телят на группы «здоровые» и с естественной инфекционной бронхопневмонией («больные») по анализу газовой фазы над носовой слизью с использованием 16 пьезосенсоров. Для точной классификации телят на группы применяли выходные данные массивов сенсоров 1 и 2 порядка (максимальные сигналы сенсоров и расчетные параметры A_{ij}) с применением линейного дискриминантного анализа с предварительной обработкой данных методом главных компонент (PCA – LDA). Точность и адекватность полученной модели составила 100% на малой выборке проб (n=50). Оценены содержания основных классов летучих веществ в газовой фазе биопроб для разных диагностических групп. Применение портативных устройств с пьезосенсорами позволит быстро в условиях фермы определять животных, нуждающихся в лечении, что соответствует мировому уровню разработок в этой сфере.

Работа выполнена при поддержке РФФ. <https://www.mdpi.com/2306-7381/8/5/74>

Шуба А.А., к.х.н., an-mishina@yandex.ru; Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Умарханов Р.У., к.х.н., rus_270487@mail.ru; Черницкий А.Е., cherae@mail.ru (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

2. Разработаны экспресс-методики определения некоторых β -лактамных антибиотиков и антибиотика ряда аминогликозидов (гентамицина) на основе визуально-колориметрической и цветометрической оценки содержания с применением авторского приложения по обработке

изображений к смартфону под управлением операционной системы Android, которое позволило сократить время и число стадий тест-определения, а также в режиме реального времени получать результат количественного определения аналита. Исследована стабильность, а также влияние температуры и времени нагревания тест-средств на проведение реакции. Диапазон определяемых содержаний: амоксициллина – 0.3-16 мг/мл, цефуроксима – 1.0-64 мг/мл, цефалексина – 0.1-8 мг/мл, цефотаксима – 0.2-64 мг/мл, цефозалина – 2.0-64 мг/мл, гентамицина – 0.5-32 мг/мл. Определены интервалы ненадежности тест-реакции и пределы обнаружения. Правильность тест-методик подтверждена способом «введено-найдено». Получены линейные зависимости площадей и периметров лепестковых диаграмм при определении антибиотиков. Проведено определение содержания антибиотиков в коммерческих лекарственных препаратах с помощью разработанных тест-методик и спектрофотометрически.

Косырева И.В., к.х.н., доцент, i_kosyreva@mail.ru ; Тумская А.В., marakaeva_anastasiya@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

Химические сенсоры (без электрохимических)

АННОТАЦИЯ, Представлено 11 работ - 7 работ из 4х городов (Москва, Воронеж, Липецк, Саратов), 2-х классических (МГУ, ВГУ) и 2х инженерных (ВГУИТ, ЛГТУ) университетов, 1 малого предприятия, 4 научных группы (4 группы из Воронежа, 1 группа – из Москвы).

Особенность работ 2021 года – объединение специалистов из разных направлений (химики, врачи, ветеринары, экологи, представители малого бизнеса). По итогам 2021 года и представленным отчетам констатируется активизация исследований по химическим сенсорам.

Работы проводились по прикладным исследованиям, с широкой апробацией на реальных объектах. Всего в отчетном году работы проводились в направлении развития и применения:

- акустических сенсоров (ПКР) (пьезокварцевые микровесы ОАВтипа) с различными по природе покрытиями - твердотельные наноструктурированные, полимерные, полимерные с молекулярными отпечатками;
- спектральных сенсоров;

- металл-оксидных сенсоров разной селективности.

Широко апробировались подходы по разработке новых материалов для сенсоров и регулирования их селективности, чувствительности.

Количество новых разработок увеличилось на 57 % по сравнению с 2020 г.

Кучменко Т.А.

1. Разработаны чувствительные материалы для определения гидроксамовых кислот – ксерогели на основе оксида кремния, допированные железом (III). Комплексообразование в системе салицилгидроксамовая кислота – сенсорный материал изучено с помощью твердофазной спектрофотометрии и ИК-спектроскопии. Установлен состав комплекса и константа равновесия гетерогенной реакции комплексообразования. Разработана методика твердофазно-спектрофотометрического определения салицилгидроксамовой кислоты в образцах мочи человека.

Моросанова Е.И., д.х.н., профессор, emorosanova@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

2. Разработаны пьезосенсоры на основе молекулярно-импринтированных полимеров (МИП) с отпечатками консервантов сорбат калия (E202) и бензоат натрия (E211) для их определения в пищевых продуктах. Экспериментально установленные пределы обнаружения E202 и E211 составили 0.6-1 мг/л, погрешность определения E202 и E211 в напитке не превышала 10%.

Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

3. ¹Разработаны пьезоэлектрические сенсоры на основе полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО) антибиотиков цефазолина и цефотаксима для их определения в жидких средах. Синтез ПМО проводили на основе сополимера 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты и 4,4'-диаминодифенилоксида. Предел обнаружения цефазолина и цефотаксима составляет $1.0 \cdot 10^{-6}$ г/дм³ и $1.0 \cdot 10^{-5}$ г/дм³, соответственно, а диапазон определяемых концентраций – $0.1-1.0 \cdot 10^{-6}$ г/дм³ и $0.1-1.0 \cdot 10^{-5}$ г/дм³, соответственно. Пьезосенсоры на основе ПМО-цефазолина и ПМО-цефотаксима характеризуются высокой селективностью к шаблонным

антибиотикам, могут работать как в индивидуальных, так и в многокомпонентных смесях.

²Разработаны молекулярно-импринтированные полимеры (МИП) для кофеина на поверхности пьезосенсоров. Исходным полимером для получения МИП являлась полиаминокислота (ПАК), представляющая собой сополимер 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты с 4,4'-диаминодифенилоксидом. На основании проведенных квантово-химических расчетов установлено оптимальное соотношение реагентов в предполимеризационной смеси 1:3 с наибольшей энергией взаимодействия (96.7 кДж/моль). Методом нековалентного импринтинга при термоимидизации раствора ПАК в присутствии темплата получен молекулярно-импринтированный полиимид. Экспериментально оценена способность полученных пьезосенсоров к распознаванию темплата в модельных растворах. Установлено, что диапазон определяемых концентраций кофеина составляет $3.1 \cdot 10^{-6} - 10^{-1}$ моль/дм³, а предел обнаружения – 10^{-6} моль/дм³. Правильность определения кофеина в модельных растворах проверена методом «введено-найдено». Пьезосенсоры на основе МИП-кофеин апробированы при анализе сортов чая. Показано, что с увеличением времени заваривания концентрация кофеина в водном растворе увеличивается. Относительное стандартное отклонение результатов измерений не превышало 8%.

Методом квантово-химического моделирования проведена оценка взаимодействия молекулярно-импринтированных полимеров на основе полиимида с аминокислотами. Построены предполимеризационные комплексы для установления особенностей межмолекулярных взаимодействий между полиаминокислотой и глицином. Показано, что чем больше число звеньев ПАК взаимодействует с глицином через воду, тем легче темплат удаляется из предполимеризационных комплексов. При оценке особенности взаимодействия МИП-глицин с глицином и родственными аминокислотами установлено, что МИП обладает лучшей распознающей способностью к глицину, который был темплатом при синтезе полимера. Показано, что при оценке взаимодействия МИП с отпечатками глицина наблюдается удовлетворительное согласование экспериментальных результатов (IF-импринтинг фактор) с квантово-химическими расчетами.

¹Шаповалова А.А., к.б.н. (Станция агрохимической службы «Балашовская» Саратовской области); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии);

²Као Ньят Линь, к.х.н. (Приморское отделение совместного Российско-Вьетнамского тропического научно-исследовательского и технологического центра, г. Нячанг, Вьетнам); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

4. Разработаны методики определения ципрофлоксацина и пенициллина G в жидких средах с помощью пьезоэлектрического сенсора на основе магнитных углеродных наноконпозитов в конкурентном формате иммуноанализа. Диапазон определяемых содержаний и предел обнаружения пенициллина G составляет 5-380 нг/мл и 1,5 нг/мл, ципрофлоксацина - 5-400 нг/мл и 2 нг/мл соответственно.

Ермолаева Т.Н., д.х.н., профессор, etn@stu.lipetsk.ru; Фарафонова О.В., к.х.н., ov.farafonova@yandex.ru (Липецкий государственный технический университет, кафедра химии).

5. Предложено и обосновано два подхода по повышению селективности анализа с использованием химических сенсоров: первый из них состоит в создании высокоселективных сенсоров. Сочетание газочувствительного слоя ($\text{SnO}_2\text{-Ag}$) с нестационарным температурным режимом позволило проводить селективное определение сероводорода в воздухе. Перекрестная чувствительность по отношению к другим восстановителям (водород, угарный газ, аммиак) составила 5-6 порядков.

Второй подход к повышению селективности анализа состоит в использовании малоселективного сенсора, работающего в нестационарном температурном режиме. В нашей работе впервые были решены задачи качественного и количественного анализа условно однокомпонентных систем, а также определения состава смеси в широких непрерывных диапазонах концентраций с помощью единичного малоселективного сенсора.

Шапошник А.В., д.х.н., [профессор. chem-vsau@mail.ru](mailto:профессор.chem-vsau@mail.ru) (Воронежский государственный аграрный университет им. императора Петра I, кафедра химии).

6. Предложен комплексный аппаратно-программный подход к регистрации аналитического отклика сенсорных матриц при продолжительном воздействии жидких углеводородов и их паров. Разработана и с помощью 3D-печати изготовлена ячейка для детектирования

углеводородов на фотонно-кристаллических сенсорных матрицах с компьютерной записью и накоплением спектров диффузного отражения и с последующей метрологической обработкой сигнала. Предложен вариант on-line контроля низких содержаний летучих органических соединений в воздухе рабочей зоны, данные хорошо согласуются с этапами рабочего цикла на лакокрасочном производстве. Подтверждена статистическая значимость изменений аналитического сигнала фотонно-кристаллического сенсора, обусловленных меняющейся во времени концентрацией летучих углеводородов.

Иванов А.В., Большаков Е.С., Гармаш А.В., Золотов Ю.А., Козлов А.А., Самохин А.С. // ЖНХ. 2021. Т. 66. № 2. С. 220-228.

Иванов А.В., д.х.н., доцент, sandro-i@yandex.ru; Золотов Ю.А., (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии; ИОНХ РАН), Большаков Е.С., Гармаш А.В., Самохин А.С. (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии); Козлов А.А. (РТУ/МИРЭА).

7. ¹Показана возможность применения массива химических сенсоров для контроля формирования аромата кондитерских масс при коншировании. Оценена корреляция результатов сенсорометрического анализа и физико-химических показателей качества кондитерских масс. Установлено, что массив химических сенсоров позволяет оценить интенсивность и смещение состава аромата в процессе конширования как важнейшей стадии производства, проводить экспресс-оценку стандартных показателей – кислотного числа лауринового заменителя какао-масла по сигналу сенсора с полиэтиленгликольадипинатом, кислотность кондитерских масс разной природы по сигналам сенсоров на основе краун-эфира и Твин-40. Наиболее ценным достижением является возможность контроля уменьшения содержания нелетучих соединений – общего содержания сахаров и редуцирующих сахаров при коншировании по сигналам двух сенсоров. Показана возможность внедрения анализатора газов “электронный нос” на основе сенсоров сорбционного типа в систему контроля кондитерского производства для определения физико-химических показателей и оцифровки аромата, соблюдения и оптимизации рецептур, объективной и воспроизводимой оценки качества поступающего в переработку сырья и кондитерских изделий, а также воспроизводимости интегрального показателя (аромата) для разных партий готовых изделий.

Кучменко Т.А., Лисицкая Р.П. Применение химических сенсоров в технологическом контроле: формирование аромата кондитерских масс//ЖУРНАЛ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ. 2021.Т.76.№ 7. С.648-659. DOI: [10.31857/S0044450221070070](https://doi.org/10.31857/S0044450221070070).

²Приведены результаты исследований формирования ароматообразующих веществ в мучных изделиях с добавлением в рецептуру чумизной и амарантовой муки. С помощью методологии «электронный нос» инструментально доказано на анализаторе запахов «МАГ-8», что для проб, представленных на испытание, запах корректный и не ярко выражен, ароматические добавки и усилители запаха, а также наличие деструктивных процессов и плесневения отсутствуют.

DOI: 10.32462/0235-2508-2021-30-3-58-62

³Предложен способ экспрессной оценки состояния негативных процессов у пациентов гинекологического профиля по легколетучим соединениям инвазивной биопробы (цервикальная слизь), позволяющий оценить гинекологический статус пациента в режиме реального времени в кабинете врача. Использован высокочувствительный детектор на основе семи масс-чувствительных пьезосенсоров с наноструктурированными модификаторами электродов различной селективности к легколетучим биомолекулам (спирты, альдегиды, кетоны, кислоты, амины). Обоснованы границы количественных параметров массива сенсоров для ранжирования проб на группы “условно здоровые”, “воспаление/инфекция”, “ремиссия”. Выделены диапазоны нормированных количественных параметров массива изученных сенсоров, соответствующих границам однозначного принятия решений о состоянии биопробы и процессов в организме.

Кучменко Т.А., Доровская Е.С., Босикова Ю.Н., Сметанкина А.В., Битюкова В.В.. Применение «Электронного носа» на пьезосенсорах для сканирования летучих соединений гинекологических проб// ЖУРНАЛ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ. 2021. Т.76, № 7. С. 634-647. <https://doi.org/10.31857/S0044450221070069>.

⁴Электронный нос применен для ранней диагностики послеродового эндометрита у коров с использованием выделений. Установлено, что в течение первых трех суток после отела у коров с послеродовым эндометритом по сравнению со здоровыми животными площадь зрительного отклика сенсоров превышала на 28,4% содержание спиртов, кетонов линейного строения на 5%, 2-6,0%, алифатических кислот на 14,3% и алкиламинов на 9,2%. Через 6-8 дней после отела при клиническом

проявлении эндометрита превышение «зрительного отпечатка» в 6,1 раза ($p < 0,001$), снижение содержания алифатических кислот на 22,7% ($p < 0,05$) и увеличение концентрации серосодержащих органических соединений - на 4,9%. Система может различать состав летучих соединений послеродового секрета шейки матки с нормальным и патологическим течением послеродового периода.

¹Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru (Воронежский государственный университет инженерных технологий, факультет экологии и химической технологии); Лисицкая Р.П., lisitskaya_raisa@mail.ru (Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина, Воронеж).

²Кузнецова Л.И., Садыгова М.К., Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Умарханов Р.У., Кондрашова А.В. (¹Саратовский государственный аграрный университет им. Н. И. Вавилова; ²Воронежский государственный университет инженерных технологий).

³Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Доровская Е.С., Босикова Ю.Н. (Воронежский государственный университет инженерных технологий), Сметанкина А.В. (ООО «Медицинский центр профессиональной патологии»), Битюкова В.В. (Воронежский государственный медицинский университет им. Н.Н. Бурденко).

⁴Skorikov V.N., Kuchmenko T.A., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Mikhalev V.I., Umarkhanov R.U. (Всероссийский ветеринарный исследовательский институт патологии, фармакологии и терапии; Воронежский государственный университет инженерных технологий).

8. Разработан ферментативно-сенсориметрический метод определения диастазного числа меда, основанный на том, что при добавлении меда к раствору крахмала присутствующие в натуральном меде ферменты расщепляют крахмал до глюкозы. Так как влагоудерживающие свойства глюкозы выше чем у крахмала, то содержание воды в равновесной газовой фазе (РГФ) над анализируемым раствором после расщепления крахмала меньше, чем до гидролиза крахмала. Оптимизировано время гидролиза раствора крахмала при температуре 40 °С – 20 мин., при котором получены значимые различия площадей визуальных отпечатков РГФ до начала гидролиза (S_0) и через 20 мин (S_{20}). Составлена шкала соответствия соотношения S_0/S_{20} и диастазного числа меда, установленного нормативными методами.

Никулина А.В., к.х.н., nik_a_68@mail.ru (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

Наноаналитика

1. Методом химического соосаждения синтезированы наночастицы магнетита (МНЧ), модифицированные полиакриловой кислотой (ПАК), состава Fe_3O_4 -ПАК. Результаты XRD полученного магнитного образца, согласуются со спектрами баз данных дифрактограмм, характерными для кубической структуры обратной шпинели Fe_3O_4 . Методом просвечивающей микроскопии (ПЭМ) показано, что исходные МНЧ имеют сферическую форму со средним размером 8-10 нм, а модифицированные ПАК (18 ± 2) нм, соответственно. Наночастицы МНЧ-ПАК способны взаимодействовать с сорбируемыми аналитами как за счет образования Н-связи с $COOH$ группой ПАК в кислой среде, так и электростатически с диссоциированной карбоксильной группой красителя. Функционализация поверхности МНЧ магнетита подтверждена данными ИК-спектроскопии, и измерением дзета-потенциала, который для Fe_3O_4 -ПАК составил -32 ± 2 мВ. Получены кривые намагниченности, показывающие, что суперпарамагнитные свойства МНЧ при модификации изменяются незначительно. Показано, что композит Fe_3O_4 -ПАК может сорбировать как кислотные, так и основные красители.

Штыков С.Н., д.х.н., профессор, shtykovsn@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

2. Методом химического соосаждения синтезированы наночастицы магнетита, модифицированные бромидом цетилтриметиламмония (ЦТАБ). При варьировании рН раствора, массы сорбента, времени сорбции, природы и объема элюента найдены оптимальные условия количественной сорбции и десорбции L-карнитина с использованием наночастиц Fe_3O_4 -ЦТА. Показано, что количественная сорбция L-карнитина со степенью извлечения около 90 % протекает за 40 мин. Найден элюент – этанол, позволяющий на 95 % десорбировать L-карнитин. Применение трех мг наномангнетита для концентрирования L-карнитина методом магнитной твердофазной экстракции позволяет в 5 раз уменьшить нижнюю границу его определяемых

содержаний. Разработано денситометрическое определение L-карнитина методом мицеллярной ТСХ в напитке для спорта XXI Power "L-карнитин".

Сумина Е.Г., д.х.н., профессор; Штыков С.Н., д.х.н., профессор, shtykovsn@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

3. Изучено влияние природы мицелл поверхностно-активных веществ (ПАВ) на флуоресцентные свойства фторхинолонов и их комплексных соединений с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра. Установлено, что в мицеллярной среде анионного ПАВ (додецилсульфата натрия, ДДС) наблюдается максимальное возрастание люминесценции хелатов иттрия с левофлоксацином. Показано, что в присутствии мицелл анионных ПАВ происходит модификация поверхности наночастиц серебра, которая сопровождается возрастанием дзета-потенциала наночастиц и увеличением устойчивости коллоидной системы. В то же время модификация поверхности наночастиц серебра мицеллами неионогенных ПАВ дестабилизирует коллоидный раствор, уменьшает дзета-потенциал наночастиц и интенсивность флуоресценции комплекса левофлоксацина с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра по сравнению с модификацией мицеллами ДДС. Введение катионных ПАВ перезаряжает поверхность наночастиц и стабилизирует коллоидную систему. Подобраны оптимальные условия получения максимальной флуоресценции хелатов фторхинолонов с ионами иттрия в присутствии наночастиц серебра и мицелл додецилсульфата натрия. Разработана методика флуориметрического определения левофлоксацина и офлоксацина в природных водах и лекарственных препаратах.

Смирнова Т.Д., д.х.н., доцент, smirnovatd@mail.ru (Саратовский государственный университет, кафедра аналитической химии и химической экологии).

4. Разработана инструментальная методология и платформы для комплексной оценки состава (основной и примесный состав), а также коллоидных (распределение по размерам, электрокинетические свойства, седиментационная и коагуляционная устойчивость) и биохимических (про- и антиоксидантная активность и ферментативная [нанозимная] активность) свойств нанопрепаратов на основе наночастиц оксида графена в водных растворах.

Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН, proskurnin@gmail.com; Михеев И.В., к.х.н., mikheev.ivan@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория спектральных методов анализа).

5. Изучено влияние аминов на формирование нанокompозитов золото/полимер. Нанокompозиты на основе пенополиуретана (ППУ) и наночастиц золота (НЧ) получали взаимодействием полимера, модифицированного боргидридом натрия, с водным раствором золотохлористоводородной кислоты. Показано, что некоторые амины вызывают заметное уменьшение интенсивности полосы поверхностного плазмонного резонанса (ППР) НЧ в составе композитного материала. Изучены как алифатические, так и ароматические амины, а также амины, содержащие несколько аминогрупп. Вероятный механизм основан на стабилизации НЧ амином, что влечет за собой снижение степени их адсорбции на ППУ и появление стабилизированных НЧ в растворе. Уменьшение интенсивности полосы ППР нанокompозита пропорционально концентрации амина в растворе. На основе этого эффекта предложен метод определения меламина, цетиламина, β -нафтиламина и неомидина в водах и медицинских составах с использованием калибратора монитора в качестве портативного бытового спектрального прибора. Пределы обнаружения аминов в выбранных условиях находились в диапазоне 0.7–1.5 мкМ. Наблюдаемое изменение цвета образцов нанокompозита также составляет хорошую основу для полуколичественных определений.

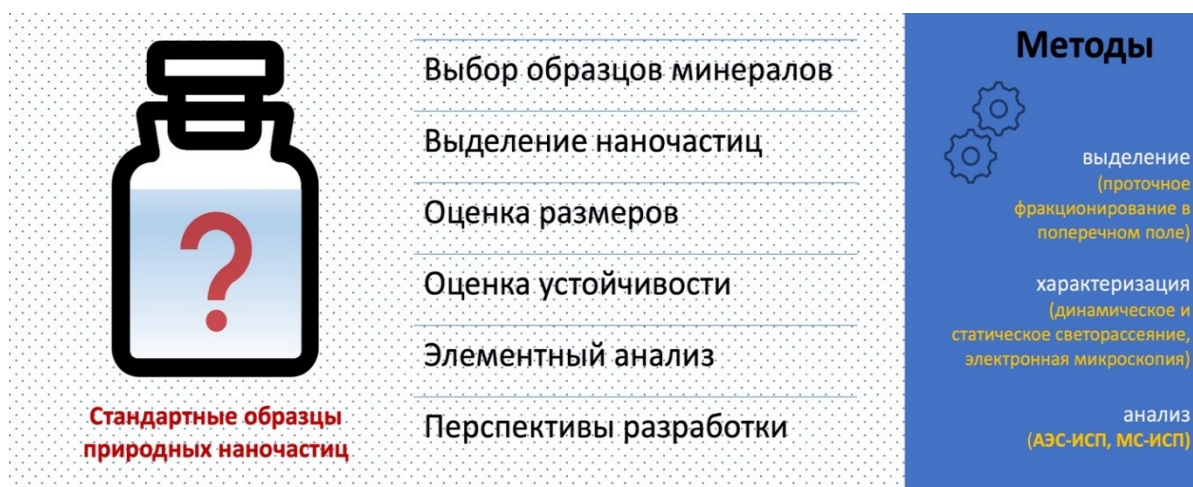
Апяри В.В., д.х.н., apyari@mail.ru; Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

6. Методы селективного флуоресцентного определения и обнаружения малых органических молекул требуют использования биомолекул или непростого синтеза флуоресцентных красителей. Альтернативный подход может быть основан не на прямом взаимодействии аналита и флуорофора, а на явлениях агрегации и самосборки. Нами обнаружено, что излучение выделенного из шпината хлорофилла *a* при 680 нм избирательно усиливается многозарядными катионами аминокликозидов в присутствии анионных ПАВ. Селективность определяется положительным зарядом лекарственного вещества и его способностью образовывать множественные нековалентные

связи, а также природой ПАВ (предпочтительны *n*-додецилсульфат или лауроилсаркозинат). Флуоресценция хлорофилла усиливается за счет солюбилизации в агрегате неомицина с ПАВ. Разработана методика прямого определения неомицина в моче с пределом обнаружения 6 мкМ. Намечены пути определения других аналитов с использованием хлорофилла.

Беклемишев М.К., д.х.н., beklem@inbox.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория биоаналитических методов и оптических сенсорных систем).

7. Изучение свойств и состава природных наночастиц является важной проблемой аналитической химии. В настоящее время стандартные образцы природных наночастиц отсутствуют, что осложняет изучение роли наночастиц в геохимических процессах, а также делает практически невозможным сопоставление результатов, полученных разными исследователями. Впервые с использованием комплекса взаимодополняющих аналитических методов изучены наночастицы каолинита, монтмориллонита, мусковита и кварца как потенциальные стандартные образцы природных наночастиц. Показано, что до 98 % выделенных частиц имеют размер от 40 до 300 нм. Определен элементный состав наночастиц, а также их концентрация в суспензиях. Оценена агрегационная устойчивость наночастиц в 5 мМ фосфатных буферных растворах при различных рН. Показано, что наночастицы мусковита (рН 7 и 8) и монтмориллонита (рН 8) устойчивы в течение как минимум 4 недель. Полученные экспериментальные результаты позволили уточнить проблемы и оценить перспективы разработки стандартных образцов природных наночастиц.



Ermolin M.S., Ivaneev A.I., Fedyunina N.N., Karandashev V.K., Burmistrov A.A., Fedotov P.S. Natural silicate nanoparticles: separation, characterization, and assessment of stability and perspectives of their use as reference nanomaterials // Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2021, V. 413, P. 3999–4012, DOI: 10.1007/s00216-021-03351-2.

Ермолин М.С., к.х.н., ermolin@geokhi.ru; Иванеев А.И., aiivaneev@geokhi.ru; Федотов П.С., д.х.н., fedotov_ps@mail.ru (Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, лаборатория геохимии наночастиц, Москва).

8. «Eco-friendly» синтез наночастиц с помощью экстрактов растений и применение фитонаночастиц в разных областях науки и технологий является новой областью исследования. Несмотря на определенные достижения последних лет в области фитосинтеза, существует научная проблема, связанная с отсутствием знаний об электрохимических свойствах фитонаночастиц, что является препятствием для целенаправленного и эффективного их использования в качестве модификаторов электрохимических интерфейсов.

В данном исследовании изучены электрохимические свойства наночастиц золота (AuNP), синтезированных гидротермальным способом с помощью экстрактов из листьев земляники, черной смородины и крыжовника, обладающих биоредуцирующими и стабилизирующими свойствами. Проведено комплексное исследование электрохимической активности фито-AuNP в зависимости от условий фитосинтеза. Выявлены закономерности между изменяемыми условиями фитосинтеза (аликвота, антиоксидантная активность и pH растительных экстрактов) и параметрами электроокисления (потенциал и ток пика) фитосинтезированных наночастиц золота. Установлено, что увеличение аликвоты, антиоксидантной активности (АОА) и pH растительного экстракта способствует получению более мелких и электрохимически активных фито -AuNPs. Показано, что с уменьшением размера наночастиц улучшается обратимость электропревращения системы $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-/3-}$ в ряду электродов: gs-AuNPs/GCE – bc-AuNPs/GCE – sb-AuNPs/GCE. Сделан вывод, что АОА растительного экстракта является важным параметром для получения фито-AuNPs с желаемыми свойствами. Электроды, модифицированные фито-AuNPs, продемонстрировали лучшие аналитические характеристики, чем электроды с цитратным AuНЧ, при обнаружении мочевой и аскорбиновой кислот в модельных условиях. Данные об электрохимии фито-AuNPs могут быть полезны в создании

высокоэффективных эпидермальных сенсоров с хорошей биосовместимостью.

N.Y. Stozhko, M.A. Bukharinova, E.I. Khamzina, A.V. Tarasov. Electrochemical properties of phytosynthesized gold nanoparticles for electrosensing. // Sensors. – 2022. – Vol. 22(1), 311. <https://doi.org/10.3390/s22010311>

Стожко Н.Ю., д.х.н., профессор, sny@usue.ru; Бухаринова М.А., m.a.bukharinova@usue.ru (Уральский государственный экономический университет, кафедра физики и химии, научно-инновационный центр сенсорных технологий, Екатеринбург).

9. Установлено, что поверхностная модификация наночастиц углеродных нанотрубок (УНТ) оказывает влияние на их распределение между гидрофильной и гидрофобной фазой в перфторированных сульфокатионообменных мембранах. Вследствие этого они могут в различной степени участвовать в сорбции воды и переносе катионов, а изменение размеров внутрипорового пространства мембран происходит немонотонно в зависимости от концентрации и типа функциональных групп на поверхности УНТ. Это позволяет варьировать чувствительность ПД-сенсоров (ПД – потенциал Доннана) на основе таких материалов к органическим и неорганическим катионам. Так, влияние мешающих ионов гидроксония на отклик ПД-сенсоров в растворах никотиновой кислоты снижалось при использовании образцов, содержащих 0.5 и 1.0 мас.% УНТ-SO₃⁻. Для данных образцов предел обнаружения ионов никотиновой кислоты в водных растворах составил 1.0·10⁻⁵ М, а относительные погрешность и стандартное отклонение определения никотиновой кислоты в таблетках – 0.8-1.3 и 5%. Наилучшие характеристики определения действующего и вспомогательного веществ в инъекциях никотиновой кислоты достигнуты при использовании системы ПД-сенсоров на основе мембран, содержащих 1.0 мас.% УНТ-COO⁻ и 1.5 мас.% УНТ-SO₃⁻. Относительные погрешность и стандартное отклонение определения никотиновой кислоты в инъекциях составили 3 и 0.9%.

Результаты получены совместно с Лабораторией ионики функциональных материалов ИОНХ РАН (зав. лабораторией – д.х.н., проф., член.-корр. РАН Ярославцев А.Б.)

Бобрешова О.В., д.х.н., профессор, bobreshova@chem.vsu.ru; Паршина А.В., д.х.н., доцент, parshina_ann@mail.ru; Колганова Т.С., к.х.н.,

tanyadenisova@list.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

10. Показана возможность синтеза электрохимическим методом тонких пористых плёнок алюмосиликатов толщиной от сотен нанометров до нескольких микрон на поверхности твердой подложки. Природа образующихся соединений доказана методами рентгеноспектрального микроанализа, ИК- и КР- спектроскопии. Показано влияния условий синтеза (напряжение, природа электролита) на текстурные параметры пленок, а также тип и линейные размеры её характерных элементов. Для каждого образца найдена оптическая ширина запрещенной зоны. Изучена фотокаталитическая активность структур алюмосиликатов в модельных реакциях окисления и влияние на неё структурно-геометрических параметров пленок. Полученные данные представляют интерес при получении новых функциональных материалов на основе алюмосиликатов, обладающих улучшенным комплексом свойств (сорбционных, каталитических, оптических, сенсорных и т.д.).

Оскотская Э.Р., д.х.н., профессор, Oskotskaya@yandex.ru (Орловский государственный университет им. И.С. Тургенева, кафедра химии).

РЕЗЮМЕ. По сравнению с 2019 и 2020 годами количество отчетов по разделу Наноаналитика увеличилось в 3 раза. В основном это произошло за счет увеличения числа отчетов кафедры аналитической химии МГУ (4 отчета) и Саратовского ГУ (5 отчетов), появления отчетов ГЕОХИ РАН, Уральского ГЭУ, Орловского ГУ. Как всегда представил отчет Воронежский ГУ. В то же время анализ публикаций в Журнале аналитической химии за 2021 год показывает, что отчетов о применении нанообъектов в анализе могло быть больше, если бы их предоставили научные коллективы ГЕОХИ РАН (И.В. Кубракова, В.М. Шкинев, А.Ю. Оленин), Санкт-Петербургского ГУ, Казанского (Приволжского) ГУ, которые также опубликовали работы по различным аспектам наноаналитики. Спектр используемых нанообъектов остался прежним: это магнитные, серебряные, золотые наночастицы, появились работы с применением оксида графена и углеродных нанотрубок, а также комбинации различных нанообъектов, продолжается использование мицеллярных наносистем. Нанообъекты применяют в спектрофотометрическом, люминесцентном, электрохимическом методах

анализа, в том числе в сенсорном варианте. Следует отметить работы по созданию стандартных образцов природных наночастиц (это большая проблема), комплексному изучению состава наночастиц оксида графена, одновременному использованию разных видов нанообъектов, позволяющих использовать присущие им особенности.

Штыков С.Н.

Микрочипы. Микрофлюидика

1. Предложены бумажные микропланшеты, содержащие реакционную зону, модифицированную экстрактом шампиньона (*Agaricus bisporus*), для цветометрического (с использованием смартфона) определения L-ДОФА в биологических жидкостях и кофейной кислоты в растительных образцах и линейно-колористического определения суммарного содержания тиолов в биологических жидкостях и фармацевтических препаратах.

Моросанова Е.И., д.х.н., профессор, emorosanova@gmail.com (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

2. Предложена концепция сборных бумажных микрофлюидных систем (БМФС). Ключевая идея сборных БМФС – разработать аналитическую платформу на бумажной основе, которую можно легко и быстро собрать в требуемую конфигурацию из стандартных готовых бумажных деталей. Подход проиллюстрирован способом определения нескольких флавоноидов. Разработаны два способа определения флавоноидов: при высокой (конфигурация из двух частей) и при низкой концентрации (конфигурация из трех частей, включая дополнительную зону концентрирования). Принцип детектирования флавоноидов основан на их способности восстанавливать нитрат серебра до наночастиц серебра (НЧ), создающих интенсивную полосу поверхностного плазмонного резонанса. Изучено влияние основных факторов на образование НЧ и аналитический отклик в предлагаемых БМФС. Концентрационные пределы обнаружения составили 2.3, 5.2, 14 мкг/мл, а абсолютные пределы обнаружения достигают 0.12, 0.26, 0.70 мкг для кверцетина, морина и дигидрокверцетина соответственно. Для определения флавоноидов при низких концентрациях использовали трехкомпонентную конфигурацию сборной БМФС с использованием предварительного концентрирования на магнитном сверхсшитом полистироле. Показано, что

такое концентрирование увеличивает чувствительность определения морина в 5 раз. Метод применен для анализа настойки боярышника и луковой шелухи.

Фурлетов А.А., ассистент, aleksei_furletov@mail.ru; Апяри В.В., д.х.н., apyari@mail.ru; Дмитриенко С.Г., д.х.н., профессор, s.g.dmitrienko@yandex.ru (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии, лаборатория концентрирования).

Локальный анализ

1. Исследована морфология поверхности пленок полимеров на основе полиимида с отпечатками бензоата натрия (E211) и сорбата калия (E202). Установлено, что нанесение на электроды сенсоров предполимеризационной смеси методом штампования позволяет получать пленки с хорошей воспроизводимостью толщины и морфологии поверхности. Также установлено, что при синтезе МИП-E211 образуется значительное количество мезо- и макропор. С учетом малого размера молекулы бензоата натрия (0.82 нм) можно предположить, что внутренние поверхности мезо- и макропор полимерной пленки могут содержать углубления и поры (отпечатки), комплементарные молекулам бензоата натрия. Молекулы сорбата калия, имеющего линейную структуру, располагаются как на поверхности, так и заглубляются в матрицу полимера. При их удалении остаются отпечатки, которые составляют большую часть поверхности и соответствуют размерам ультрамикро- и микропор.

Зяблов А.Н., д.х.н., доцент, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

2. Исследованы физико-химические и технологические свойства полимерных материалов, применяемых в 3D-печати. Изучены химические, структурные и морфологические изменения порошка полиамид-12 в процессе 3D-печати различными физико-химическими методами. Рассчитаны динамическая вязкость, насыпная плотность, степень кристалличности порошков, предложены способы рекуперации отработанного материала, проведено сравнение фракционного состава первичных и вторичных порошков. Разработаны следующие методики:

1. Методика получения изображений первичного и вторичного порошков, включающая обработку и распознавание цифровых изображений;

2. Методика анализа морфологических структур цифровых изображений для количественной характеристики геометрических свойств частиц первичного и вторичного порошков;
3. Методика измерения динамической вязкости и насыпной плотности порошков для доказательства агломерации частиц вторичного порошка;
4. Методика синхронного термического анализа, включающего дифференциальную сканирующую калориметрию и термогравиметрический анализ, позволяющая оценить изменения термохимических свойств исследуемых материалов.

Мокшина Н.Я., д.х.н., доцент, moksnad@mail.ru; Хрипушин В.В.; (Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина), кафедра физики и химии; Воронеж).

Хемометрика. Математизация химического анализа

1. *Прокрустова кросс-валидация для малых наборов данных в контексте МГК.* В работе предлагается новый инструмент, т.н. Прокрустова кросс-валидация, в качестве альтернативы обычной кросс-валидации для коротких наборов данных, где важен каждый образец и, следовательно, он не может быть удален в соответствии с обычной процедурой кросс-валидации leave-one-out. Преимущества нового подхода демонстрируются на двух реальных примерах: первый содержит дискретные переменные (химические профили). Второй основан на непрерывных данных (спектры). Метод реализован в R и Matlab в виде небольшой процедуры, которую может легко использовать любой аналитик.

Результаты работы опубликованы в журнале Talanta, DOI: 10.1016/j.talanta.2021.122104

Новые тенденции в качественном анализе: поведение, оптимизация и проверка многоклассовых и мягких моделей. В работе рассматриваются современные тенденции и проблемы в области качественного анализа. Основное внимание уделяется не методам классификации как таковым, а скорее их общим характеристикам, таким как способ представления результатов классификации (жесткая или мягкая классификация) или способ применения метода (одноклассовый или многоклассовый). Описаны основные проблемы, которые еще не были полностью исследованы и, следовательно, требуют особого внимания. К таким проблемам относятся определения основных показателей в случаях многоклассовой,

одноклассовой, мягкой и жесткой классификаций; методы оптимизации в случаях строгого и мягкого подходов к классификации; известные методы валидации (такие как тестовый набор и перекрестная валидация), а также недавно появившаяся Прокрустова перекрестная валидация. В каждом пункте фокус сделан на новых идеях и методах, некоторые из которых еще не были полностью исследованы и проверены на практике.

Результаты работы опубликованы в журнале Trends in Analytical Chemistry, DOI: 10.1016/j.trac.2021.116372

Померанцев А.Л., д.ф-м.н., вед. н.с., alexey.pomerantsev@gmail.com
(Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, Москва).

2. Методы глубокого обучения в аналитической химии. В последние годы интенсивные исследования в области методов машинного обучения привели к созданию целого класса новых алгоритмов – алгоритмов глубокого обучения, которые эффективно справляются с весьма сложными задачами распознавания речи и классификации изображений. Благодаря своим широким возможностям эти методы привлекли внимание ученых из самых разных областей, в том числе и из аналитической химии. В нашей работе проведен обзор основных путей применения алгоритмов глубокого обучения в аналитической химии, показан потенциал этих методов в решении самых разнообразных аналитических задач.

Результаты работы опубликованы в журнале Trends in Analytical Chemistry, DOI: 10.1016/j.trac.2021.116459.

Потенциометрическая мультисенсорная система для скрининга рака мочевого пузыря на основе анализа мочи. Разработана мультисенсорная система, которая на выборке из 87 образцов позволяет с 80% чувствительностью, 75% специфичностью и 76% точностью определять наличие у пациента рака мочевого пузыря на основе простого трехминутного потенциометрического измерения в разбавленном образце мочи. В состав мультисенсорного массива входили сенсоры с мембранами различных типов: полимерными, поликристаллическими и халькогенидными стеклянными. Обработка результатов измерений проводилась современными методами многомерной классификации.

Результаты работы опубликованы в журнале Talanta, DOI: 10.1016/j.talanta.2021.122696

Кирсанов Д.О., д.х.н., профессор, d.kirsanov@gmail.com (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии, лаборатория прикладной хемометрики).

3. Разработка мультисенсорного подхода к оптическому спектральному анализу. В статье представлен обзор исследований, направленных на разработку научного подхода к созданию мультисенсорных оптических систем для химического анализа. Обзор в основном основан на работах автора, выполненных за последние 10 лет в Самарском государственном техническом университете при широком международном сотрудничестве. Он состоит из введения и пяти разделов, в которых описывается современное состояние в области оптической спектроскопии, предлагаемая методология разработки оптических мультисенсорных систем, связанные с этим аспекты экспериментального дизайна и технологии анализа процессов, а также подборка практических примеров из различных областей применения: пищевое и фармацевтическое производство, медицинская диагностика, экологический мониторинг. В заключении обобщены тенденции и перспективы развития мультисенсорного подхода к оптическому спектральному анализу.

Работа опубликована в журнале Sensors, DOI: 10.3390/s21103541.

Богомолов А.Ю., д.х.н. a.bogomolov@mail.ru (Самарский государственный технический университет, Лаборатория многомерного анализа).

4. Крупномасштабное нецелевое метаболомное профилирование на основе ЖХ-МС является ценным источником данных для системной биологии и обнаружения биомаркеров. Анализ и обработка таких данных довольно сложны из-за высокой сложности генерируемых сигналов и наличия нежелательных вариаций. В работе предложен набор скриптов на основе R с открытым исходным кодом под названием OUKS (Omics Untargeted Key Script), который обеспечивает комплексную обработку данных. OUKS разработан путем интеграции различных пакетов R и программных инструментов метаболомики и может быть легко настроен и подготовлен для серийного использования. Новые вычислительные возможности связаны с обработкой сигнала на основе образцов контроля качества и реализуются с помощью методов градиентного бустинга, древовидных и других алгоритмов нелинейной регрессии. Для демонстрации

исчерпывающей функциональности разработанного программного инструмента проведено исследование по выявлению биомаркеров рака мочевого пузыря, основанное на нецелевом ЖХ-МС профилировании образцов мочи. В результате были выявлены, статистически подтверждены и описаны потенциальные биомаркеры нарушений метаболизма. Работа демонстрирует, что OUKS помогает сделать нецелевое метаболомное профилирование с помощью ЖХ-МС с новейшими вычислительными функциями легко доступным для исследовательского сообщества в готовом к использованию унифицированном виде.

Результаты работы опубликованы в журнале Journal of Proteome Research, DOI: 10.1021/acs.jproteome.1c00392

Родин И. А., д.х.н., заведующий лабораторией масс-спектрометрии, igorrodin@yandex.ru (МГУ имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии).

5. Большинство лекарств больше не производятся непосредственно фармацевтическими компаниями, а производятся по контракту или на дешевых производственных площадках в других странах. Это не только затрудняет их отслеживание, но и оставляет возможность подделок. По этим причинам становится все труднее определить точное место производства лекарств. Целью этой работы было изучить возможность определения происхождения лекарств с помощью различных спектроскопических методов, таких как ядерный магнитный резонанс и спектроскопия в ближнем и среднем инфракрасном диапазоне в сочетании с многомерным анализом данных. Так, 56 препаратов парацетамола, собранных в 19 странах мира, были выбраны для исследования возможности определения фармацевтической компании, производственного предприятия или страны происхождения. Метод главных компонент позволил оценить связь между отдельными компаниями и различить производственные предприятия или составы. Линейный дискриминантный анализ показал разные результаты в зависимости от спектрального метода и задачи дискриминации. Для всех спектроскопических методов было обнаружено, что классификация препаратов по их производителю дает лучшие результаты, чем классификация по их фармацевтической компании. Наилучшие результаты были получены методом ядерного магнитного резонанса и ближнего инфракрасного диапазона: с 94,6% / 99,6% и 98,7 / 100% спектров были

правильно отнесенных к их фармацевтической компании или производителю, соответственно.

A. Becht, C. Schollmayer, Y. Monakhova, U. Holzgrabe (2021) Tracing the origin of paracetamol tablets by near-infrared, mid-infrared, and nuclear magnetic resonance spectroscopy using principal component analysis and linear discriminant analysis Anal Bioanal Chem 2021 413(11), 3107-3118 doi: 10.1007/s00216-021-03249-z.

Монахова Ю.Б., д.х.н., профессор. Yul-monakhova@mail.ru (Саратовский государственный университет, Институт химии, кафедра общей и неорганической химии).

6. Исследовано применение более 50 алгоритмов машинного обучения для обработки исходных кинетических данных массива пьезосенсоров при анализе газовой фазы над пробами носовой слизи телят с комбинированным режимом измерения. Разработка классификационной модели обусловлена необходимостью выделения трех диагностических групп, в особенности группы «с субклиническим течением респираторных заболеваний», наиболее опасным для животных. На выборке из 144 телят достигнута правильность классификации 83 % с применением метрики сходства динамического деформирования времени между двумя временными рядами и алгоритм k-NN. Рассмотрены варианты предварительной обработки исходных данных, повышающие правильность классификации.

В рамках гранта РФФ. <https://sciforum.net/paper/view/10465>.

¹Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; ²Крылов В.В., д.т.н., профессор, vladimir.v.krylov@gmail.com; ¹Шуба А.А., к.х.н., an-mishina@yandex.ru; ¹Умарханов Р.У., к.х.н., rus_270487@mail.ru (¹Воронежский (государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и АХ; ²Филиал Высшей школы экономики в Нижнем Новгороде).

7. В работе обсуждается применение двух подходов (прямой и реверсивный) по идентификации летучих веществ в газовой фазе над пробами носовой слизи телят с различной степенью поражения органов дыхания. Предложен уникальный способ визуализации данных массива сенсоров для качественного анализа – спектры параметров перекрестной масс-чувствительности. Проецирование расчетных параметров массива сенсоров для индивидуальных веществ на пространство главных компонент, полученное при обработке данных сенсоров для проб носовой слизи,

позволило идентифицировать вещества в газовой фазе над биопробами в соответствии с клиническим диагнозом животных, т.е. предложенный реверсивный подход является более адекватным. Обнаруженные вещества соотносятся с клиническим состоянием животных и литературными данными по установленным в выдыхаемом воздухе маркерам заболеваний и деструктивных процессов.

В рамках гранта РФФИ. <https://www.mdpi.com/2227-9040/9/6/116>.

Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Шуба А.А., к.х.н., an-mishina@yandex.ru; Умарханов Р.У., к.х.н., rus_270487@mail.ru; (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

8. ¹Предложены два способа оценки суммарного содержания (сAr) наиболее токсичных углеводородов (аренов) в сточных водах. Методики включают экстракцию нефтепродуктов н-гексаном, сорбционную очистку экстракта от фенолов и измерение светопоглощения аренов в УФ-области. Отделять алканы и циклоалканы не требуется.

Первый способ позволяет быстро оценить сAr в пересчете на стандартное вещество Хст (о- или м-ксилол), например, с целью скрининга. Оптическую плотность измеряют при 250 нм, что уменьшает влияние внутригрупповой селективности и оставшихся в экстракте фенолов. Суммарные содержания аренов в н-гексановых растворах оцениваются этим способом довольно точно (погрешность $\delta c < 7\%$ при $sr < 0.05$). Однако анализ водных растворов (имитатов сточных вод) в интервале сAr от 0.1 до 50 мг/л ведет к $\delta c > 50\%$ отн. Результаты оценки сAr в имитатах и сточных водах оказываются заниженными, что в основном связано с потерями аренов в ходе пробоподготовки.

Реализуя второй (более точный) способ, измеряют оптические плотности экстракта в области 240-280 нм при 7 длинах волн. Величину сAr находят методом множественной линейной регрессии без пересчета на Хст. Многомерные градуировки строят, используя экстракты из 25 имитатов (обучающая выборка) и проводя их через все операции пробоподготовки, что позволяет снизить влияние потерь. При сAr > 1 мг/л погрешности анализа имитатов из тест-выборки не выше 20 % при $sr < 0.12$. Продолжительность анализа - 1 ч. Методика проверена в анализе сточных вод предприятий разного профиля. Полученные результаты согласуются с результатами хроматографического анализа тех же проб.

²Для спектрометрического определения суммарного содержания (C_{Σ}) однотипных веществ можно применять многомерные градуировки, связывающие обобщенные сигналы ($A_{\Sigma j}$), измеренные при разных длинах волн (λ_j) с концентрациями этих аналитов (C_i) и их коэффициентами поглощения (k_{ij}). Такие градуировки традиционно используют для раздельного определения аналитов, при этом значения C_i рассчитывают с помощью хемометрических алгоритмов. Для нахождения C_{Σ} следует лишь просуммировать найденные C_i . Несмотря на простоту этого варианта группового анализа, он применяется редко, а его возможности не изучены. Не ясно, как зависит точность оценки C_{Σ} от числа аналитических длин волн (АДВ), количества эталонов и других факторов. Цель данного исследования – получение соответствующей информации на примере модельных смесей аренов.

Спектры поглощения смесей аренов регистрировали в области 230-280 нм, где эти спектры аддитивны. Анализировали 55 гексановых растворов, содержащих от 3 до 6 аренов (суммарно 0.1–0.5 мг/см³). Формируя матрицу коэффициентов поглощения индивидуальных аренов, учитывали качественный состав модельных смесей. Значения C_i находили методом MLR (прямая градуировка). При достаточно большом числе АДВ найденные значения C_i для аренов, отсутствующих в пробе, были близки к 0, а для присутствующих – к действительным значениям C_i . Суммирование найденных C_i давало приблизительно правильные оценки C_{Σ} ($\pm 5\%$). При этом единичные погрешности группового анализа были, как правило, меньше погрешностей определения компонентов смеси. Усложнение модели (введение «лишних» эталонов и увеличение числа АДВ) не снижало точность результатов группового анализа, а упрощение модели вело к росту погрешностей. Если же для формирования модели использовали лишь наиболее типичные эталоны, значения k_{ij} которых охватывают весь диапазон возможных значений k_{ij} , наличие в пробе компонентов, не учитываемых упрощенной моделью, не приводило к заметному росту погрешностей.

Принято к публикации 15.06.2021 г. в Журнал аналитической химии, 2022, т.77, № 1.

¹Антонова Т.В., к.х.н.; Вершинин В.И., д.х.н., профессор, vyvershinin@yandex.ru; Власова И.В., д.х.н., зав. кафедрой; ²Власова И.В., д.х.н., vlaso-iri@yandex.ru; Вершинин В.И.; д.х.н., профессор; (Омский государственный университет, кафедра аналитической химии).

9. Ранее на кафедре аналитической химии ОмГУ для изучения термоокисления подсолнечного масла кислородом воздуха были разработаны два способа спектрофотометрической оценки степени окисленности. Первый способ основан на измерении значений оптической плотности образца в широком диапазоне длин волн и расчете суммарных содержаний окисленных и неокисленных структур методом МЛР с использованием двух наборов коэффициентов поглощения. Второй (упрощенный) способ основан на измерении оптической плотности при 4 длинах волн – в области поглощения исходного масла (202 нм) и в области поглощения окисленных структур (221, 226 и 231 нм). Степень окисленности находят по соответствующим корреляционным уравнениям. В 2021 г. исследования были продолжены. Целью была проверка возможности применения разработанных способов для определения окисленности других растительных масел. Следовало также проверить, применимы ли в этих случаях ранее выведенные уравнения и коэффициенты. Исследовали продукты термоокисления рапсового, виноградного, льняного и подсолнечного масел в течение 3, 6, 9 и 12 часов (растворитель – *n*-гептан). Увеличение длительности термообработки во всех случаях вело к росту поглощения в области 220-235 нм, что свидетельствует о появлении однотипных окисленных структур. Степени окисленности во всех случаях рассчитывали методом МЛР с использованием ранее найденных коэффициентов. В результате 12-часовой обработки степень окисленности рапсового и льняного масла составляет 30-40%, виноградного и подсолнечного – 50-60%.

Проведенные исследования позволили предложить способ экспрессной спектрофотометрической оценки степени окисленности растительных масел, требующий регистрации оптической плотности образца лишь при двух длинах волн (202 и 221 нм). Зависимость степени окисленности (в долях единицы) от отношения оптических плотностей образца описывается регрессией $\alpha_{ox} = 1,8361(A_{221}/A_{202}) - 0,121$. Коэффициент линейной корреляции для всех масел превышает 0,98. Время единичного анализа не превышает 5 мин. Значения α_{ox} , вычисленные экспрессным способом и методом МЛР, различаются не более, чем на 15 % отн.

Власова И.В., д.х.н., зав. кафедрой, vlaso-iri@yandex.ru (Омский государственный университет, кафедра аналитической химии).

10. Проведена хемометрическая обработка результатов целевого (определение аминокислот, карбоновых кислот, стероидных гормонов, полифенольные соединения) и нецелевого метаболического профилирования биологических жидкостей (сыворотка и плазма крови, образцы мочи, культуральная жидкость) с целью классификации анализируемых объектов по принципу «норма – патология».

Проведено определение аминокислот в образцах сыворотки крови больных с диагнозом неалкогольная жировая болезнь печени (НАЖБП). Для предварительного поиска маркеров заболевания проведена статическая обработка данных различными методами. ANOVA: для поиска значимых различий в содержании АК у здоровых пациентов и пациентов с неалкогольной болезнью печени использовался дисперсионный метод (метод Фишера, analysis of variance, ANOVA). Его применяли в двух вариантах: ANOVA1 – образцы разделены на три группы: норма, стеатоз, неалкогольный стеатогепатит; ANOVA2 – образцы разделены на две группы: норма и патология (стеатоз и неалкогольный стеатогепатит). Обработка проводилась с использованием ПО R Studio. На основании проведенных типов статистической обработки установлено, что значительно отличаются между собой образцы нормы и патологий, по содержанию аспарагина, глицина, аланина и пролина образцы с различной степенью данной патологии. Сопоставление с опубликованными в литературе данными указывает на измененное содержание аланина и глицина, что находится в хорошем соответствии с нашими результатами. Однако по аспарагину и пролину подобная информация получена только в наших исследованиях.

Карцова А.А., kartsova@gmail.com (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра органической химии, лаборатория хроматографии).

11. Для упрощения ведения расчетов в лаборатории предложены расчетные формы на базе программы Excel, проведена валидация этих форм.

Хальзова С.А., к.х.н. (лаборатории МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

Метрология и стандартизация анализа

1. Разработан Ассоциацией аналитических центров «Аналитика», внесен Техническим комитетом по стандартизации ТК 325 «Аналитический контроль» и утвержден Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии национальный стандарт *ГОСТ Р 53701— 2021 «Руководство по применению ГОСТ ISO/IEC 17025 в лабораториях, применяющих органолептический анализ»*.

Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий, установленные в ГОСТ ISO/IEC17025 относятся ко всем лабораториям, проводящим испытания и калибровку. При применении ГОСТ ISO/IEC 17025 в конкретных областях возникает необходимость более подробного разъяснения и уточнения установленных требований. Настоящий стандарт разработан с целью обеспечения лабораторий, выполняющих органолептический анализ (оценку), руководящими указаниями по применению ГОСТ ISO/IEC 17025. Требования, установленные в настоящем стандарте, могут применяться органами по аккредитации лабораторий, как дополнительные к требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025. Применение настоящего стандарта должно способствовать сотрудничеству между лабораториями и другими органами по оценке соответствия, а также обмену информацией, опытом и гармонизации стандартов и процедур. Настоящий стандарт содержит основные положения руководства EA (The European co-operation for Accreditation) EA-4/09 Accreditation for Sensory Testing Laboratories.

Болдырев И.В., boldyrev@aac-analitica.ru; Ерошина О.А. к.т.н. eroshina@aac-analitica.ru, (Ассоциация аналитических центров «Аналитика», Москва).

2. *Многоэлементные матричные стандартные образцы состава растительных материалов: современное состояние и перспективы*. В целях сохранения окружающей среды, её безопасности для населения, а также в связи с увеличением объемов трансграничной торговли растёт спрос на достоверные результаты определения в дикорастущих и сельскохозяйственных растениях и разнообразной продукции из них содержания химических элементов (ХЭ), а не только белков, жиров, углеводов, пестицидов, влаги, витаминов и т. п.

Наземные и водное растения, выбранные для изготовления четырёх СО, являются чуткими индикаторами состояния окружающей среды, собраны с незагрязненных территорий вблизи и на оз. Байкал. Описаны

отличия в способах отбора и подготовки материала. Характерные свойства этих материалов, такие как: гранулометрический состав (форма, размеры и распределение частиц по крупности), однородность и минимальная представительная масса пробы, стабильность порошков в условиях естественного старения – изучены в соответствии с российскими и международными требованиями. Исследования выполнены на современных приборах и 12-ю методами анализа. В СО растений установлены содержания более 60 элементов, из которых от 23 до 41 аттестованы способом межлабораторной аттестации при участии от 20 до 38 аккредитованных российских и зарубежных лабораторий. Многоэлементные СО из кластера «Растения» (производитель ИГХ СО РАН) не имеют аналогов в России по типам материала и по числу аттестованных ХЭ. Согласно законодательству РФ они рекомендованы для выполнения химических измерений в области обязательного государственного регулирования при валидации существующих и разработке новых аналитических методик, контроля качества и оценивания прослеживаемости результатов определения широкого круга элементов в растительных материалах разными аналитическими методами, а также профессионального тестирования лабораторий геоэкологических, фармацевтических и сельскохозяйственных организаций.

Образец	Содержание, % мас.				
	С _{общ}	N	O	H	Σ
ЛБ-1	48.0	1.7	40.0	6.4	96.1
Тр-1	42.4	2.2	47.7	6.2	98.5
ЭК-1	35.5	2.3	52.1	5.4	95.3
ХСС-1	49.8	1.4	40.4	6.6	98.2

Тип, наименование и номер в реестре СО			Содержания элементов аттестов.(рекомендов.)
Элодея канадская	ЭК-1	ГСО 8921-2007, СООМЕТ 0065-2008-RU	34(30)
Травосмесь	Тр-1	ГСО 8922-2007, СООМЕТ 0066-2008-RU	38(22)
Лист берёзы	ЛБ-1	ГСО 8923-2007, СООМЕТ 0067-2008-RU	41 (22)
Хвоя сосны сибирской	ХСС-1	PM-2016	28 (30)

Классификация стандартных образцов по типу

растительного материала (информация по открытым данным на 01.03.2020)

– Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы растительных материалов – инструмент обеспечения единства химических измерений // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76. № 2. С. 99-123. DOI: 10.31857/S0044450221020146

– Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы растительных материалов – инструмент обеспечения единства химических измерений в геохимии, экологии, сельском хозяйстве и фармакологии // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 2. С. 33-47. DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-2-33-47

– Шабанова Е.В., Васильева И.Е., Таусенев Д.С., Scherbarth S., Pierau U. Характерные свойства стандартных образцов кластера «Растения» в коллекции ИГХ СО РАН // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 45-61. DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-3-45-610

Васильева И.Е., д.т.н., vasira@igc.irk.ru; Шабанова Е.В., д.ф.-м.н., shv@igc.irk.ru; (Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск, Группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов).

3. Разработка набора стандартных образцов «ПЯТЬ МОЛОЧНЫХ САХАРОВ». Содержание углеводов – один из основных показателей, определяющих пищевую ценность продуктов питания. В организме человека углеводы выполняют функцию источников и аккумуляторов энергии, выступают в качестве регуляторов ряда важнейших биохимических реакций, входят в состав нуклеиновых кислот. К углеводам относят обширный класс органических соединений, содержащих карбонильную группу и несколько гидроксильных групп. В различных продуктах питания углеводы могут быть выражены разными сахарами, например, в молочных продуктах преобладает содержание лактозы, в соковой продукции – фруктозы, в хлебобулочной – преимущественно глюкозы, фруктозы, мальтозы. Кроме того, во многих продуктах присутствует сахароза, как искусственно добавленный сахар.

В соответствии с ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки» содержание углеводов должно быть указано при маркировке пищевых продуктов. Массовые доли углеводов, в том числе сахарозы,

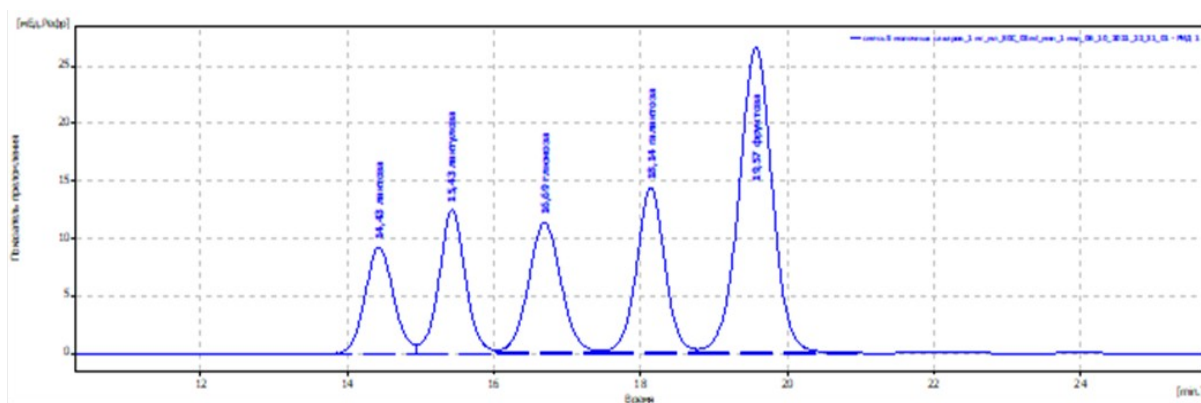
глюкозы, лактозы, установлены в качестве показателей идентификации для ряда молочных продуктов, в том числе для детского питания в ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции». Определение углеводного состава требуется при оценке безопасности пищевой продукции, предназначенной для питания людей с непереносимостью лактозы. В связи с этим допустимые уровни содержания углеводов: лактозы, глюкозы, галактозы также установлены в ТР ТС 027/2012 «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания».

Широкая номенклатура углеводов и разнообразие их свойств обуславливает наличие большого количества методик их идентификации и количественного определения, основанных на различных физико-химических методах (рефрактометрия, титриметрия, поляриметрия, хроматография, ИК спектроскопия и многие другие).

В УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» завершена разработка стандартных образцов моно- и дисахаридов – набор «пять молочных сахаров»

Материал СО	Аттестуемая характеристика	Интервал допустимых аттестованных значений, %	Границы допустимых значений относительной погрешности при $P=0,95$, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределённости и при $k=2$, %
Лактоза моногидрат	Массовая доля основного вещества	от 98,0 до 100,0 вкл.	$\pm 0,5$	0,5
Лактулоза				
Галактоза				
Глюкоза				
Фруктоза				

Аттестованные значения получены по результатам исследований содержания основного вещества прямым титриметрическим методом (прослеживаемость к Государственному вторичному эталону единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1) или методом массового баланса («сто минус сумма примесей»)), предусматривающей использование ГЭТ 173-2017 (Государственного первичного эталона единиц содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах) и ГВЭТ 208-1-2016 (Государственного вторичного эталона единиц органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии). Применение двух подходов для установления аттестованного значения соответствует международным принципам сертификации (аттестации) СО, изложенных в документе ГОСТ ISO Guide 35.



Назначение разработанных СО:

- калибровка, установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) зависимости средств измерений, аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений массовой доли моно- и дисахаридов как в качестве основного компонента, так и в составе органических веществ и материалов;
- контроль метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа;
- идентификация моно- и дисахаридов в составе органических веществ и материалов;

Область промышленности, производства, где преимущественно могут применяться СО «ПЯТЬ МОЛОЧНЫХ САХАРОВ»: химическая, фармацевтическая, пищевая промышленность, научные исследования.

Медведевских М.Ю., к.т.н., lab241@uniim.ru; Собина Е.П., к.х.н., 251@uniim.ru (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», Екатеринбург).

4. *Разработка эталонов сравнения высокочистых веществ бериллия и таллия и стандартных образцов растворов бериллия и таллия.* Таллий и его соединения являются весьма токсичными, предельно допустимая концентрация (ПДК) для воздуха рабочего помещения -0,01 мг/м³, ПДК для воды - 0,0001 мг/л. Бериллий также обладает высокой токсичностью (ПДК для воздуха составляет 0,001 мг/м³, в воде - 0,0002 мг/л). Поэтому разработка эталонов сравнения и стандартных образцов состава растворов таллия и бериллия является крайне важной задачей для метрологического обеспечения измерений таллия, бериллия в объектах окружающей среды, медико-токсикологических исследованиях и др.

Стандартные образцы растворов таллия и бериллия также необходимы для проведения поверки средств измерений (например, ФИФ ОЕИ № 24863-03, № 80377-20, № 68542-17, № 63680-16, № 59606-15, № 52084-12 и др.). В ФИФ ОЕИ отсутствуют сведения о стандартных образцах утвержденных типов состава раствора таллия, сведения о стандартном образце состава раствора бериллия имеются в ФИФ ОЕИ – ГСО 7759-2000. Однако ГСО 7759-2000 обладает недостатками, не позволяющими его применять, в частности для поверки средств измерений, так как при его применении не обеспечивается прослеживаемость поверяемых средств измерений к государственным первичным эталонам. Материал ГСО 7759-2000 расфасован в стеклянные ампулы, и примеси стекла, попадая в раствор, загрязняют его. Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации при P=0,95 составляет ±1 %, поэтому ГСО 7759-2000 не может быть применен при высокоточных измерениях. Аттестованное значение, приведенное в единицах величин массовой концентрации – мг/см³, не может быть пересчитано в единицы массовых долей - %, млн-1, так как не приводится значение плотности стандартного образца состава раствора.

В УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработаны эталоны сравнения высокочистых металлов: таллия (ЭС-1.3-176-057-2020-Tl) и бериллия (ЭС-1.3-176-034-2020-Be) со следующими характеристиками

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение, %	Расширенная неопределённость аттестованного значения
------------------------------	---------------------------	--

		$U (k = 2, P=0,95), \%$
Массовая доля таллия	99,982	0,005
Массовая доля бериллия	99,97	0,05

Аттестованные значения получены по результатам измерений на эталонной установке из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176, реализующей метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Массовая доля основного компонента рассчитана методом массового баланса («сто минус сумма примесей»).

В УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» разработаны стандартные образцы состава растворов таллия и бериллия со следующими метрологическими характеристиками

Индекс СО в наборе	Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности и аттестованного значения СО (P=0,95), %	Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО (k=2; P=0,95), %
Тl-10	Массовая доля таллия	мг/кг	5-15	± 0,5	0,5
Тl-100			80-120		
Тl - 1000			800-1200		
Тl -			800- 12000		

10000					
T1-10	Массовая концентрация таллия	мг/дм ³	5-15	± 0,7	0,7
T1-100			80-120		
T1-1000			800-1200		
T1-10000			8000-12000		

Индекс СО в наборе	Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительно погрешности аттестованного значения СО (P=0,95), %	Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности и аттестованного значения СО (k=2; P=0,95), %
Be-10	Массовая доля бериллия	мг/кг	5-15	± 0,5	0,5
Be-100			80-120		
Be-1000			800-1200		
Be-10000			8000-12000		
Be-10	Массовая концентрация бериллия	мг/дм ³	5-15	± 0,7	0,7
Be-100			80-120		
Be-1000			800-1200		
Be-10000			8000-12000		

Назначение разработанных СО: аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений массовой доли и массовой

концентрации таллия и бериллия; калибровка и поверка средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестация эталонов единиц величин; контроль метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля. Область экономики и сферы деятельности, где планируется применение стандартного образца: научные исследования, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

Мигаль П.В., mig@uniim.ru, Вострокнутова Е.В., VostroknutovaEV@uniim.ru, Собина Е.П., к.х.н., 251@uniim.ru (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», Екатеринбург).

5. Разработаны два стандартных образца (СО) массовой доли водорода, кислорода и азота в материале на основе титана: ИСО 1-1 - титановый сплав типа 2В (ГОСТ 19807-91), ИСО 1-2 титан типа ВТ1-00. СО изготовлены в виде цилиндров высотой не более 7 мм и массой около 0,1 г. аттестованные значения массовой доли элементов установлены путем межлабораторной аттестации с участием 12 компетентных аналитических лабораторий.

Аттестованные значения массовой доли элементов A и расширенная неопределенность аттестованных значений $U_{0,95}(A)$ (в процентах):

Индекс СО	Элемент	A	$U_{0,95}(A)$
ИСО 1-1	Водород	0,0007	0,0001
	Кислород	0,096	0,006
	Азот	0,005	0,001
ИСО 1-2	Водород	0,0070	0,0007
	Кислород	0,081	0,003
	Азот	0,0037	0,0007

Расширенная неопределенность аттестованного значения $U_{0,95}(A) = k \cdot u_c(A)$ получена для суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения $u_c(A)$ и коэффициента охвата $k=2$, соответствующего уровню доверия 0,95, $A \pm U_{0,95}(A)$; соответствует границам абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm \Delta$ для доверительной вероятности 0,95.

СО предназначены для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава материалов на основе титана физико-химическими методами.

<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395291>

Степановских В.В., к.т.н., директор, vstepanovskikh@gmail.com;
Щукина М.Ю., Колпакова Е.К., Хузагалеева Р.К. (ЗАО «Институт стандартных образцов», Екатеринбург).

6. Разработана высокоточная методика измерений содержания основного компонента в йодате калия высокой чистоты методом кулонометрического титрования с относительной расширенной неопределенностью 0,011 % (при коэффициенте охвата $k=2$). Под эгидой Международного Бюро Мер и Весов (МБМВ) проведено международное ключевое сличение измерительных возможностей национальных эталонов, применяемых в национальных метрологических институтах, по количественному определению йодата калия, в котором приняли участие 8 стран – Россия, Китай, Япония, Турция, Словакия, Мексика, Бразилия, Аргентина (шифр сличения на сайте bipm.org/KCDB - CCQM-K 152). Значения относительной расширенной неопределенности результатов измерений участников сличения составили для метода кулонометрического титрования от 0,011 % до 0,097 %, для метода титриметрии - от 0,045 % до 0,33 %. По результатам успешного участия в ключевом сличении в базу данных МБМВ внесена строка калибровочных и измерительных возможностей России по измерению содержания окислителей в йодате калия.

Разработан стандартный образец состава йодата калия ГСО 11713-2021 с аттестованными характеристиками массовой доли йодата калия, йода и кислорода с расширенной неопределенностью от 0,02 % до 0,03 % (при коэффициенте охвата $k=2$). Стандартный образец состава йодата калия обладает свойством метрологической прослеживаемости и предназначен для

применения в химической, фармацевтической промышленности, металлургии, научных исследованиях, а также при испытаниях и контроле качества продукции.

Alena Sobina et al 2020 Metrologia. 58 08005.

<https://iopscience.iop.org/article/10/1088/0026-1394/58/1A/08005>

Собина А.В., sobinaav@uniim.ru; Шимолин А.Ю., alex-shimolin@uniim.ru (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» Всероссийский НИИ метрологии).

7. Предложена методика оценки и компенсации дрейфа матрицы из восьми масс-чувствительных сенсоров в открытой ячейке детектирования для учета влияния внешних факторов с применением ежедневной внутренней стандартизации. Дистиллированная вода предложена в качестве стандарта для биопроб на основе водной матрицы (кровь, конденсат выдыхаемого воздуха, моча и др.). Эффективность методики компенсации дрейфа с учетом стабильности массива сенсоров, оцениваемой по статистическим параметрам, продемонстрирована при классификации биопроб при длительной (более 4-х месяцев) эксплуатации. Предлагаемая методика может быть внедрена в программный алгоритм электронного носа, что повысит корректность принятия решений при длительном мониторинге состояния здоровья человека и животных.

<https://sciforum.net/paper/view/10464>; В рамках гранта РФФ.

Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Шуба А.А., к.х.н., an-mishina@yandex.ru; (Воронежский (государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии); Менжулина Д., darinochka_08@mail.ru (ВДКБ ВГМУ им. Бурденко Н.Н.).

8. Закончена разработка и аттестация стандартного образца (СО) инструментальной высокоуглеродистой нелегированной стали типа У10А (индекс ИСО У7/1). Данную сталь применяют для изготовления инструментов и штампов холодной штамповки. В СО аттестовано 9 элементов.

Аттестованные значения массовой доли элементов A и расширенная неопределенность аттестованных значений $U_{0,95}(A)$ (в процентах):

Элемент	A	$U_{0,95}(A)$
---------	-----	---------------

Углерод	1,018	0,004
Кремний	0,154	0,003
Марганец	0,252	0,003
Хром	0,119	0,002
Никель	0,102	0,001
Сера	0,0160	0,0004
Фосфор	0,0080	0,0003
Медь	0,163	0,002
Азот	0,0091	0,0004

Расширенная неопределенность аттестованного значения $U_{0,95}(A) = k \cdot u_c(A)$ получена для суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения $u_c(A)$ и коэффициента охвата $k = 2$, соответствующего уровню доверия 0,95, $A \pm U_{0,95}(A)$; соответствует границам абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm \Delta$ для доверительной вероятности 0,95. СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава сталей химическими и физико-химическими методами.

<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1394484>

Закончена аттестация повторной партии стандартного образца (СО) металлизированных термически пассивированных окатышей (индекс - P10г). Окатыши производит ОАО «Оскольский электрометаллургический комбинат», для прямого восстановления железа. Аттестация проведена методом межлабораторного эксперимента с участием 15 компетентных аналитических лабораторий России, Украины, Казахстана, Польши. В СО аттестовано 14 компонентов.

Аттестованные значения массовой доли компонентов A и границы абсолютных погрешностей аттестованных значений $\pm \Delta$ для доверительной вероятности 0,95(в процентах):

Компонент	<i>A</i>	$\pm \Delta$
Железо общее	90,9	0,1
Железо металлическое	87,3	0,2
Оксид кремния	4,11	0,03
Оксид кальция	1,65	0,02
Оксид магния	0,30	0,01
Оксид алюминия	0,29	0,01
Углерод	1,72	0,01
Сера	0,0062	0,0004
Фосфор	0,0104	0,0004
Оксид натрия	0,094	0,002
Оксид калия	0,055	0,001
Медь	0,0019	0,0002
Цинк	0,0018	0,0001
Свинец	0,00018	0,00004

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава окатышей металлизированных химическими и физико-химическими методами. Тип ГСО был утвержден ранее:

<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393234>

Закончена разработка и аттестация набора СО для спектрального анализа сталей легированных типов 12Х1МФ, 20ХГНМ, 38Х2Н2МА, 4Х5МФС по ГОСТ 20072-74, ГОСТ 4543-2016, ГОСТ 5950-2000 (ИСО УГ137 - ИСО УГ140). СО выпущены в виде дисков диаметром (38-45) мм, высотой (22-28) мм.

- УГ137 – теплоустойчивая сталь (для деталей, работающих при температурах до 600°C); УГ138 и УГ139 – качественные конструкционные стали общего назначения;
- УГ140 – инструментальная легированная сталь для штампов при горячем деформировании металлов.

В СО аттестованы значения массовой доли следующих элементов: С, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Mo, V, Cu, As.

Аттестованные значения массовой доли элементов А (В процентах)

Индекс СО	С	Si	Mn	Cr	Ni	S
ИСО УГ137	0,12 9	0,205	0,465	0,94	0,096	0,0050
ИСО УГ138	0,19	0,280	0,93	0,50	0,53	0,035
ИСО УГ139	0,36	0,235	0,349	1,31	1,39	0,016
ИСО УГ140	0,39	1,05	0,267	5,00	0,178	0,0023

Индекс СО	P	Mo	V	Cu	As
ИСО УГ137	0,011	0,264	0,167	0,191	0,0089
ИСО УГ138	0,0079	0,156	–	0,114	0,0056
ИСО УГ139	0,0089	0,209	–	0,184	–
ИСО УГ140	0,012	1,29	0,40	0,087	–

Стандартные образцы предназначены для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава сталей легированных спектральными методами.

<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395627>

Разработан стандартный образец концентрата железорудного Оленегорского ГОК (ИСО Р41). Материал стандартного образца приготовлен из концентрата железорудного Оленегорского ГОК (ТУ 07.10.10.132-001-00186743-2017 «Концентрат железорудный АО «Олкон») в виде порошка

крупностью не более 0,1 мм и расфасован в банки с этикетками. Аттестованные значения массовой доли компонентов установлены путем межлабораторной аттестации с участием 27 аналитических лабораторий России, Казахстана, Польши.

Аттестованные значения массовой доли компонентов A и расширенная неопределенность аттестованных значений $U_{0,95}(A)$ (в процентах):

Компонент	A	$U_{0,95}(A)$
Железо общее	68,9	0,1
Оксид железа (II)	29,4	0,1
Оксид кремния	3,89	0,02
Оксид кальция	0,369	0,007
Оксид магния	0,338	0,006
Оксид алюминия	0,209	0,005
Сера	0,188	0,004
Фосфор	0,0046	0,0005
Оксид марганца (II)	0,117	0,002
Оксид титана (IV)	0,019	0,001

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава концентрата железорудного химическими и физико-химическими методами.

Степановских В.В., к.т.н., директор, vstepanovskikh@gmail.com;
Щукина М.Ю., Колпакова Е.К., Хузагалеева Р.К. (ЗАО «Институт стандартных образцов», Екатеринбург).

Общие вопросы пробоотбора

1. Выполнена оценка неопределенности и достоверности пробоотбора сточных вод после биологической очистки. Неопределенность пробоотбора составляет не более 1.5%, а систематическая погрешность незначима.

Хальзова С.А., к.х.н. (лаборатория МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа Воронежской области); Зяблов А.Н., д.х.н., профессор, alex-n-z@yandex.ru (Воронежский государственный университет, кафедра аналитической химии).

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

1. Показано, что температурная зависимость растворимости неорганических соединений (на примере солей) в воде подчиняется линейным рекуррентным соотношениям первого порядка. Выявлен критерий, позволяющий по параметрам таких зависимостей отличать гидратированные соединения от негидратированных.

Показано, что точность теоретической оценки значений тех или иных характеристик аналитов определяется не только дизайном используемых алгоритмов, но и наличием возможных ошибок в массивах справочных данных. Предложен способ контроля, коррекция и, при необходимости, восстановления значений физико-химических свойств органических соединений с использованием рекуррентных зависимостей.

Зенкевич И.Г., д.х.н., профессор, izenkevich@yandex.ru (Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, кафедра аналитической химии, кафедра радиохимии; лаборатория газовой хроматографии; лаборатория ионометрии).

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ

1. Разработан прибор с открытой ячейкой детектирования на основе массива пьезосенсоров для оценки состояния человека и животных по запаху биопроб. Продемонстрирована возможность выделения 17-ти различных состояний человека по запаху кожи рук (зона предплечья) с различной степенью выраженности, включая воспалительные процессы при заболеваниях с применением различных способов визуализации данных массива сенсоров и вербальным описанием состояний. Предложен информативный способ диагностики респираторных заболеваний у телят по сигналам сенсоров при длительном анализе биопроб.

[https://www.thinkmind.org/index.php?view=article&articleid=allensors_2020_2_110_70081;](https://www.thinkmind.org/index.php?view=article&articleid=allensors_2020_2_110_70081)
http://www.iariajournals.org/life_sciences/

Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН, tak1907@mail.ru; Менжулина Д., darinotchka_08@mail.ru; Шуба А.А., an-mishina@yandex.ru; Умарханов Р.У., rus_270487@mail.ru (Воронежский государственный университет инженерных технологий, кафедра физической и аналитической химии).

НАУЧНО-ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СОВЕТА В 2021 г.

Всероссийские мероприятия

Москва, МВЦ Крокус Экспо, 13 – 16 апреля 2021 г.: 19-я Международная выставка лабораторного оборудования и химических реактивов «АналитикаЭкспо 2021».

Новосибирск, 16 – 20 августа 2021 г.: XI-я Научная конференция и школа молодых ученых «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященная 100-летию со дня рождения Иосифа Гершевича Юделевича (АСиДВ-11).

Краснодар – с. Ольгинка, 26 сентября – 02 октября 2021 г.: VI Всероссийский симпозиум с международным участием «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии»

Краснодар – с. Ольгинка, 28 сентября 2021 г.: 45-я Годичная сессия НСАХ РАН (в рамках VI Всероссийского симпозиума с международным участием «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии»).

45-я Годичная сессия НСАХ РАН

28 сентября 2021 г. в рамках VI Всероссийского симпозиума «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» (26 сентября – 02 октября 2021 г., с. Ольгинка Туапсинского района) состоялась очередная 45-я Годичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии. Участие в ее работе приняли около 150 членов совета и участников конференции. Программа сессии включала Вступительное слово председателя совета академика РАН Ю.А. Золотова (печатается отдельно), доклад д.х.н. Д.О. Кирсанова о важнейших научных достижениях российских аналитиков в 2020 г. (на основании материалов отчета совета за 2020 г.), отчет о научно-организационной деятельности совета в 2020 и 2021 гг. ученого секретаря к.х.н. И.Н. Киселевой, доклад зам. ген. директора – начальника управления программ и проектов РНФ А.Н. Блинова «Грантовая поддержка исследований в области химических наук» и сообщение член-корр. РАН В.П. Колотова о IV Съезде аналитиков России (25 сентября – 01 октября 2022 г., г. Москва, Научно-методически центр профсоюзов

работников АПК). На заседании состоялось вручение наград лауреатам молодежных премий совета за 2020 г. к.х.н. В.В. Толмачевой и к.х.н. М.В. Горбуновой (МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии) – за исследование композитов на основе полимеров и наночастиц для концентрирования и определения биологически активных органических соединений, и к.х.н. А.Ю. Шишову (СПбГУ, Институт химии, кафедра аналитической химии) – за применение глубоких эвтектических растворителей в качестве эффективных диспергаторов при проведении дисперсионной жидкостной микроэкстракции.

Присутствующие аплодисментами поздравили академика Ю.А. Золотова с вручением в 2020 г. государственной награды РФ – ордена Александра Невского «За большой вклад в развитие науки и многолетнюю добросовестную работу» и Золотой медали РАН им. Н.С. Курнакова – за цикл работ «Развитие общей методологии аналитической химии».

Д.О. Кирсанов, основываясь на результатах хемометрической обработки количества публикаций и их тематик в высокорейтинговых журналах по аналитической химии, показал, чем живет мировая аналитическая химия и оценил место в ней российских аналитиков, учитывая и данные отчета совета за 2020 г. По количеству публикаций по методам в высокорейтинговых журналах Россия занимает 11-е место по масс-спектрометрии, 13-е - по хроматографии, 16-е по химическим сенсорам, 18-е по электрохимическим методам, 20-е по биосенсорам. На основании анализа тематик исследований в различных направлениях аналитической химии он выяснил, что, например, в масс-спектрометрии преобладают работы по протеинам, синтезу, изучению свойств, в электрохимических методах - исследование электрополимеров, воды, наночастиц и т.д. Автор доклада считает, что в целом, у нас все неплохо, аналитическая химия в России развивается в соответствии с мировыми тенденциями: впереди масс-спектрометрия, спектроскопия ГКР (SERS), исследования биологических объектов.

И.Н. Киселева перечислила мероприятия, организованные советом, его комиссиями и отделениями в 2020 г. В Саратове с 12 по 28 февраля на базе Института химии Саратовского университета состоялся 12 Зимний симпозиум по хемометрике (The 12th Winter Symposium on Chemometrics, WSC-12, 55 участников); в Москве с 23 по 26 сентября в МВЦ КрокусЭкспо прошла 18-я Международная выставка «АналитикаЭкспо 2020», на которой д.х.н. Б.К. Зуев провел семинар «Газовые сенсоры в аналитической химии». С 27 сентября по 3 октября в с. Ольгинка под Туапсе была проведена IV

Всероссийская конференция «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» (170 участников). В рамках конференции состоялась 44-я Годичная сессия совета. В Казани с 16 по 20 ноября была организована X Юбилейная всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа ЭМА 2020 (63 участника). В 2021 г. С 13 по 16 апреля в Москве в Крокус-Экспо состоялась очередная 19-я международная выставка «АналитикаЭкспо 2021», в научную программу которой были включены два семинара, организованные советом: «Аналитические методы подтверждения эффективности и безопасности фармацевтических препаратов» (ведущий д.х.н., Григорий Борисович Голубицкий) и "Определение лекарственных веществ в медицинских объектах" (ведущий д.х.н. Александр Игоревич Ревельский). В конце августа в Новосибирске успешно прошла 11-я Научная конференция и школа молодых ученых «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященная 100-летию со дня рождения Иосифа Гершевича Юделевича, перенесенная из-за пандемии с августа 2020 г. на 2021 г. VI Всероссийский симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» состоялся с 26 сентября по 2 октября в с. Ольгинка (около 300 участников).

А.Н. Блинов, заместитель генерального директора, начальник управления программ и проектов РФФ, свое выступление начал с информации о ежегодных суммах грантовой поддержки фундаментальных и поисковых научных исследований. Так, в 2020 г. эта сумма составила 21 млрд руб. 15,9% от нее были выделены на направление «Химия и науки о материалах». Основными условиями конкурсов РФФ являются квалификация руководителя (8 публикаций в WoS и/или SCOPUS за 5 лет), обязательства взамен грантов (8 публикаций в WoS и/или SCOPUS за время выполнения работы), доля молодых исследователей не менее 50%. Размер гранта 4 – 7 млн руб. ежегодно, срок выполнения – 3 года с возможностью продления еще на 2 года. Коллектив 4 – 10 исследователей. Поддерживаются международные исследовательские коллективы. Существует президентская программа «Проведение фундаментальных научных исследований и поисковых научных исследований по поручениям Президента РФ». С 2022 г. начинают работать конкурсы «Проведение фундаментальных научных исследований и поисковых научных исследований малыми научными группами», а также региональные конкурсы. С момента подачи заявки до получения средств гранта проходит около полугода. Функционирует многоуровневая компетентная экспертиза заявок, состав экспертов ежегодно

обновляется. С условиями всех конкурсов можно ознакомиться на сайте рнф.рф.

В.П. Колотов – один из сопредседателей IV Съезда аналитиков России, напомнил присутствующим о трех предыдущих съездах, в которых приняли участие 464 человека (2010 г.), более 400 человек (2013 г.) и 391 человек (2017 г.), о конференциях и симпозиумах, вошедших в их программы. Следующий, IV Съезд аналитиков России планируется провести с 25 сентября по 1 октября 2022 г. в Москве, Научно-методическом центре профсоюзов работников АПК. В программу съезда будут включены конференции «Аналитика России» (спектроскопические, масс-спектрометрические, электрохимические и биохимические методы, анализ объектов, общие вопросы аналитической химии), «Экоаналитика», «Хроматография: теория и аналитическое применение», «Рентгеновские методы анализа», Симпозиум по преподаванию аналитической химии и подготовке кадров высшей квалификации, Симпозиум по аналитическому приборостроению, 46-я Годичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии, круглые столы, лекции, культурная программа.

Заседание закончилось признанием отчета совета за 2020 г. удовлетворительным и его утверждением.

И.Н. Киселева

**Вступительное слово
председателя Научного совета РАН по аналитической химии
академика РАН Ю. А. Золотова на Годичной сессии
28 сентября 2021 г.**

Дорогие коллеги! Я держу в руках отчет научного совета за 2020 год; это многостраничный документ, в нем много интересного. Приятно сознавать, что несмотря на пандемию, на изоляцию, исследования и разработки не только продолжались, но и дали многочисленные полезные результаты. Надо еще помнить, что в отчет совета попадает не все, что делается в стране в области аналитической химии. Несмотря на пандемию, проведены две крупные конференции – IV Всероссийская конференция «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» (27 сентября – 2 октября 2020 г.) и XI Научная конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока» в Новосибирске (16-20 августа 2021г.). Защищено несколько

докторских диссертаций (А.Ю. Богомолов, А.З. Темердашев, Н.В. Ульяновский).

Из событий более широкого плана надо с удовлетворением отметить, что в декабре 2020 г. наконец принят закон, в значительной степени возвращающий аспирантуру к тому статусу, который она имела до 2012 г., когда был принят Закон об образовании. С аспирантурой было бы совсем хорошо, если бы стипендия аспирантов увеличилась бы, скажем, в 5 раз.

Высшую школу ждет очередная организационная лихорадка: вместо системы бакалавриата и магистратуры, да и специалитета, предполагается внедрить так называемую систему 2+2+2.

Уходящий год был богат на юбилеи. 90 лет исполнилось создателю электротермической атомной абсорбции Борису Владимировичу Львову. 85-летний юбилей отметили: один из самых крупных наших хроматографистов Яков Иванович Яшин; Игорь Александрович Ревельский, внесший значительный вклад в масс-спектрометрию, а также специалист по органическим реагентам и экоанализу Юрий Маркович Дедков и энтузиаст искусственного интеллекта в приложении к расшифровке структур органических соединений Михаил Евгеньевич Эляшберг. 80 лет исполнилось члену-корреспонденту РАН, заместителю председателя нашего совета Борису Яковлевичу Спивакову, а также Владимиру Витальевичу Кузнецову, долгое время возглавлявшему кафедру аналитической химии РХТУ им. Д.И. Менделеева. Профессора Вячеслав Исаакович Вершинин (Омск), Михаил Иванович Дегтев (Пермь) и Владимир Матвеевич Грузнов (Новосибирск) прошли 75-летний рубеж. 70-летие отметили директор Института аналитического приборостроения В.Е. Курочкин, ведущий специалист по тонкослойной хроматографии В.Д. Красиков (оба из Петербурга), бывший декан федерального университета в Красноярске С.В. Качин и специалист по анализу стали академик К.В. Григорович. Свои 65 лет оставили позади З.А. Темердашев, А.М. Долгонос, А.Б. Волынский, 60 лет – М.К. Беклемишев, Г.Б. Голубицкий, И.А. Буряков, П.К. Суханов. С.Ю. Доронину исполнилось 50 лет. Юбилей отметили Э.Р. Оскотская, Л.А. Карцова, С.В. Курбатова, Г.Б. Слепченко, И.И. Занозина, И.Ю. Горячева.

Поздравляем всех юбиляров, желаем им здоровья, благополучия и успехов.

К глубокому сожалению, научный совет понес серьезные потери. 7 ноября 2020 г. ушла из жизни Валентина Павловна Фадеева, заведовавшая аналитической лабораторией Новосибирского института органической химии. 1 февраля мы потеряли Римму Кузьминичну Чернову, которая более

сорока лет заведовала кафедрой в Саратовском государственном университете. 8 февраля 2021 г. скончался крупный хроматографист Виктор Григорьевич Березкин. 5 апреля не стало Юрия Степановича Другова, автора огромного числа руководств по анализу объектов окружающей среды. 14 июля ушел из жизни выдающийся ученый, заместитель председателя научного совета Юрий Александрович Карпов. Академик Карпов долгие годы заведовал аналитическим отделом Гиредмета, был президентом ассоциации «Аналитика», главным редактором журнала «Заводская лаборатория. Диагностика материалов».

Сообщество аналитиков объединяется не только научным советом. Есть Всероссийское масс-спектрометрическое общество (ВМСО), Хемометрическое общество, ассоциация «Аналитика», ассоциация судебно-химических экспертов (правда, многие члены этих и других объединений одновременно являются и членами нашего совета, во всяком случае все руководители). ВМСО проводит свои съезды и конференции, Хемометрическое общество – зимние симпозиумы по хемометрике, ассоциация «Аналитика» собирает аналитиков–практиков ежегодно в апреле. Все это очень хорошо. В апреле каждого года организуется выставка «Аналитика Экспо», партнером которой является наш научный совет.

Издательства стали больше переводить хорошие иностранные книги, особенно по прикладному анализу (например, петербургское издательство «Профессия») или типа учебных пособий и справочников; хуже обстоит дело с монографиями: издательства боятся, что на них будет малый спрос. В Советском Союзе государство брало расходы на себя, издательства, особенно издательство «Мир», во многом способствовали развитию нашей науки, выпуская книги с переднего края науки мировой.

А мы должны стремиться к тому, чтобы быть на переднем крае.

XI Научная конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока»

XI Научная конференция и школа молодых ученых «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященная 100-летию со дня рождения Иосифа Гершевича Юделевича (АСиДВ-11), прошла в Новосибирске с 16 по 20 августа 2021 г. Организаторы конференции – Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Научный совет РАН по

аналитической химии, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН.

Научная программа конференции охватила следующие научные направления:

- Методы атомно-спектрометрического анализа;
- Масс-спектрометрические методы;
- Рентгеноспектральные и ядерно-физические методы;
- Хроматографические методы;
- Электрохимические методы анализа;
- ИК и КР- спектроскопия;
- Новые аналитические приборы;
- Способы и системы пробоподготовки;
- Анализ новых материалов и наносистем;
- Анализ геологических, биологических, природных и медицинских объектов;
- Хемометрика и метрология в анализе

В программе конференции были пленарные лекции, ключевые доклады, устные и стендовые доклады. Конференция собрала 199 участников, из них 125 приняли очное участие, было сделано 4 онлайн сообщения.

Профессор Иосиф Гершевич Юделевич

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

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



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

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

В юбилейном 2020 году Сибирское отделение Научного совета РАН по аналитической химии совместно с Институтом неорганической химии им. А.В. Николаева издало тематический сборник, посвященный юбилею со дня рождения И.Г. Юделевича, материалы которого можно найти по ссылке:

<http://niic.nsc.ru/science/conferences-inx/826-conferences-2020/3387-materialy-konferentsii-analitika-sibiri-i-dalnego-vostokma>

VI Всероссийский симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии»

С 26 сентября по 2 октября 2021 г. в с. Ольгинка Туапсинского района Краснодарского края проходил VI Всероссийский симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии». Симпозиум был организован Министерством науки и высшего образования РФ, Научным советом РАН по аналитической химии, Институтом геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, Московским государственным университетом им. М.В. Ломоносова и Кубанским государственным университетом. В работе симпозиума участвовали 312 человек, из них 142 молодых ученых (школьников, студентов, магистров, аспирантов и молодых сотрудников), а также 4 специалиста из Белоруссии и Казахстана. Были представлены 68 организаций из 34 городов – 25 вузов, 13 академических институтов, а также отраслевых научно-исследовательских институтов, предприятий и организаций реального сектора экономики. Самые многочисленные делегации были представлены учеными из Москвы и Московской области (137), Краснодара (39), Санкт-Петербурга (36), Казани (9), Саратова (8) и Воронежа (8 человек). Свои экспозиции представили 14 фирм-производителей и поставщиков аналитического оборудования.

Обсуждались теория и методология разделения и концентрирования; различные методы разделения (сорбция, экстракция, электрохимические, мембранные методы и др.); концентрирование, в том числе с использованием наночастиц и наноструктур, для определения веществ методами спектроскопии, хроматографии, электрофореза и т.п.; практическое применение в аналитической химии и лабораторной радиохимии; приборы, автоматизация, компьютеризация. Заслушаны 10 пленарных лекций, 16 приглашенных главных секционных и 44 секционных доклада, сделаны 228 стендовых сообщений. Можно отметить приветствия сопредседателя

Оргкомитета д.х.н. Г.И. Цизина и чл.-корр. РАН С.Н. Калмыкова, доклады председателя НСАХ РАН академика РАН Ю.А. Золотова “О состоянии и тенденциях развития аналитической химии”, д.х.н. Р.Х. Хамизова и д.х.н. А.М. Долгоносова “Наноиониты. Свойства и возможности применения в аналитической химии”, чл.-корр. РАН С.Н. Калмыкова “Методы концентрирования и разделения радионуклидов в ядерном топливном цикле нового поколения”, чл.-корр. АН РБ В.Н. Майстренко и Ю.А. Яркаевой “Новые хиральные материалы для дискриминации и определения энантиомеров в вольтамперометрических сенсорах”, д.х.н. П.С. Федотова, к.х.н. М.С. Ермолина, к.х.н. А.И. Иванеева и члена-корр. РАН Б.Я. Спивакова “Разделение и анализ наночастиц окружающей среды: современные методы и подходы”, д.х.н. Г.А. Евтюгина и к.х.н. А.В. Порфирьевой “Электрохимический анализ органических соединений в водно-органических и дисперсионных средах”, д.х.н. Х.З. Брайниной, д.х.н. Н.Ю. Стожко, к.х.н. М.А. Бухариновой и д.х.н. Л.Г. Гальперина “Электродные процессы на наночастицах: математическое моделирование и эксперимент”, д.х.н. П.Н. Нестеренко “Технология сухих пятен крови. Современное состояние и перспективы”, Р.Х. Дженлода, д.х.н. В.М. Шкинева и чл.-корр. РАН Б.Я. Спивакова “Ультразвуковые стоячие волны в анализе различных объектов”, д.х.н. С.Г. Дмитриенко, д.х.н. В.В. Апяри, к.х.н. В.В. Толмачевой и к.х.н. М.В. Горбуновой “Жидкофазное микроэкстракционное концентрирование органических соединений”, д.х.н. Д.О. Кирсанова, Ю.С. Савосиной, М.С. Агафоновой-Мороз, к.х.н. А.В. Легина и к.х.н. В.А. Бабаина “Он-лайн контроль экстракционного процесса разделения компонентов ОЯТ с помощью потенциометрических мультисенсорных систем”, чл.-корр. РАН В.П. Колотова, А.В. Жилкиной, к.х.н. Е.А. Захарченко, к.х.н. Д.Н. Догадкина, В.Е. Огнева, Д.А. Тюрина и А.О. Хлуднева “Углеродные наноматериалы для концентрирования редкоземельных элементов: определение сверхнизких концентраций РЗЭ в ультраосновных геологических породах методом МС-ИСП”, А.А. Фурлетова, д.х.н. В.В. Апяри, П.А. Волкова, д.х.н. С.Г. Дмитриенко и академика РАН Ю.А. Золотова “Сорбционный способ получения и аналитические возможности нового композитного материала на основе пенополиуретана, модифицированного треугольными нанопластинами серебра”, д.х.н. Е.И. Савельевой “Новые тенденции в разделении и концентрировании при анализе биомедицинских проб”, д.х.н. А.В. Пирогова, Е.С. Марковой, к.х.н. М.В. Попика и чл.-корр. РАН О.А. Шпигуна “Пассивные сорберы на основе углеродных материалов и их анализ для оценки нефтегазоносности пород”, д.х.н. В.В. Милютина, к.х.н. Н.А.

Некрасова и В.О. Каптакова “Сравнительная оценка сорбционных характеристик различных сорбционных материалов по отношению к радионуклидам цезия и стронция”, д.х.н. Г.И. Цизина и к.х.н. М.А. Статкуса “Пористый графитированный углерод для разделения и концентрирования гидрофильных органических веществ”, к.х.н. Д.С. Косякова “Сверхкритические флюидные технологии разделения и концентрирования в аналитической химии”, Ж.В. Арутюнян, А.С. Семеновой, Т.А. Червонной, к.х.н. Т.Н. Мусориной и к.х.н. А.З. Темердашева “Оптимизация техники DLLME при ВЭЖХ-определении ПАУ в поверхностных водах”, к.х.н. Е.А. Захарченко, А.В. Жилкина, В.Е. Огнева, к.х.н. Д.Н. Догадкина, В.И. Казина, О.А. Хлуднева и чл.-корр. РАН В.П. Колотова “Сорбционные свойства углеродных наноматериалов различного типа и их модификаций по отношению к широкому спектру элементов: исследование методом МС-ИСП и возможности их аналитического применения”.

В рамках симпозиума проведена 45-годовая сессия Научного совета РАН по аналитической химии.

Участники отмечали, что симпозиум внес вклад в развитие фундаментальных и прикладных исследований в области методов разделения и концентрирования, в укрепление связей вузовской и академической науки, научных центров, в повышение уровня подготовки специалистов в области химико-аналитического контроля. Участники признали симпозиум успешным, научную программу выполненной полностью; отметили высокий уровень докладов; выразили благодарность оргкомитету, Кубанскому университету и ОК “Орбита” за организацию и проведение симпозиума; признательность организациям, оказавшим финансовую поддержку симпозиуму, – ООО “НКЦ “ЛАБТЕСТ”, ООО “Физлабприбор”, ООО “Брукер”, компании “Merck”, ООО “СокТрейд Ко”, ООО “Метром РУС”, ООО “НПО “Спектрон”, АО “БиоХимМак СТ”, ЗАО СКБ “Хроматэк”, ООО “Энерголаб”, ООО “ЭКРОСХИМ”, компании “ГАЛАХИМ”, группе компаний “Бентонит”, ООО “АВРОРА”.

З.А. Темердашев, Г.И. Цизин

Бюро совета

Из-за пандемии коронавируса бюро в полном составе в 2021 г. не собиралось. Было проведено два заседания в он-лайн формате: одно было

посвящено выборам лауреатов премий совета за 2020 г., второе - вопросам организации 4-го Съезда аналитиков России, проведение которого намечено на сентябрь 2022 г.

Работа комиссий и отделений совета в 2021 г.

ААЦ «Аналитика». Д.х.н. [В.Б. Барановская](#) избрана Президентом Ассоциации аналитических центров России [«Аналитика»](#). Ассоциация более 30 лет объединяет специалистов в области прикладной аналитической химии и работает под эгидой Научного совета РАН по аналитической химии.

Продолжает работу Орган по аккредитации ААЦ «Аналитика». В 2021 году пройдена оценка со стороны Азиатско-Тихоокеанского сотрудничества по аккредитации (APAC), по результатам которой статус ААЦ «Аналитика» как участника многостороннего соглашения о признании подтвержден до 2024 года. Завершён переход российских лабораторий на новую версию международного стандарта ИСО/МЭК 17025:2017 года.

Действующую, международно признанную аккредитацию имеют 338 аналитических лабораторий, 11 производителей стандартных образцов и 12 провайдеров проверок квалификации. Сведения об аккредитованных провайдерах проверок квалификации опубликованы на сайте Азиатско-Тихоокеанского сотрудничества по аккредитации (APAC).

В связи с принятием в 2020 году Международной организацией по аккредитации (ILAC) обновлённой Политики по метрологической прослеживаемости результатов измерений (ILAC P10) ААЦ «Аналитика» пересмотрела и обнародовала собственную Политику по обеспечению метрологической прослеживаемости, которая в настоящее время внедряется в лабораториях. Также в прошедшем году была пересмотрена Политика ИЛАК по неопределённости в калибровке (ILAC P14). Переводы документов ILAC размещены в открытом доступе на официальном сайте ААЦ «Аналитика».

Ассоциацией аналитических центров «Аналитика» разработаны *учебные курсы по повышению квалификации и проведены следующие обучающие семинары для специалистов по аналитической химии и метрологии химического анализа* <https://aac-analitica.ru/education.html>

-Неопределенность и метрологическая прослеживаемость результатов измерений.

-Оценка однородности, стабильности и характеристика при производстве стандартных образцов и образцов для контроля.

По окончании обучения выдается свидетельство о повышении квалификации государственного образца.

Рабочая группа по истории и методологии аналитической химии.
Опубликованы статьи

- Золотов Ю.А. *Методологические аспекты аналитической химии.* Журн. аналит. химии. 2021. Т. 76, № 1. С. 5–19.

- Золотов Ю.А. *О создании Института аналитической химии Академии наук.* Журн. аналит. химии. 2021. Т. 76, № 12. С. 1146–1151.

- Золотов Ю.А. *Докторские диссертации по аналитической химии. В кн.: Естественное образование: проблемы аттестации химиков. Под ред. Г.В. Лисичкина (Методический ежегодник химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова, Т.17). М.: Изд-во МГУ. 2021. С. 8–22.*

- Рыбакова Е.В. *История возрождения хроматографии. Работы Лазло Цехмейстера и его роль в развитии хроматографии.* Журн. аналит. химии. 2021. Т. 76, №6. С. 561–572.

Комиссия по информационной поддержке совета постоянно обновляет информацию на сайте совета о мероприятиях, проводимых советом, о событиях и мероприятиях в области аналитической химии в России, о деятельности Журнала аналитической химии.

Комиссия по методам разделения и концентрирования совместно с кафедрой аналитической химии Кубанского государственного университета подготовила и провела VI Всероссийский симпозиум «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» с международным участием, который прошел в с. Ольгинка Туапсинского р-на в пансионате «Орбита» с 26 сентября по 2 октября 2021 г.

Центральное отделение подготовило и провело два семинара на 19-ой Международная выставка «АналитикаЭкспо-2021» в КВЦ «Крокус Экспо» (Москва, 13 – 16 апреля 2021 г.):

- Аналитические методы подтверждения эффективности и безопасности фармацевтических препаратов (ведущий д.х.н. Г.Б. Голубицкий);

- Определение лекарственных веществ в медицинских объектах (ведущий д.х.н. А.И. Ревельский).

Центрально-Черноземное отделение

Кафедра аналитической химии и научно-образовательный центр «Иониты и мембраны» Воронежского государственного университета организовали и провели 12 - 13 мая 2021 г. Всероссийскую школу-семинар «Сорбция и хроматография» с международным участием, посвященную 110-летию со дня рождения профессора Мелешко Валентина Пименовича. Число участников: 32.

Приволжское отделение

В Волгоградской области на ООО «Модус» запущено новое производство медицинского кислорода. Производственные площадки компании расположены в Волгограде, Камышине и Михайловке. Чтобы наладить выпуск медицинского кислорода, предприятие инвестировало порядка 10 млн. рублей. Теперь «Модус» отгружает 750 баллонов медицинского кислорода в сутки, которые поставляются в медучреждения региона. Оказана практическая помощь ООО «Модус» (г. Волгоград) по организации работы лаборатории по контролю качества кислорода медицинского (сжатого, в баллонах), а также по освоению методик анализа и оформлению результатов измерений. Накопленный в лаборатории опыт передается в лаборатории филиалов в г. Камышине и г. Михайловке Волгоградской области. (Гончаров Ю.А.)

На Волгоградском алюминиевом заводе проводятся консультации работников отделения водоподготовки по выполнению анализов воды и пара, пробы которых отобраны на разных участках котельной утилизационного комплекса предприятия, а также оказывается помощь в освоении и запуске новых аналитических приборов для анализа воды и пара (Гончаров Ю.А. ygoncharov@mail.ru).

Северо-Кавказское отделение совместно с Комиссией по методам разделения и концентрирования подготовили и провели VI Всероссийский симпозиум с международным участием «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии (Краснодар – с. Ольгинка Туапсинского района, 26 сентября - 1 октября 2021 г.).

Уральское отделение провело ряд мероприятий:

- Екатеринбург, Уральский государственный экономический университет, 20 мая 2021 г.: IV Международная научно-практическая конференция молодых ученых, аспирантов, студентов и преподавателей «Экологическая безопасность в техносферном пространстве». *Организаторы* Уральский государственный экономический университет (УрГЭУ) совместно с Российским государственным профессионально-педагогическим университетом (РГППУ) и Уральским отделением Вольного экономического общества России. *Число участников* 72 человека;

- Екатеринбург, Уральский государственный экономический университет, 3 декабря 2021 г.: X Межвузовская олимпиада по химии среди студентов нехимических специальностей и направлений подготовки. *Организаторы* - Уральский государственный экономический университет и Российский государственный профессионально-педагогический университет;

- Ижевск, Удмуртский государственный университет. октябрь 2021 г.: Курсы повышения квалификации для химико-аналитических лабораторий по теме «Система менеджмента качества испытательной лаборатории. Новая версия стандарта ГОСТ ИСО/МЭК 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Риск-ориентированный подход (риск-ориентированное мышление, управление рисками, оценка рисков в лаборатории)». *Организаторы* (в том числе от НСАХ РАН) - ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет». *Число участников* 12 человек.

Сибирское отделение провело в Новосибирске с 16 по 20 августа XI Научную конференцию и школу молодых ученых «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященную 100-летию со дня рождения Иосифа Гершевича Юделевича (АСиДВ-11). *Организаторы* - Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Научный совет РАН по аналитической химии, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН. *Число участников*: 199, из них 125 приняли очное участие.

Семинары

Московский семинар по аналитической химии – 1 заседание

План работы совета

2022 г.

- **28 февраля – 4 марта 2022: The 13th Winter Symposium on Chemometrics** (в он-лайн формате). Организаторы: Российское хемометрическое общество, Химический факультет МГУ . Ответственный Сушков Николай Иванович, кафедра лазерной химии, wsc13@chemometrics.ru ;
- **Москва, МВЦ Крокус Экспо, 19 – 22 апреля 2022 г.:** 20-я Международная выставка «АналитикаЭкспо 2022».
- **Москва, НМЦ профсоюзов работников АПК, 25 сентября – 01 октября 2022 г.:** IV Съезд аналитиков России (К Юбилею Ю.А. Золотова);

2024 г.

- **Екатеринбург, май-июнь 2024 г.:** XI Всероссийская конференция по электрохимическим методам анализа «ЭМА-2024». Организаторы: Комиссия по электрохимическим методам анализа НСАХ РАН; Уральское отделение РАН; Химико-технологический институт Уральского федерального университета (УрФУ) имени Б.Н. Ельцина

Работа комиссий и отделений совета в 2022 г.

Комиссии совета будут заняты подготовкой IV Съезда аналитиков России (Москва, 25 сентября – 1 октября 2022 г.)

IV Съезд аналитиков России (Москва, поселение «Московский» НМЦ профсоюзов работников АПК, 25 сентября – 1 октября 2022 г.).
Организаторы: НСАХ РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, ИОНХ РАН, ААЦ «Аналитика». Компания «Невер Слип». ГЕОХИ РАН.

В программе съезда:

- Конференция «Аналитика России: спектроскопические методы (без рентгеновских), масс-спектрометрические методы, электрохимические методы, биохимические методы, анализ конкретных объектов (без

экологических) и определение важнейших аналитов, общие вопросы аналитической химии (метрология, хемометрика, наноаналитика, проточный анализ, автоматизация и др.)

- Конференция по рентгеновским методам анализа
- Конференция «Хроматография: теория и аналитическое применение»
- Конференция «Экоаналитика»
- Конференция «Нефть и нефтепродукты как объекты аналитического контроля и научных исследований
- Симпозиум по преподаванию аналитической химии и подготовке кадров высшей квалификации
- Симпозиум по аналитическому приборостроению
- Симпозиум «Актуальные вопросы качества химического анализа и аккредитации лабораторий»
- 46-я Годичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии
- Круглые столы, выставки приборов и книг, лекции, конкурсы, культурная программа

Обращаться : ученый секретарь Съезда Широкова Валентина Ивановна analystscongress@geokhi.ru; Тел. (495) 939-70-13
Сайт съезда <http://analystscongress.ru>

Центральное отделение организует два семинара в рамках научной программы 20-ой Международной выставки «АналитикаЭкспо 2022»

- Современные масс-спектрометрические методы для биомедицинских исследований (Ведущий – д.х.н. Родин И.А., МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра аналитической химии);
- Аналитический контроль нефти и нефтепродуктов (Ведущие – д.х.н. Марютина Т.А. (ГЕОХИ РАН) и к.х.н. Новиков Е.А.(РГУ нефти и газа (НИТУ) им. И.М. Губкина).

Уральское отделение планирует провести следующие мероприятия

- Екатеринбург, май 2022г.: V Международная научно-практическая конференция молодых ученых, аспирантов, студентов и преподавателей «Экологическая безопасность в техносферном пространстве». *Организаторы*- Уральский государственный экономический университет совместно с Российским государственным профессионально-педагогическим университетом (РГППУ);
- Екатеринбург, декабрь 2022 г.: XI Межвузовская олимпиада по химии среди студентов нехимических специальностей и направлений подготовки.

Организаторы - Уральский государственный экономический университет и Российский государственный профессионально-педагогический университет;

- Екатеринбург, 13-16 сентября 2022 г.: V Международная научная конференция "Стандартные образцы в измерениях и технологиях".

Организаторы - Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (НМЦ ГССО), Уральский научно-исследовательский институт метрологии (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева»); соорганизатор – Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт). *Ответственный* - зав. отделом ГССО УНИИМ Кремлева Ольга Николаевна, тел +7 343 350-60-68, E-mail:kremleva@uniim.ru. Предполагаемое число участников – 200;

- Ижевск, Удмуртский государственный университет, в течение года: Курсы повышения квалификации для химико-аналитических лабораторий по темам:

- Химико-аналитические работы по исследованию молока и молочной продукции - 72 часа;

- Основы лабораторного дела - 72 часа;

-Техника выполнения аналитических работ специалистами по контролю качества веществ и материалов.

Организаторы (в том числе от НСАХ РАН) ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет». *Ответственный* - Трубачева Лариса Викторовна, зав. кафедрой фундаментальной и прикладной химии Института естественных наук, (912) 689-25-09, trub12@mail.ru. Предполагаемое число участников 12-20 человек.

Сибирское отделение планирует организацию и проведение семинаров и курсов повышения квалификации на базе ИНХ СО РАН и кафедры аналитической химии НГУ.

КНИГИ

1. Ю.А. Золотов. Объединения химиков в Академии наук. К 300-летию Российской академии наук (Книжная серия ИОНХ РАН). М.: ТЕХНОСФЕРА. 2021. 150 с.

В этой небольшой книге рассмотрены история и современное состояние структурных подразделений и общественных организаций, объединявших и объединяющих химические учреждения Академии наук, членов академии – химиков и химиков независимо от места их работы. Основное внимание уделено химическим отделениям самой Академии.

Книга представляет интерес для химиков различного профиля, студентов и аспирантов химических специальностей.

2. Ю.А. Золотов. Очерки российской химии. М.: Наука. 2021. 156 с.

3. Методы и достижения современной аналитической химии. Под ред. В.И. Вершинина. 2-е изд, стер. Изд-во ЛАНЬ. 2021. 588 с.

Учебник подготовлен ведущими специалистами ряда университетов РФ в соответствии с Федеральными государственными образовательными стандартами по направлению «Химия» (подготовка магистров и кадров высшей квалификации). В форме курса лекций изложены принципы и возможности современных методов химического анализа, неизучаемых в рамках бакалавриата (масс-спектрометрия и капиллярный электрофорез, рентгеноспектральные и ферментативные методы, применение биосенсоров и хемометрических алгоритмов). Кратко рассмотрены последние достижения в развитии оптических, электрохимических и хроматографических методов анализа; способы оценки суммарного содержания однотипных веществ, а также способы применения химико-аналитических методов в медицине. Учтены рекомендации Научного совета РАН по аналитической химии и типовая программа подготовки к кандидатскому экзамену по специальности «Аналитическая химия». Лекции дополнены списками учебной и научной литературы, а также вопросами и заданиями для студентов.

Учебник предназначен для магистрантов и аспирантов классических университетов. Может быть использован в качестве учебного пособия повышенного типа студентами бакалавриата и специалитета, а также преподавателями и специалистами-аналитиками.

АВТОРСКИЙ
УКАЗАТЕЛЬ

- Адамов А.Ю., 32
Алексенко С.С., 44
Амосова А.А., 7, 8
Ананьева И.А., 41
Антонова Т.В., 134
Апери В.В., 20, 26, 42, 99, 121, 126
Архипенко А. А., 97
Балаева Ш.А., 46, 108
Барановская В.Б., 16, 97
Бауэр В.А., 18
Беклемишев М.К., 22, 109, 121
Беланова Н.А., 59
Битюкова В.В., 118
Бобрешова О.В., 66, 124
Богомолов А.Ю., 130
Болдырев И.В., 137
Большаков Е.С., 116
Большов М.А., 16
Бондарева Л.П., 97
Борисов Р.С., 35
Босикова Ю.Н., 118
Будников Г.К., 79
Булко Т.И., 68
Бурмистрова Н.А., 89
Бурылин М.Ю., 18
Бутырская Е.В., 87, 93
Бухаринова М.А., 78, 123
Буяновская А.Г., 10, 92
Васильева В.И., 18
Васильева И.Е., 13, 14, 138, 139
Вершинин В.И., 134
Веселова И.А., 81
Вирюс Э.Д., 32
Власова И.В., 134, 135
Волков Д.С., 15, 22, 104
Вострокнутова Е.В., 144
Гармай А.В., 25
Гармаш А.В., 115, 116
Гимадутдинова Л.Т., 78
Горбунова М.В., 26
Горшков М.В., 34
Горячева И.Ю., 88
Гречников А.А., 27
Гринь К.В., 97
Грузнов В.М., 38, 60
Губин А.С., 95
Дженлода Р.Х., 105
Дзантиев Б.Б., 85
Дмитриенко С.Г., 20, 26, 42, 99,
121, 126
Доровская Е.С., 118
Доронин С.Ю., 19, 98
Евтюгин Г.А., 91
Елисеева Т.В., 94, 106
Еремин С.А., 84
Ермолаева Т.Н., 17, 87, 115
Ермолин М.С., 122
Ерошина О.А., 137
Заикин В.Г., 35
Зак А.А., 14
Затираха А.В., 39
Зейналов Р.З., 67
Зенкевич И.Г., 36, 42, 59, 152
Зиятдинова Г.К., 73, 77, 78
Золотов Ю.А., 115, 116, 165
Зяблов А.Н., 20, 28, 93, 100, 107,
113, 114, 127, 136, 151
Иванеев А.И., 122
Иванов А.В., 115, 116
Иванов М.В., 34
Иванова А.В., 65
Као Ньят Линь, 20, 27, 107, 114
Карпов С.И., 21, 24, 59
Карпухина Е.А., 15
Карцова А.А., 48, 57, 136
Качин С.В., 52
Кирсанов Д.О., 63, 129
Козицина А.Н., 75
Козлов А.А., 116
Козлов А.С., 9

Колганова Т.С., 66, 124
 Колпакова Е.К., 145, 151
 Колпакова Н.А., 70
 Кондрашова А.В., 117
 Коншина Дж.Н., 101, 104
 Копейко Е.С., 18
 Корнехо Туэрос Х.В., 96
 Короткова Е.И., 72, 75
 Короткова Н. А., 16, 97
 Косырева И.В., 112
 Косяков Д.И., 31
 Кропачева Т.Н., 95
 Крылов В.В., 132
 Кубатиев А.А., 32
 Кузиков А.В., 68
 Кузнецова Л.И., 117
 Кулапина Е.Г., 63
 Кучменко Т.А., 96, 97, 111, 112,
 116, 117, 118, 132, 147, 152
 Кушнир А.А., 95
 Лебедев А.Т., 29
 Лисицкая Р.П., 116, 117
 Лоханина С.Ю., 69
 Магомедов К.Э., 67
 Магомедов Р.Н., 105
 Майстренко В.Н., 76
 Максимов Г.С., 39
 Максимова Ю.А., 16
 Максютова Э.И., 79
 Малахова Н.А., 71
 Марютина Т.А., 105, 169
 Масамрех Р.А., 68
 Маслова Н.Ю., 18
 Медведев Н.С., 11, 45, 101
 Медведевских М.Ю., 141
 Менжулина Д., 147, 152
 Менжулина Д.А., 97
 Мигаль П.В., 144
 Михеев И.В., 120
 Мокшина Н.Я., 103, 127
 Монахова Ю.Б., 23, 131
 Моногарова О.В., 25
 Моросанова Е.И., 113, 126
 Науменко И.И., 60
 Нигматуллин Р.Р., 79
 Никитина В.Н., 57
 Никулина А.В., 118
 Оберенко А.В., 52
 Овсеенко С.Т., 104
 Осколок К.В., 25
 Оскотская Э.Р., 125
 Панкратов А.Н., 62
 Паршина А.В., 66, 124
 Пахомова О.А., 103
 Петрова К. В., 16, 97
 Пирогов А.В., 36, 40, 41
 Плетнев И.В., 102
 Померанцев А.Л., 128
 Попов А.С., 38, 39
 Потапова Т.Ю., 97
 Проскурнин М.А., 15, 22, 120
 Просунцова Д.С., 41
 Рамазанов А.Ш., 46, 108
 Решетилов А.Н., 91
 Родин И. А., 130
 Рудаков О.Б., 46, 108
 Русанова Т.Ю., 19
 Садыгова М.К., 117
 Самгина Т.Ю., 29
 Самохин А.С., 116
 Сапрыкин А.И., 11, 45, 101
 Саранов И.А., 108
 Сахаров И.Ю., 82
 Селеменев В.Ф., 21, 24, 46, 59, 94
 Серегина И.Ф., 16
 Сидельников А.В., 79
 Симакина Я.И., 10
 Слепченко Г.Б., 74
 Сметанкина А.В., 118
 Смирнова С.В., 102
 Смирнова Т.Д., 24, 120
 Смоленков А.Д., 39, 40
 Собина А.В., 146
 Собина Е.П., 141, 144
 Спиридонов К.А., 39
 Ставрианиди А.Н., 27

Статкус М.А., 9, 42, 44, 57
Степановских В.В., 145, 151
Стожко Н.Ю., 64, 78, 123
Сумина Е.Г., 52, 119
Суханов П.Т., 18, 95
Сысоев А.А., 32
Тарасов А.В., 64
Татаева, С.Д., 67
Темердашев А.З., 11, 28, 51
Темердашев З.А., 12, 43, 44, 58, 92,
101, 102, 110
Тимченко Ю.В., 40
Тихомирова Т.И., 100
Толмачева В.В., 20, 42, 99
Трубачев А.В., 69
Трубачева Л.В., 69
Тумская А.В., 112
Ужель А.С., 39
Ульяновский Н.В., 31
Умарханов Р.У., 96, 97, 111, 117,
132, 152
Усова С.В., 38
Фарафонова О.В., 87, 115
Федотов П.С., 122
Ферапонтов Н.Б., 24
Филатова Д.Г., 9
Филиппов М.Н., 9
Филичкина В.А., 9
Финкельштейн А.Л., 8
Фурлетов А.А., 126
Хальзова С.А., 20, 93, 100, 136, 151
Харина А.Ю., 106
Хохлов В.Ю., 94
Хохлова О.Н., 94
Хрипушин В.В., 127
Хузагалеева Р.К., 145, 151
Царенко Е.А., 38
Цизин Г.И., 42, 57, 100
Цюпко Т.Г., 58
Черницкий А.Е., 111
Чернобровкина А.В., 38, 39
Чижев П.С., 9
Чубаров В.М., 7, 8
Шабанова Е.В., 13, 14, 138, 139
Шайдарова Л.Г., 72
Шаповалова А.А., 114
Шапошник А.В., 115
Шапошник В.А., 106
Шеховцова Т.Н., 81
Шимолин А.Ю., 146
Шкинев В.М., 105
Шпигун О.А., 39
Штыков С.Н., 44, 98, 119, 125
Шуба А.А., 111, 132, 147, 152
Шумянцева В.В., 68
Щемелев И.С., 24
Щукина М.Ю., 145, 151
Якупова Э.Н., 77