

**ПОДСЕКЦИЯ «АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

**Экспертный совет подсекции:**

Председатель	к.х.н., доцент Иванов А. В.
Заместитель председателя	к.ф.-м.н., вед. науч. сотр. Алов Н.В.
Секретарь	асп. Кубышев С.С.
Технический секретарь	асп. Волков А.И.
Члены совета	к.х.н., доцент Каменев А.И.
	д.х.н., вед. науч. сотр. Плетнев И. В.
	к.х.н., науч. сотр. Ревельский А.И.
	к.х.н., ст. науч. сотр. Тихомирова Т.И.
	к.х.н., науч. сотр. Чернобровкин М.Г.

Содержание

**2,3,7-триоксифлуороны, адсорбционно закрепленные на целлюлозных матрицах, в тест-методах определения редких элементов**

Абраменкова Ольга Игоревна

**Экстракционно-фотометрические способы определения некоторых местноанестезирующих веществ**

Адамова Екатерина Михайловна

**Особенности экстракции Zn, Cd из тиоцианатных растворов расплавами смесей диантипирилалканов и бензойной кислоты**

Аликина Екатерина Николаевна, Дегтев Михаил Иванович

**Спектрофотометрическое определение кофеина и теофиллина с предварительным концентрированием на сверхсшитом полистироле**

Андреева Елена Юрьевна

**Сорбционно-люминесцентное определение цинка**

Антонова Екатерина Викторовна

**Получение биосорбентов на основе отходов пивоваренного производства**

Аронбаев С.Д.

**Определение общего белка в слезной жидкости методом ИК-спектроскопии**

Байдичева Ольга Валентиновна

**Определение содержания хрома в моче курильщиков и некурящих**

Баранова И.В.

**Разработка иммунохимического неинструментального тест-метода для определения пирена в водных объектах**

Белоглазова Н.В., Горячева И.Ю.

**Определение некоторых катионов в водных растворах с применением пьезорезонансного сенсора в проточно-инжекционном режиме**

Калач Андрей Владимирович, Бельских Наталья Николаевна

**Трехэлектродная система разделенных ячеек. Создание отпечатков природы многокомпонентных растворов.**

Бикмеев Денис Минигаянович

**Разработка методики поляризационного флуоресцентного иммуноанализа для определения микотоксина зеараленона**

Бондаренко Александра Павловна

**Иммунохимический тест-метод для детектирования Т-2 токсина в зерне.**

Васина Л.А., Басова Е.Ю. Горячева И.Ю.

**Спектрофотометрические методы определения содержания углеводов с помощью катионов Hg(II) и Cu(II)**

Вешняков Вячеслав Александрович

**Новый подход в очистке водных растворов от карбонильных соединений**

Воронюк Ираида Владимировна, Елисеева Татьяна Викторовна

**Разработка поляризационного флуоресцентного иммуноанализа хлорамфеникола в молоке**

Гасилова Наталья Владимировна

**Очистка воды от солей Cr (III) и Cr (VI) активированной углеродной тканью**

Гимаева Айгуль Рамилевна, Валинурова Эльвира Рафиковна, Кадырова Алсу Дахиевна

**Определение висмута в рудах и геологических концентратах**

Глызина Татьяна Святославовна

**Иммунохимическое определение охратоксина А в кормах для домашней птицы**

Голованова Татьяна Владимировна, Басова Евгения Юрьевна

**Электроиндуцированная термолинзовая спектрометрия**

Горкин Павел Александрович

**Определение золота и палладия при совместном присутствии в методе инверсионной вольтамперометрии**

Горчаков Эдуард Владимирович

**Потенциометрический сенсор для определения индометацина**

Гунька Ирина Петровна

**Экстракция щелочных и щелочноземельных металлов в ионную жидкость – салицилат триоктилметиламмония в присутствии краун-эфиров**

Торохин Андрей Алексеевич, Джигайло Дмитрий Иванович

**Оптический сенсор с эффектом памяти для определения аскорбиновой кислоты**

Думкин Дмитрий Владимирович

**Разделение бензойных кислот методом ТСХ с управляемой газовой фазой**

Загниборода Д.А., Сумина Е.Г., Штыков С.Н., Атаян В.З.

**Синтез и изучение хроматографических свойств ковалентно-привитых анионообменников на основе полистирол-дивинилбензола в режиме ионной хроматографии.**

Затираха А.В.

**Мониторинг состояния воды и природных отложений р. Кур**

Зюкова Е.А., Кометиани И.Б.

**Определения мышьяка в объектах биологической природы с применением биосенсорной системы на основе E.coli**

Иванина А.В., Шуваева О.В.

**Фотоиницированное автоокисление 3,3',5,5'-тетраметилбензидина как индикаторная реакция для определения органических соединений**

Игошин Андрей Александрович

**Экстракция тяжелых металлов и радионуклидов сорбентами на основе фруктового пектина из водных систем**

Кирпичева Татьяна Евгеньевна, Родькин Максим Сергеевич, Санцевич Артур Ярославович, Давыдовский Евгений Борисович

**Использование п-диметиламинокоричного альдегида для спектрофотометрического определения сульфаниламидов**

Клокова Е.В.

**Влияние длительности хранения анионита АВ-17-8 на его технологические характеристики в установках обессоливания воды**

Ковалева Ольга Валерьевна

**Биомимический сенсор для определения кофеина на основе полимера с молекулярными отпечатками**

Коробельников Михаил Петрович, Бондаревский Артём Сергеевич

**Новый способ индивидуального определения Cr(III) и Cr(VI) в водах различных типов**

Косолапова Наталья Игоревна

**Хромато-масс-спектрометрический анализ  $CCl_4$  высокой чистоты методом бинарных фаз переменной емкости**

Крылов Алексей Валентинович, Мосягин Павел Валерьевич

**Химическое модифицирование поверхности оксида алюминия производными пирокатехина**

Кубышев С.С.

**Влияние состава предполимеризационной смеси на сорбционные свойства полимеров с молекулярными отпечатками кверцетина**

Кудринская Вера Александровна

**Выделение и очистка рекомбинантных белков на хитиновых сорбентах методом аффинной хроматографии.**

Курек Денис Вячеславович

**Характеристика сорбционных свойств торфяной верховой почвы по отношению к ионам  $Cd^{2+}$  и  $Pb^{2+}$**

Ларионов Н.С., Кузнецова И.А.

**Учет взаимного влияния элементов при рентгенофлуоресцентном анализе тонкопленочных двухслойных систем Fe-Ni-Mo/Cr.**

Леонтьева Анна Александровна

**Разработка методики определения полициклических ароматических углеводородов методом поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа**

Максимова Ксения Алексеевна

**Влияние состава мономерной смеси на хроматографические свойства полиалкилметакрилатных монолитных колонок для ВЭЖХ**

Матусова С.М., Иванова К.И., Дьячков И.А.

**Определение среднесуточной концентрации формальдегида в воздухе населенных мест флюориметрическим методом.**

Мерещенко А.С., Вольберг Н.Ш.

**Разработка подхода к одновременному определению продуктов разложения несимметричного диметилгидразина методом капиллярной газовой хроматографии**

Миронова Надежда Сергеевна

**Использование куриных антител класса IgY для поляризационного флуоресцентного иммуноанализа 2,4,6-тринитротолуола**

Михирев Дмитрий Александрович

**Формирование устойчивого ртутного микрокапельного покрытия на подложках из углеродных материалов**

Мишукова Елена Вячеславовна

**Анализ смесей некоторых полиароматических углеводородов методом Монте-Карло**

Монахова Юлия Борисовна

**Спектр излучения рентгеновской трубки, многократно рассеянного в лёгкой матрице: алгоритм расчёта и практическое применение**

Моногарова Оксана Викторовна

**Разработка подходов к хроматографическому разделению 1,1-диметилгидразина и продуктов его разложения**

Москвин Дмитрий Николаевич

**Синтез и определение констант устойчивости комплексных соединений меди(II) с бензимидазолом в различных растворителях.**

Назаренко Максим Андреевич

**Определение сквалена в растительных маслах методом газовой хроматографии.**

Назарова Александра Александровна, Сикорская Анна Сергеевна, Санина Галина Сергеевна, Селеменев Владимир Федорович

**Некоторые нанохимические аспекты электрофоретического разделения альфа-аминокислот**

Никонова Дарья Александровна, Селифонова Екатерина Игоревна

**Потенциометрический сенсор с эффектом памяти для определения аскорбиновой кислоты**

Орехова Оксана Владимировна

**Скрининг с помощью тест-систем: метрологические характеристики и вычислительные аспекты их определения**

Пантелеймонов Антон Виталиевич

**Спектрофотометрическое и визуально-тестовое определение аскорбиновой кислоты с использованием молибдофосфата структуры Доусона**

Петрушина Галина Александровна

**Изучение закономерностей жидкофазной экстракции железа (III) в системах вода – производное антипирина – салициловая кислота – хлороводородная кислота**

Русакова Алена Владимировна, Дегтев Михаил Иванович

**Нахождение процентного содержания серы в легированном GaSe методом ИВА**

Сачкова Елена Ивановна, Горчаков Эдуард Владимирович

**Физико-химическое исследование и применение в анализе металлзамещенных гетерополикомплексов фосфора**

Свинаренко Т.Е., Вишникин А.Б.

**Маскирование изополимолибдатов и красителя при визуально-тестовой методике определения кремния**

Селиванова Татьяна Валериевна

**Взаимодействие ионов кальция и магния с гепарином и аденозинтрифосфорной кислотой**

Семёнов Артём Николаевич

**Определение полициклических ароматических углеводородов в объектах окружающей среды**

Смирнов Константин Николаевич

**Определение амфетемина в моче спортсменов методом поляризационного флуороиммуноанализа.**

Суханова И.И., Апполонова С.А., Еремин С.А.

**Исследование изотермы сорбции Sr(II) сорбентами полистирол-азо-хромотроповой кислотой и полистирол-азо-2,3-диоксиафтолом**

Тарасова Ольга Владимировна

**Люминесценция экотоксикантов, солюбилизированных мицеллами ПАВ в сорбционном слое биоматрицы**

Ткаченко Анна Владимировна, Дячук Ольга Александровна

**Пьезокварцевый иммуносенсор для определения алдрина в пищевых продуктах**

Фадеева Инесса Владимировна, Нартова Юлия Викторовна

**Экстракция фенольных соединений из гидрофобных средств и анализ методом ВЭЖХ**

Фан Винь Тхинь, Чан Тхи Хоанг Куен

**Система нано-электродов для регистрации аффинных взаимодействий**

Федотова Ольга Сергеевна, Вагин Михаил Юрьевич

**Ионообменная селективность микродисперсных спектров детонационных наноалмазов**

Федянина О. Н.

**Экспресс-определение индекса БПК с применением актиномицетов**

Фетисова Маргарита Федоровна

**Спектрофотометрическое определение аденозинтрифосфата с использованием полиметиновых красителей**

Хлынцева Светлана Викторовна

**Количественное определение суммы капсаициноидов в перцовых пластырях методом микроколоночной ВЭЖХ**

Хорохордина Елена Алексеевна, Фан Винь Тхинь

**Определение норфлоксацина методом сенсibilизированной флуоресценции РЗЭ в лекарственном препарате**

Хрячкова Е.С., Неврюева Н.В., Смирнова Т.Д., Штыков С.Н.

**Особенности комплексообразования ионов металлов с фенолкарбоновыми кислотами трифенилметанового ряда, иммобилизованными на тонкослойных матрицах**

Чернова Ольга Борисовна

**Чай – фальсификат?**

Чирков Николай Васильевич<sup>1</sup>

**Групп-специфическое определение сульфаниламидных препаратов методами поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа и иммуноферментного анализа.**

Шарышев А.А., Нестеренко И.С.

**Применение золотых наночастиц для определения антител к ДНК с помощью пьезокварцевого иммуносенсора**

Шашканова О.Ю., Гордиенко А.Е.

**Анализ природных питьевых вод методами анионной хроматографии и редокс-фотометрии**

Шляпунова Е.В.

**Ферментативный флуориметрический метод определения катехоламинов**

Яблоцкий Константин Витальевич

**2,3,7-триоксифлуороны, адсорбционно закрепленные на целлюлозных матрицах, в тест-методах определения редких элементов****Абраменкова Ольга Игоревна***Владимирский государственный университет, Владимир, Россия**E-mail: Hamsster@mail.ru*

Показана возможность использования 2,3,7-триоксифлуоронов (ТОФ), адсорбционно закрепленных на целлюлозных матрицах, в тест-методах определения молибдена(VI), титана(IV), германия(IV), гафния(IV), ниобия(V), тантала(V), вольфрама(VI), висмута(III), ванадия(IV) и циркония(IV).

Рассмотрены изменения протолитических и комплексообразующих свойств триоксифлуоронов, иммобилизованных на целлюлозной матрице по сравнению с аналогичными свойствами в растворе. Установлено, что для реакций триоксифлуоронов с редкими элементами на целлюлозных матрицах и в растворе при добавлении поверхностно-активных веществ наблюдаются аналогичные эффекты: батохромный сдвиг максимумов поглощения реагентов и их комплексов с ионами металлов, расширение диапазона оптимальной кислотности комплексообразования. Изменения локального микроокружения для молекул ТОФ при их иммобилизации на целлюлозе аналогичны такому изменению в присутствии катионных ПАВ. Данный эффект, обусловлен проникновением молекул реагента в интермицеллярное пространство целлюлозы и является причиной затруднения протонирования *o*-оксихинонных группировок в молекулах ТОФ. Существующий «порог» кислотности по достижении, которого депротонирование не наблюдается для фенилфлуорона (ФФ) иммобилизованного на бумаге  $> 8 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ , для *o*-нитрофенилфлуорона (ОНФФ)  $> 6 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  - в спектрах поглощения проявляются протонированные формы реагентов с  $\lambda_{\text{макс}}$  460 нм. Получена количественная оценка изменений степени депротонирования при изменении строения ТОФ и кислотности раствора. Значения констант депротонирования составили -2,3 и -2,0 для ФФ и ОНФФ соответственно. Получены изотермы сорбции, относящиеся к S-типу. Данный вид изотерм характеризует нехимические типы адсорбции реагентов, которые обусловлены действием дисперсионных сил, образованием водородных или гидрофобных связей. Методом ИК-спектроскопии установлено, что на бумаге адсорбируется депротонированная форма реагентов и удерживается за счет гидрофобных взаимодействий, о чем свидетельствует сглаживание полос  $533, 565 - 595 \text{ см}^{-1}$ , а также гипсохромное смещение полосы  $437 \text{ см}^{-1}$  в ИК-спектре салицилфлуорона (СФ), иммобилизованного на целлюлозной бумаге.

Для определения ионов редких элементов тест-методом наиболее чувствительным реагентом является фенилфлуорон. Иммобилизацию реагента осуществляли на бумаге при изготовлении тест-полос, и на ткани из смесового волокна (вискоза с хлопком) для тест-устройства. Определение проводили по интенсивности окраски реакционной зоны индикаторной матриц, после пропускания через нее 20 мл анализируемого раствора или по длине окрашенной зоны тест-полосы после контакта ее с анализируемым раствором. Разработаны методики определения редких элементов в сточных и природных водах (в том числе питьевого и хозяйственно-бытового назначения). Диапазоны определяемых содержаний (мг/л) с использованием тест-устройства составили: 0,01 – 5 германия(IV) и циркония(IV), 0,05 – 5 молибдена(VI), титана(IV), ванадия(IV), гафния(IV) и ниобия(V), 0,05 - 1 висмута(III) и вольфрама(VI), 0,1 – 5 для тантала(V); с помощью тест полос: 0,5 – 1000 германия(IV), 0,5 – 500 молибдена(VI) и циркония(IV), 5 - 200 висмута(III), 0,1 – 1000 ванадия(IV), 0,1 – 800 гафния(IV), 1 – 800 вольфрама(VI), 0,1 – 100 ниобия(V), 1 – 100 тантала(V), 0,1 – 200 титана(IV). Варьирование кислотности дает возможность повысить избирательность определения элементов. Продолжительность анализа 15 – 20 минут. Относительное стандартное отклонение результатов определения не превышает 0,3.

**Экстракционно-фотометрические способы определения  
некоторых местноанестезирующих веществ****Адамова Екатерина Михайловна**

*Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского,  
химический факультет, Саратов, Россия  
E-mail: AdamovaEM@mail.ru*

В настоящее время в медицинской практике получили широкое распространение местноанестезирующие вещества (новокаин, лидокаин, анестезин и др.), а также их смеси.

Определению лидокаина посвящено сравнительно небольшое число исследований. В основном это хроматографические методы: ТСХ, ГХ, ГЖХ, ВЭЖХ с УФ-детектированием.

Особенностью лидокаина, а также ультракаина, дикаина, пиромекаина, тримекаина, мепивакаина и бупивакаина является отсутствие в молекуле первичной аминогруппы, поэтому для них не характерны реакции диазотирования и азосочетания, конденсации с альдегидами образованием окрашенных аналитических форм. В связи с этим фотометрические методы определения для таких анестетиков практически не разработаны.

Целью настоящего исследования является разработка экстракционно-фотометрических способов определения указанных местных анестетиков (стехиометрический и субстехиометрический варианты). Исследовались следующие хромофорные органические реагенты: метиловый оранжевый, тропеолин 00, эриохром чёрный Т, бромфеноловый синий, бромтимоловый синий (БТС). Дана сравнительная характеристика метрологических параметров изученных реакций. Лучшим реагентом оказался БТС.

Оптимальные условия образования ионного ассоциата лидокаина с БТС: интервал  $\text{pH}=4,0-4,6$ , трёхкратная экстракция, оптимальный добавляемый объём  $\text{KNO}_3$  0,5 мл (0,5 М). Молярное соотношение компонентов в ассоциате составляет 1:1 ( $\lambda_{\text{max}}=420$  нм). Диапазон определяемых содержаний в случае экстракционно- и реэкстракционно-фотометрических способов определения лидокаина с БТС 35,0-140,0 и 4,0-16,0 мкг соответственно; для субстехиометрических экстракционно- и реэкстракционно-фотометрических способов определения – 15,0-60,0 и 2,0-12,0 мкг. В последнем случае наблюдается увеличение чувствительности реакции, а также точности определения. Сокращение продолжительности составляет от 10 до 3 минут. Для ультракаина получены следующие результаты: оптимальный интервал  $\text{pH}$  образования ассоциата ультракаина с БТС составляет 3,7-4,2, трёхкратная экстракция, оптимальный добавляемый объём  $\text{KNO}_3$  0,3 мл (0,5 М), молярное соотношение компонентов в ассоциате равно 1:1 ( $\lambda_{\text{max}}=420$  нм). Диапазон определяемых содержаний в случае экстракционно- и реэкстракционно-фотометрических способов определения ультракаина с БТС 23,0-92,0 и 3,3-13,0 мкг соответственно; для субстехиометрических экстракционно- и реэкстракционно-фотометрических способов определения – 10,0-40,0 и 1,30-10,0 мкг.

Рассмотрена возможность применения субстехиометрических экстракционно-фотометрических способов определения лидокаина и новокаина при совместном присутствии.

Опробирована возможность определения лидокаина с указанными хромофорными реагентами в жидкости ротовой полости.

---

Автор выражает признательность Заслуженному деятелю науки РФ, профессору, доктору химических наук Черновой Р.К. за помощь в подготовке тезисов.



**Особенности экстракции Zn, Cd из тиоцианатных растворов расплавами смесей диантипирилалканов и бензойной кислоты***Аликина Екатерина Николаевна, Дегтев Михаил Иванович**Пермский государственный университет, Пермь, Россия**E-mail: gremalik@yandex.ru*

В настоящее время в аналитической химии перспективным становится применение в качестве экстракционных систем расплавов органических веществ. При этом удается избежать основного недостатка жидкостной экстракции – применения опасных органических растворителей.

Из литературных данных известно об экстракции ионов металлов из тиоцианатных растворов диантипирилалканами [1,2]. Тиоцианатная система является наиболее универсальной, в ней извлекается более 40 химических элементов. Составлен ряд экстрагируемости ионов металлов в тиоцианатной системе: Sn(II) > Sn(IV) > Zn > Co > Mo > W > Ga > Fe(III) > In [Ti, Hf, Zr, Th, Hg(II), U(VI), Sb(III), Bi] > Sc > V(IV) > Cd > Mn(II). Из представленного ряда видно, что Zn и Cd находятся на разных его местах, т.е. ионы цинка хорошо экстрагируются в тиоцианатной системе, а ионы кадмия практически нет.

Нами изучена экстракция ионов Zn и Cd из тиоцианатных растворов расплавами смесей диантипирилалканов и бензойной кислоты. Экстракция проводится при температуре 80°C. При этом образуется расплав (вторая жидкая фаза), который при охлаждении застывает.

Исследована экстракция ионов Zn и Cd в зависимости от концентрации ионов водорода. Максимальное распределение ионов Zn наблюдается (99,9%) в интервале 0,1 - 0,8 моль/л H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (для всех изученных диантипирилалканов) и 90% в интервале 0,1 – 0,8 моль/л HCl. Максимальная экстракция ионов Cd достигает 90% при 0,1 – 1,0 моль/л H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 0,4 – 0,8 моль/л HCl соответственно. Эти данные свидетельствуют о несущественных различиях в экстракции Zn и Cd, которые определяются различиями в константах устойчивости тиоцианатных комплексов Zn и Cd ( $pK_{уст}[Zn(SCN)_4]^{2-} = 3,02$ ;  $pK_{уст}[Cd(SCN)_4]^{2-} = 2,91$ ).

Если сравнить полученные данные с результатами экстракции в органический растворитель, то наблюдаются существенные различия в поведении тиоцианатных комплексов Zn и Cd с ДАМ и его гомологами. Появляется возможность извлекать расплавами ионы металлов, которые невозможно было извлекать в случае жидкофазной экстракции, не меняя природу реагента. Экстракция расплавами дает возможность создать высокую концентрацию реагента и повысить вероятность образования малоустойчивых комплексов. При повышенной температуре и высокой концентрации реагента увеличивается скорость экстракции, что существенно при извлечении кинетически инертных комплексов. Кроме того, наблюдается расширение интервала концентраций ионов водорода, в котором происходит количественное извлечение ионов металлов и увеличение за счет этого числа экстрагирующихся элементов.

**Литература**

1 Петров Б.И. (1983) Диантипирилметаны как экстракционные реагенты // Журнал аналитической химии. Т.38. №. 11.

2 Петров Б.И., Москвитина Т.Б., Поносов И.Н. (1975) Сравнительная характеристика реагентов группы диантипирилметана в роданидной системе на примере экстракции цинка и кадмия // Работы по электрохимии, аналитической и органической химии, радиохимии. Т.13. №3.

**Спектрофотометрическое определение кофеина и теофиллина с предварительным концентрированием на сверхсшитом полистироле*****Андреева Елена Юрьевна<sup>1</sup>****Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: andreevaeu@yandex.ru*

Кофеин (1,3,7-триметилксантин) и теофиллин (1,3-диметилксантин) присутствуют в чае, кофе и других «энергетических» напитках. Кроме того, они находят широкое применение в современной фармацевтической практике. Терапевтическая концентрация кофеина и теофиллина в плазме крови 2,5 – 15 мкг/мл, в то время как с 12-15 мкг/мл они начинают оказывать токсическое воздействие на организм. Поэтому разработка эффективных методик их концентрирования и определения является важной задачей аналитической химии.

В данной работе разработана методика спектрофотометрического определения кофеина и теофиллина с предварительным концентрированием на сверхсшитом полистироле (ССПС). ССПС – один из перспективных материалов, предложенных в последнее десятилетие, для эффективной сорбции различных полярных органических веществ из водных растворов. Для изучения сорбции кофеина и теофиллина на ССПС были построены их изотермы сорбции, изучено влияние на сорбцию времени контакта фаз, концентрации веществ, рН и объема раствора. Было показано, что ССПС обладает высокой сорбционной емкостью по отношению к исследуемым веществам, сорбция лучше происходит из нейтральных и кислых растворов, хуже из щелочных.

Спектрофотометрическому определению десорбированных теофиллина и кофеина предшествовал их щелочной гидролиз. Были подобраны условия проведения щелочного гидролиза. Путем варьирования времени нагревания на водяной бане и в УЗ-ванне найдено, что для щелочного гидролиза теофиллина раствор необходимо выдерживать в УЗ-ванне, тогда для гидролиза кофеина достаточно нагревания. Продукты щелочного гидролиза кофеина и теофиллина вступают в реакцию азосочетания с тетрафторборатом 4-нитрофенилдиазония с образованием окрашенных соединений. Были оптимизированы условия проведения реакции азосочетания и спектрофотометрического определения кофеина и теофиллина путем варьирования концентрации тетрафторбората 4-нитрофенилдиазония, кислотности среды и других факторов. Методика спектрофотометрического определения кофеина и теофиллина с предварительным концентрированием на ССПС была проверена методом «введено – найдено».

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Дмитриенко С.Г. за помощь в подготовке тезисов.

**Сорбционно-люминесцентное определение цинка****Антонова Екатерина Викторовна<sup>1</sup>***Мордовский государственный университет им. Н.П.Огарева, Саранск, Россия**E-mail: aka22@yandex.ru*

Люминесцентный анализ обладает высокой чувствительностью, селективностью, экспрессностью, а благодаря простоте аппаратного оформления широко применяется для определения следов элементов. Один из вариантов сорбционно-люминесцентного метода основан на сорбционном выделении комплекса определяемого элемента с последующим измерением интенсивности непосредственно в фазе сорбента [1,2].

Цель настоящей работы – разработка методики сорбционно-люминесцентного определения цинка с использованием силикагеля с нековалентно иммобилизованными группами 8-оксихинолина. В качестве сорбента использовали силикагель для колоночной хроматографии Silica gel 60 фирмы Merck. Иммобилизацию 8-оксихинолина проводили из хлороформного раствора, среднее содержание реагента в полученном сорбенте составило 60 мкмоль/г. Сорбцию изучали в статическом режиме.

При облучении ультрафиолетовым светом сухих сорбатов при комнатной температуре в фазе сорбента появляется желто-зеленая люминесценция. Спектр люминесценции представляет широкую бесструктурную полосу с максимумом при 505нм.

Регистрация спектров поглощения осуществлялась на базе монохроматора МДР-23. Источником излучения служила ртутно-кварцевая лампа БУФ-18. В качестве приемников излучения для соответствующих спектральных интервалов использовался ФЭО-100. Спектр люминесценции скорректирован с учетом поправочных коэффициентов, полученных в результате градуировки спектральной установки с помощью эталонной лампы ТРШ 2850-3000. Обработка спектров поглощения проводилась на персональном компьютере.

Интенсивность свечения сорбатов в значительной степени зависит от кислотности раствора, из которого проводили сорбцию. Оптимальным рН для проведения сорбционно-люминесцентного определения цинка является рН 7,05. Интенсивность люминесценции возрастает с увеличением концентрации цинка на поверхности сорбента. Этот эффект положен в основу сорбционно-люминесцентного метода определения цинка в фазе сорбента. Прямолинейная зависимость интенсивности люминесценции от концентрации цинка сохраняется до 100 мкг/г. В условиях построения градуировочного графика определению микроколичеств цинка не мешают Cu (II), Cd (II), Pb (II), Bi(III), Fe (III); мешают равные количества Al(III) [3].

На основании полученных спектральных данных можно сделать вывод, что предлагаемая методика может быть использована для определения микроколичеств цинка в фазе сорбента в объектах окружающей среды. Низкие содержания цинка в почвах и природных водах позволяют сделать заключение, что достигаемый предел обнаружения цинка при использовании 0,1г сорбента достаточно высок.

**Литература**

1. Головина А.П., Левшин Л.В. Химический люминесцентный анализ неорганических веществ. М.: Химия, 1978. 226 с.
2. Зельцер Л.Е., Быченко Ф.В. В кн.: Тез. докл. XVII Всес. Чугаевского совещания по химии комплексных соединений. Ч.3. Минск, 1990, с.540.
3. Weaver M.R., Harris J.M. In Situ Fluorescence Studies of Aluminum Ion Complexation by 8-Hydroxyquinoline Covalently Bound to Silica. Anal. Chem., 1989, v.61, p.1001-1010.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Иванову В.М. за помощь в подготовке тезисов

**Получение биосорбентов на основе отходов пивоваренного производства****Аронбаев С.Д.***Самаркандский Государственный Университет имени А.Навои, Узбекистан  
diron51@mail.ru*

Утилизация отходов современного пивоваренного производства представляет собой важную задачу и становится стратегией экономического развития предприятий биотехнологического профиля.

Анализ деятельности пивоваренных заводов показывает, что наибольшими по количеству отходами являются пивная дробина и избыточные дрожжи. При этом, если пивная дробина годится для приготовления кормов и добавок к ним для сельскохозяйственных животных, то утилизация избыточных дрожжей, масса которых составляет до 3% от готовой продукции, весьма проблематична. Сброс же избыточных дрожжей, содержащих большой процент как живых, так и мертвых клеток в канализационные стоки приводит к существенной экологической нагрузке на окружающую среду, проявляющейся прежде всего в повышенном биологическом потреблении кислорода.

Известно, что многие микроорганизмы имеют способность накапливать в себе тяжелые металлы и прочие токсичные вещества. Экспериментальным путем нами было доказано, что дрожжи *Saccharomyces cerevisiae*, являющиеся наиболее распространенными классическими винными и пивными дрожжами, также обладают способностью сорбировать из разбавленных водных растворов тяжелые металлы, такие как ртуть, свинец, кадмий, медь, цинк, железо. Для этой цели были проведены измерения концентраций указанных элементов в модельных растворах, содержащих 50-100 мг/дм<sup>3</sup> тяжелых металлов до и после контактирования их с дрожжевой суспензией.

Для индикации был использован инверсионно-вольтамперометрический метод с ртутно-графитовым электродом *in situ*. В качестве измерительной аппаратуры был применен разработанный аналитический комплекс, включающий полярограф ПУ-1 с компьютерной визуализацией аналитического сигнала, который позволял оценивать сорбционные процессы и их скорость в ходе проведения измерений. Установлено, что лучшей сорбируемостью обладают Zn, Fe, Cu. Время контактирования дрожжевой суспензии с модельными растворами для достижения видимого сорбционного эффекта (~ 80% от исходной концентрации иона металла) составляло 30 – 90 минут. Также было установлено, что эффективность сорбции снижается с возрастанием концентрации тяжелых металлов.

С целью получения твердых биосорбентов на основе избыточных пивных дрожжей нами была предпринята их иммобилизация в альгинате кальция и полиакриламидном геле с последующим гранулированием путем продавливания через ячейки диаметром до 1 мм капроновой сетки. Эффективность иммобилизации биоматериала в этом случае не превышала 20%, однако сорбционная емкость составляла 18-35 мг на грамм сухого вещества. Полученные гранулы биосорбента помещали в противоточную колонку, выполняющую роль реактора и пропускали через нее объем сточной воды, изначально содержащей ионы тяжелых металлов Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> и др. в концентрации 0,5 -20 мг/дм<sup>3</sup>. Наблюдали стойкое уменьшение концентрации исходных веществ в 1,8-2,3 раза.

## Определение общего белка в слезной жидкости методом ИК-спектроскопии

Байдичева Ольга Валентиновна<sup>1</sup>

Воронежский государственный архитектурно-строительный университет,

Воронеж, Россия

E-mail: baidicheva@mail.ru

### Введение

При диагностике глазных болезней бесспорным объектом анализа является слезная жидкость (СЖ) – многокомпонентный секрет, в котором наиболее важными составляющими являются белки.

### Экспериментальная часть

В нашей работе в качестве реперного вещества для получения градуировочных зависимостей содержания белковых фракций в СЖ использовали препарат лизоцима. Были приготовлены модельные растворы лизоцима в диапазоне, характерном для общего содержания белков в СЖ. Для получения ИК-спектров модельных растворов применяли специально разработанную методику. Спектры образцов регистрировали на ИК-спектрометре ИнфраЛЮМ ФТ-02. Затем полученные ИК-спектры количественно обрабатывали методом базовой линии с помощью программы редактирования спектров Grams/32 R Version 4.02 Spectral Notebook.

### Результаты

При проведении количественного анализа на содержание общего белка с использованием метода ИК-спектроскопии наиболее информативны те области спектра, где проявляются валентные колебания групп, входящих в состав молекул полипептидного типа. Интенсивность характеристичной полосы наиболее адекватно характеризуется площадью соответствующего пика  $S_i$  в ИК-спектре.

Найдено, что при изменении содержания белка интенсивность поглощения характеристичных полос может изменяться. Для определения концентрации белка могут быть использованы интенсивности полос поглощения при 1542 или 1649  $\text{см}^{-1}$ . Для полосы 1542  $\text{см}^{-1}$  в диапазоне содержания лизоцима 5÷20 г/л наблюдается линейная зависимость  $S=(0.53\pm 0.05)C+(2.67\pm 0.70)$  при  $R=0.95$ , коэффициент корреляции  $R=0.9917$ ; а для полосы 1649  $\text{см}^{-1}$ , соответственно,  $S=(0.99\pm 0.06)C+(2.66\pm 0.85)$  при  $R=0.95$ ,  $R=0.9960$ .

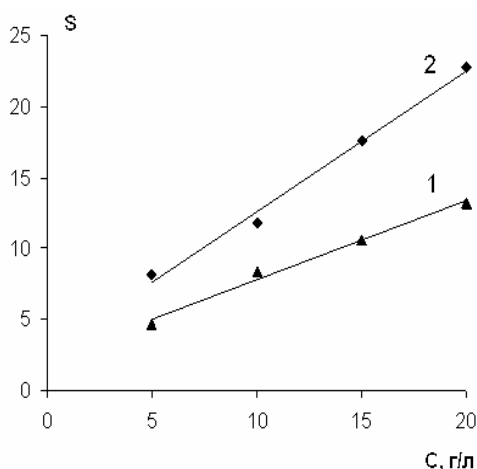


Рис. Градуировочные зависимости площади полос поглощения от концентрации лизоцима в модельных растворах: 1 – 1540-1542  $\text{см}^{-1}$ ; 2 – 1646-1652  $\text{см}^{-1}$ .

Изучение СЖ здоровых и больных людей показало, в острых стадиях офтальмологических заболеваний разной этимологии концентрация белка возрастает до 2.5- 3 раз и при правильном лечении приходит в норму в течение 10-12 дней.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Рудакову О.Б. за помощь в подготовке тезисов.

**Определение содержания хрома в моче курильщиков и некурящих****Баранова И.В.***Курский государственный университет**E-mail: I\_Varanova@inbox.ru*

Широко известно, что сигаретный дым содержит целый ряд потенциально опасных для здоровья человека компонентов, в том числе тяжелых металлов: кадмия, свинца, никеля, стронция, хрома и др. При этом концентрации данных элементов в дыме активно выкуренных сигарет настолько высоки, что курение можно считать причиной избыточного поступления токсикантов в организм.

Хром в отличие от многих других тяжелых металлов является жизненно важным элементом. Так в организме здорового человека содержится в среднем около 6 мг хрома, при этом с учетом постоянного частичного выведения поступать должно не менее 50–200 мкг элемента в сутки. Превышение указанных норм поступления служит причиной накопления хрома в организме и проявления разнообразных токсических эффектов.

Одним из способов оценки уровня интоксикации организма хромом является сопоставление результатов исследования мочи на содержание данного компонента с установленными показателями. Среднее содержание хрома в моче здорового человека составляет 0,1–1,5 мкг/л. Повышенная концентрации до 25–50 мкг/л свидетельствует об интоксикации организма [1]. Нами было проведено определение концентрации хрома в моче 24 человек методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией пробы [2]. Все обследуемые не имеют серьезных отклонений в здоровье и профессиональных вредностей. Из них 11 человек – мужчины и женщины разного возраста, некурящие; 8 человек - мужчины и женщины разного возраста, курящие более четырех лет; 5 человек – дети в возрасте до 13 лет.

Среднее содержание хрома в моче первой группы обследуемых составило 1,83 мкг/л, что немного выше верхней границы диапазона нормальных содержаний. Концентрация хрома в исследуемой детской моче не превышает допустимых уровней и составляет в среднем 0,69 мкг/л. Значения содержаний хрома в моче курильщиков варьируют от  $3,48 \pm 0,11$  до  $8,13 \pm 0,09$  мкг/л, а в среднем составляют 5,24 мкг/л, что в 2,87 раза выше, чем у некурящих. При этом, прослеживается повышение концентрации хрома в моче с увеличением стажа курения.

1. Вредные химические вещества. Неорганические соединения V-VIII групп: Справочное издание / под ред. В.А. Филатолва и др. – Л.: Химия, 1989. – С. 297–313

2. Oliveira P., Oliveira E. Multielement electrothermal atomic absorption spectrometry: A study on direct and simultaneous determination of chromium and manganese in urine // Fresenius journal of Analytical Chemistry, 2001. V.370. №7, P:914–918

**Разработка иммунохимического неинструментального тест-метода  
для определения пирена в водных объектах**

**Белоглазова Н.В., Горячева И.Ю.**

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
химический факультет, Москва, Россия  
E-mail: BeloglazovaNV@gmail.com*

Пирен входит в число шестнадцати полициклических ароматических углеводородов (ПАУ), являющихся приоритетными загрязнителями окружающей среды и пищевых объектов. Он опасен для человека, поскольку крайне устойчив, обладает канцерогенным и мутагенным действием. Сложность защиты окружающей среды и человека от ПАУ связана как с их малыми концентрациями, так и с тем, что они крайне редко содержатся в индивидуальном состоянии. Как правило, это сложная смесь ароматических углеводородов, состав которой в значительной мере зависит от источника загрязнения. В связи с этим возникает необходимость мониторинга окружающей среды и контроля содержания ПАУ, в частности, пирена в питьевой воде и продуктах питания.

Для решения данной задачи в основном используют два метода анализа: хроматографический и люминесцентный. Их существенным недостатком является длительность определения, связанная с продолжительностью пробоподготовки и самого определения. Иммунохимические методы позволяют работать с большим числом веществ и их комбинаций и достаточно широко варьировать селективность определения. По этой причине, а также ввиду экспрессности, они применимы для первоначального скрининга ПАУ.

В настоящее время широкое распространение получают иммунохимические тест-методы, позволяющие проводить качественную оценку наличия или отсутствия образца в объекте. Они просты, дешевы, не требуют специально обученного персонала, дорогостоящих реактивов и сложной процедуры пробоподготовки, кроме того, позволяют проводить анализ непосредственно на месте, а значит, необходимы в случае экстремальных ситуаций (например, определения ПАУ при разливах нефти). Существенным недостатком широко распространенных иммунохроматографических и иммунофильтрационных тест-методов является не всегда достаточная чувствительность, связанная с ограниченной емкостью сорбента.

Совмещение в одном методе очистки, концентрирования и непосредственно процедуры анализа позволило решить эту проблему. Был разработан *колоночный* тест-метод определения пирена, в котором результат определения фиксировался визуально: отсутствие окраски детектирующего слоя в присутствии аналита и развитие ее при отсутствии. Детектирующий слой представлял собой гель на основе CNBr – активированной сефарозы с ковалентно связываемыми поликлональными кроличьими антителами. Были оптимизированы условия определения пирена данным методом (выбрано разведение конъюгата и геля с привитыми антителами).

Разработанный тест-метод позволил проводить определение пирена в водных образцах, избегая при этом пробоподготовки объекта. Оценены аналитические характеристики иммунохимического тест – метода. Экспериментально установлено, что метод позволяет детектировать присутствие пирена в образце в концентрациях 0,04 нг/мл и выше. Для оценки селективности определения пирена данным иммунометодом также была изучена кросс-реактивность по отношению к другим представителям ПАУ, согласно литературным данным встречающимся в воде в наибольшей концентрации (фенантрен, флуорантен, нафталин, антрацен, бензо[а]пирен). Показано, что при установленном нами времени детекции (4 мин) использование конъюгата пирена с пероксидазой хрена позволяет селективно определять пирен. Следовательно, данный метод является селективным по отношению к пирену.

**Определение некоторых катионов в водных растворах с применением пьезорезонансного сенсора в проточно-инжекционном режиме****Калач Андрей Владимирович, Бельских Наталья Николаевна***Государственный архитектурно-строительный университет, Воронеж, Россия**E-mail: AVKalach@gmail.com*

В аналитических службах достаточно широко представлены, в основном, атомно-абсорбционные спектрометры для определения тяжелых металлов. Этот факт обусловлен тем, что техническая часть такого оборудования, как правило, уже хорошо отработана и вполне отвечает международным стандартам аналитического приборостроения. Однако, вместе с тем, имеется необходимость в простых доступных средствах анализа, контроля и мониторинга объектов окружающей среды. В настоящее время скачком в развитии аналитического контроля качества окружающей природной среды является использование методов, средств контроля и диагностики с использованием сенсоров различного типа. Таким образом, полный ввод в эксплуатацию лабораторий, оснащенных сенсорными средствами контроля качества природной среды, предоставляет возможность подняться на совершенно новую ступень развития экоаналитического контроля, перейти к многокомпонентному анализу с использованием миниатюрных технических устройств.

Цель работы состояла в изучении принципиальной возможности определения ионов  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$  в водных растворах в проточном режиме с применением пьезорезонансного сенсора.

Использовалась одноканальная установка проточно-инжекционного анализа с дозированием проб по времени. Конфигурация ее предусматривает перистальтический насос, соединительные трубопроводы из полиэтиленовых трубок диаметром 0,8 мм, смесительную спираль и проточную кювету вместимостью 3 см<sup>3</sup>, в которой расположен пьезорезонансный сенсор. Нулевые показания сенсора устанавливали по раствору, содержащему этиловый спирт и бидистиллированную воду в объемном соотношении 1:1. Этот же раствор применяли в качестве носителя. Предварительно установлено, что оптимальная объемная скорость носителя должна быть на уровне 30 см<sup>3</sup>/мин, в ином случае наблюдается размытие пиков на сенсограммах; объем инжестируемой пробы 500–1000 мкл. Выходной сигнал регистрировали малогабаритной высокоинтегрированной системой сбора данных оригинальной конструкции на базе логической интегральной схемы фирмы Altera.

По результатам проведенных исследований рассчитаны метрологические параметры определений  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$  с использованием пьезорезонансного сенсора. Установлено, что пьезосенсор работает в диапазоне концентраций аналитов ( $2,5 \cdot 10^{-3}$ –0,5) моль/л. Градуировочные графики катионов анализируемых металлов носят линейный характер в изученном диапазоне концентраций.

Полученные данные позволяют расположить катионы в следующий ряд по возрастанию чувствительности сенсора при определении металлов в жидкости:  $Zn^{2+} > Fe^{2+} > Ca^{2+}$ . Эту закономерность, вероятно, можно объяснить тем, что пьезорезонансные относятся к масс-чувствительным сенсорам и, следовательно, молярная масса аналита оказывает существенное влияние на величину аналитического сигнала при определении катионов. Хотя и известно, что на характеристики сенсора в жидкой фазе существенное влияние оказывают вязкостные свойства среды.



**Трехэлектродная система разделенных ячеек. Создание отпечатков природы многокомпонентных растворов.****Бикмеев Денис Минигаянович<sup>1</sup>***Башкирский государственный университет, Уфа, Россия**E-mail: limm@list.ru*

Исследования литературы в области вольтамперометрических электронных языков указывают на наличие дрейфа в последовательно снятых вольтамперограммах, связанные с изменением поверхности рабочих электродов при электрохимических измерениях.

Такое поведение электроактивных веществ не всегда позволяет построить стабильные во времени МГК-модели стандартных растворов и проводить классификацию. Аналогичное поведение наблюдается при восстановлении п-НА, п-НФ и о-НА в разработанной нами системе разделенных ячеек, что также объясняется наличием дрейфа во времени.

Целью наших исследований были задачи улучшения не только чувствительности системы ячеек, но и улучшение воспроизводимости результатов анализа.

Для установления возможности применения исследуемых нитросоединений в качестве индикаторных в системе разделенных ячеек провели проверку схожести вольтамперограмм, полученных по истечении 2 часов последовательной регистрации с вольтамперограммами, полученными в начальный момент времени для каждого нитросоединения.

Было обнаружено, что МГК-модели образцов, полученных по истечении двух часов, были неверно идентифицированы с использованием SIMCA-метода. Такой способ классификации очевидно не способен решать проблемы распознавания новых растворов при наличии дрейфа. Для решения этой проблемы мы предлагаем строить опорную МГК-модель по вольтамперограммам всех трех (или больше) исследуемых нитросоединений, вместо одной.

Изучение схожести вольтамперограмм начального времени и конечного с использованием SIMCA-классификации показало, что такие МГК-модели являются более стабильными во времени и, следовательно, позволяют нивелировать дрейф во времени.

Таким образом, такую трехэлектродную МГК-модель можно использовать для классификации веществ, помещенных в отдельную ячейку. Функционирование разработанной нами системы разделенных ячеек основано на влиянии природы исследуемого раствора на форму вольтамперограммы электроактивного вещества. В качестве исследуемых объектов в данной работе мы использовали водки и вина различных производителей. В результате каждая МГК-модель водки формирует многомерный отпечаток ее природы.

Результаты идентификации 12 образцов водок различных предприятий с использованием метода SIMCA показали, что все водки были правильно распознаны с дискриминационным откликом более 80%, в то время как результаты идентификации 10 образцов вин показали несколько худший результат.

Дальнейшей нашей задачей стоит более подробное изучение модифицированного SIMCA-метода с целью еще большего улучшения чувствительности системы ячеек.

**Литература**

1. Сидельников А.В., Дисс...канд.хим.наук. Казань: ГОУ ВПО "Башкирский государственный университет", 2006.
2. Родионова О.Е., Померанцев А.Л., *Успехи химии*. 2006. Т. 75. № 4. С. 302–321.

---

<sup>1</sup> Автор выражает признательность Зильберг Р.А., ст. преп., к.х.н. Сидельникову А.В., профессору, д.х.н. Кудашевой Ф.Х., профессору, д.х.н. Майстренко В.Н. за помощь в подготовке тезисов.

## Разработка методики поляризационного флуоресцентного иммуноанализа для определения микотоксина зеараленона

*Бондаренко Александра Павловна*

*Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва, Российская Федерация  
bondarenko.alexandra@gmail.com*

Последние десятилетия прошедшего века были отмечены общим ухудшением микотоксикологической ситуации в мире. В группе токсикантов природного происхождения особое место принадлежит продуктам метаболизма микроскопических грибов – микотоксинам. Их основным продуцентом являются плесневые грибы рода *Fusarium*. Грибные заболевания зерновых культур все чаще стали принимать обширный характер. Микотоксины поражают своим разнообразием, однако изучение географических популяций токсигенных видов *Fusarium* показало, что основное место в контаминации зерна колосовых культур принадлежит зеараленону. Этот микотоксин обладает способностью связываться с эстрогенными рецепторами в организме человека и животных и вызывать у последних серьезные нарушения в работе репродуктивной системы. Поэтому целью нашей задачи было поставлено разработать чувствительную, специфичную и экспрессную методику определения зеараленона.

В ходе работы были синтезированы и очищены методом ТСХ 12 трейсеров, каждый из которых представлял из себя зеараленон, меченный различными флуоресцентными метками. Для изучения влияния структуры трейсера на чувствительность иммуноанализа, а также для уменьшения его стоимости, были синтезированы трейсеры на основе органических соединений, мимически похожих на зеараленон. Пять из исследованных трейсеров дали связывание со специфическими моноклональными антителами на зеараленон. Для этих пар иммунореагентов были построены градуировочные графики определения зеараленона, на основе которых был выявлен лучший трейсер: зеараленон, меченный этиледиаминкарбонилфлуоресцином. На рисунке 1 приведена структура этого трейсера.

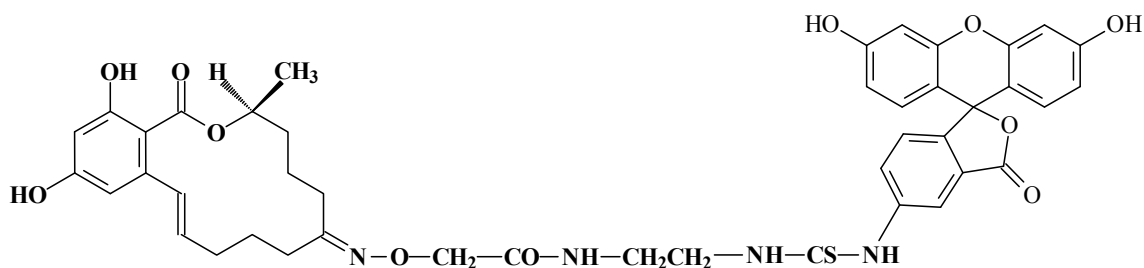


Рис.1

Для этого трейсера были определены основные метрологические характеристики методики:

Предел обнаружения  $mP_{\min} = mP_0 - 3SD$

Специфичность  $CR = IC_{50}(1)/IC_{50}(2)*100\%$

Воспроизводимость результатов анализа

Кроме этого был проведен тест на открытие, используя в качестве образца сладкий красный молотый перец «Паприка» (производитель «Дары Востока», Россия). Процент открытия составил около 50%.

**Иммунохимический тест-метод для детектирования Т-2 токсина в зерне.*****Васина Л.А., Басова Е.Ю. Горячева И.Ю.****Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Саратов, Россия**E-mail: goryachevaiy@info.sgu.ru*

Т-2 токсин (известный также, как «желтый дождь») - трихотеценовый микотоксин, продуцируемый плесневым грибом рода фузариум, проявляет высокую токсичность. Вследствие употребления заплесневевшего зерна или муки из контаминированного зерна возникают отравления человека и сельскохозяйственных животных.

В настоящее время разработаны различные методы аналитического определения Т-2 токсина. Традиционно для определения микотоксинов в различных объектах применяются высокоэффективная жидкостная хроматография, либо газовая хроматография, но оба метода сложны и трудоемки, кроме того, определение Т-2 токсина требует проведения дериватизации. В связи с этим существует необходимость разработки простых высокочувствительных методов скрининга Т-2 токсина.

Целью настоящей работы была разработка быстрого неинструментального метода детектирования Т-2 токсина в зерне. Экстракцию проводили смесью ацетонитрил/вода (80/20 об.). Для очистки экстракта применяли колонку с твердофазным сорбентом. Для детекции использовали другую колонку, содержащую иммунослой на основе сефарозы 4В с активированными циангруппами. Эти активированные группы использовали для ковалентного связывания вторичных антимышиных кроличьих антител. Для достижения оптимального результата готовили смесь сефарозы 4В с привитыми вторичными кроличьими антивидовыми антимышиными антителами и с блокированными глицином активными группами. Следующим этапом являлось связывание первичных специфических к Т-2 токсину антител с вторичными антителами. Полученный гель переносили в колонку и помещали между пористыми фильтрами. При проведении анализа первой стадией явилось внесение в колонку анализируемого раствора, затем, после промывки, добавляли конъюгат Т-2 токсина с пероксидазой хрена. После проведения инкубации (3-5 минут) промывали колонки раствором буфера. Добавляли субстрат и визуально регистрировали интенсивность развивающейся окраски, которая обратно пропорциональна концентрации определяемого антигена. Если микотоксин в пробе отсутствует, то происходит связывание с антителами конъюгата с пероксидазой хрена. Последняя вызывает каталитическую реакцию субстрата, в результате развивается синяя окраска иммунослоя. Результаты анализа оценивались визуально.

Показано, что используемая схема анализа при подборе соответствующих разведений антител и конъюгата Т-2 токсина с пероксидазой хрена, позволяет достичь контрольного уровня определения 50 мкг/кг. Это ниже, чем предельно установленный уровень содержания Т-2 токсина в кормах (100 мкг/кг), поэтому разработанный тест может быть использован для неинструментального скрининга Т-2 токсина во внелабораторных условиях.

**Спектрофотометрические методы определения содержания углеводов с помощью катионов Hg(II) и Cu(II)****Вешняков Вячеслав Александрович<sup>1</sup>***Архангельский государственный технический университет, Архангельск, Россия**E-mail: vyaczech@bk.ru*

Углеводы, или сахара, составляют основную массу органического вещества на Земле. Главным источником углеводов является сырье растительного происхождения, потребление которого с каждым годом увеличивается, главным образом, за счет увеличения спроса на целлюлозно-бумажную продукцию и на так называемое биотопливо. Причем по мере уменьшения запасов нефти растительному сырью будет отводиться роль главного источника органического вещества. В связи с чем вопрос об определении содержания углеводов всегда будет иметь важное значение для контроля и разработки технологических процессов переработки растительного сырья. Безусловно, существует большое количество различных методов определения углеводов, и главными среди них являются хроматографические. Однако хроматографические методы являются относительно длительными, требуют дорогостоящего оборудования и высококвалифицированной эксплуатации. Спектрофотометрические методы в этом отношении более простые.

Для количественного определения углеводов в водных растворах предлагаются два спектрофотометрических метода, разработанных нами. Один из них основан на фотометрической реакции углеводов с ацетатом ртути (II) при нагревании в присутствии серной кислоты. В результате реакции образуется продукт, имеющий интенсивную полосу поглощения с максимумом при 238 нм. Определены оптимальные условия выполнения анализа, оценена точность и воспроизводимость. Продолжительность проведения фотометрической реакции составляет 30 мин, рабочий диапазон концентраций углеводов составляет 0,10...0,60 мг/мл. Предлагаемый метод позволяет определять не только моно-, но и олиго- и полисахариды, так как фотометрическая реакция протекает в кислой среде, в которой происходит гидролиз сахаров.

Второй метод представляет собой модификацию метода Бертрана, в которой содержание сахаров определяется по уменьшению оптической плотности при 670 нм медно-щелочного раствора. Результатом анализа является величина РВ – концентрация редуцирующих веществ (%), представляющая собой условную концентрацию сахаров, пересчитанную на глюкозу. Наиболее распространенным методом определения РВ является достаточно трудоемкий титриметрический эбулиостатический метод (1, С. 138-142). Предлагаемый метод значительно облегчает определение РВ. Определены оптимальные условия выполнения анализа, оценена точность и воспроизводимость. Продолжительность проведения реакции составляет 3 мин, рабочий диапазон концентраций углеводов составляет 0,50...1,50 мг/мл. Комбинация двух этих методов позволяет определять как простые, так и сложные сахара без проведения длительного кислотного гидролиза полисахаридов

**Литература**

1. Оболенская, А.В. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы [Текст]: Учебное пособие для вузов / А.В. Оболенская, З.П., А.А. Леонович. – М.: Экология, 1991. – 320 с. – ISBN 5-7120-0264-7.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д-ру хим. наук, Хабарову Ю.Г. за руководство в исследовательской деятельности.

**Новый подход в очистке водных растворов от карбонильных соединений****Воронюк Ираида Владимировна, Елисеева Татьяна Викторовна**

ГОУ ВПО «Воронежский государственный университет», Воронеж, Россия

E-mail: chem.vrn@mail.ru

**Введение**

В настоящее время важной экологической проблемой является очистка воды от вредных примесей. Одним из применяемых способов обеззараживания воды является озонирование. Однако при использовании этого метода образуется ряд побочных продуктов, одним из которых является этаналь. Этот альдегид относится к группе 2В канцерогенных веществ, то есть по классификации Международного агентства по исследованию рака (IARC) считается, возможно, канцерогенным для людей и животных. [1].

В настоящей работе приведены результаты исследования сорбции этанала слабоосновными анионообменниками из водных растворов.

**Эксперимент**

В качестве сорбентов альдегидов применяются слабоосновные аниониты с функциональными аминогруппами [2]. В данной работе использован ионообменник РА 511 (Pure Resin Company Ltd) с полиакриловой матрицей и функциональными первичными, вторичными и третичными аминогруппами. Характер функциональных групп подтвержден проведенным анализом образцов смолы методом ИК-спектроскопии. Кислотно-основные свойства анионита определены методом потенциометрического титрования.

В работе исследован процесс поглощения этанала из водных растворов на слабоосновном анионообменнике РА 511. Сорбцию альдегида осуществляли в динамических условиях для установления полной емкости анионообменника (рис. 1). Емкость исследуемого ионита составила 0,70 ммоль/г<sub>сух.</sub>

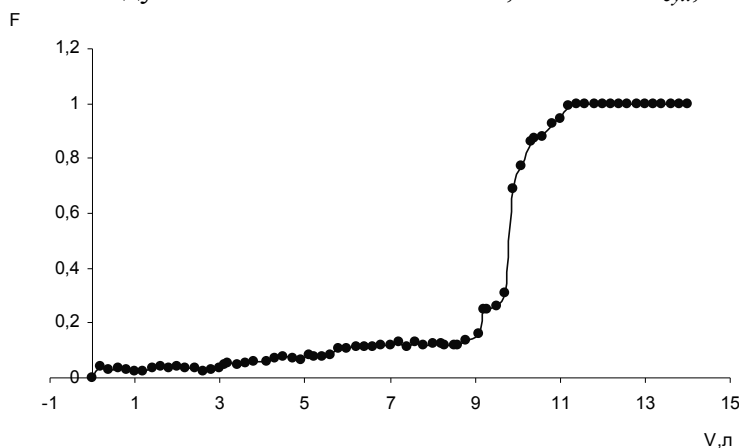


Рис. 1. Выходная кривая сорбции этанала на анионите РА 511

**Выводы**

По результатам работы можно сделать вывод о высокой эффективности и селективности слабоосновных анионообменников при очистке питьевой воды от карбонильных соединений.

**Список литературы**

1. Вредные вещества в промышленности / под ред. Н.В. Лазарева. – М. : 1971. – Ч. 1 : Органические вещества. – С. 375, 380-381.
2. Хемосорбция этанала слабоосновным анионообменником / И.В. Воронюк [и др.] // Сорбционные и хроматографические процессы. — Б.м., 2006. — Т. 6, вып. 6, ч. 2. - С. 1040-1044.

**Разработка поляризационного флуоресцентного иммуноанализа хлорамфеникола в молоке*****Гасилова Наталья Владимировна****Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва, Россия**E-mail: [aurore-polaire@yandex.ru](mailto:aurore-polaire@yandex.ru)*

Лекарственный препарат хлорамфеникол является антибиотиком, широко применяемым при лечении и профилактике различных бактериальных инфекций в ветеринарии. Постоянное использование этого соединения приводит к его накоплению в организмах животных, чаще всего в мышечных тканях и молоке. Это представляет потенциальную опасность для здоровья людей, употребляющих в пищу данные продукты, так как хлорамфеникол способен вызывать у человека различные аллергические реакции, подавлять работу головного мозга, провоцировать развитие пластической анемии. Поэтому важно контролировать содержание хлорамфеникола в продуктах питания. При этом необходимо применение высокочувствительных методов, способных выявить низкие концентрации этого вещества (менее 100 нг/мл или 100 мкг/кг). Среди этих методов следует выделить метод поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА), характеризующийся не только высокой чувствительностью, но и быстротой проведения анализа.

В настоящей работе был разработан поляризационный флуоресцентный иммуноанализ (ПФИА) для определения хлорамфеникола в молоке. Были подобраны реагенты, оптимальные для проведения ПФИА этого соединения, и определены аналитические характеристики методики. Предел обнаружения хлорамфеникола в дистиллированной воде составил 20 нг/мл, что ниже ПДК, установленной для данного вещества в США (30 нг/мл) и России (100 нг/мл). Была изучена кинетика образования иммунокомплекса хлорамфеникол (антиген) – антитело. На основании полученных данных были подобраны наиболее специфичные к анализируемому препарату антитела.

Разработанная методика ПФИА была использована для анализа образцов как цельного, так и сухого молока из Бельгии и России. Молоко является одним из самых сложных для анализа объектов, в его состав входят различные соединения: белки, жиры, углеводы. Поэтому перед проведением анализов в данном объекте необходимо осуществить его пробоподготовку. В настоящей работе был предложен простой и быстрый способ пробоподготовки молока для последующего анализа методом ПФИА. Для оценки эффективности предложенной пробоподготовки был проведен тест на открытие в образцах молока, заведомо не содержащих хлорамфеникол. Процент открытия анализируемого препарата оказался больше 75 %, что свидетельствует о возможности использования разработанной методики ПФИА для определения содержания хлорамфеникола в молоке.

**Очистка воды от солей Cr (III) и Cr (VI) активированной углеродной тканью**

*Гимаева Айгуль Рамилевна, Валинурова Эльвира Рафиковна, Кадырова Алсу Дахиевна*

*Башкирский государственный университет, химический факультет, г.Уфа, Россия*

*E-mail: ADKaderova@rambler.ru*

Актуальность выявления и удаления из воды солей хрома очевидна. Соединения хрома токсичны как для водных, так и для земных живых организмов, вызывают возникновение раковых заболеваний у людей.

Источниками появления в водах ионов хрома являются главным образом, предприятия гальванических и кожевенных производств, в стоках которых содержание хрома часто превышает предельно допустимые нормы.

Процесс очистки сточных вод от солей хрома сложный и трудоемкий, что связано с необходимостью предварительного восстановления хрома (VI) и последующего его удаления различными способами.

В данной работе исследована возможность сорбционной очистки воды от солей Cr (III) и Cr (VI) активированной углеродной тканью (АУТ) и ее окисленным в концентрированной азотной кислоте образцом. При жидкофазном окислении АУТ удельная поверхность адсорбента уменьшилась с 1288 до 662 м<sup>2</sup>/г, предельная сорбционная емкость по парам бензола уменьшилась с 0,59 до 0,34 см<sup>3</sup>/г, средний диаметр пор вырос с 3,6 до 13,2 Å, а общая кислотность также выросла от 0,97 до 4,26 мг-экв/г. Исследование сорбционной активности адсорбентов проводили в статических условиях при постоянном перемешивании из модельных растворов дихромата калия и сульфата хрома, содержащих от 5 до 50 мг/л Cr<sup>+3</sup> и Cr<sup>+6</sup>. Равновесные концентрации ионов хрома после контакта в течение 1,5-2 часов для Cr<sup>+6</sup> и двух суток для Cr<sup>+3</sup> с адсорбентами определяли фотоколориметрически с помощью дифенилкарбазида персульфатным методом [1].

Адсорбция ионов Cr<sup>3+</sup> и Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> на активированной углеродной ткани имеет некоторые особенности. Так, при адсорбции Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> наблюдается их восстановление до Cr<sup>3+</sup>, причем, процесс восстановления ускоряется и происходит полнее с уменьшением рН. Окисленная углеродная ткань сорбирует дихромат ионы хуже, чем неокисленная. Емкость монослоя am, рассчитанная по спрямленным изотермам сорбции в координатах уравнения Лэнгмюра для окисленной АУТ, составляет 2 мг/г, а для исходной углеродной ткани - 3,6 мг/г. Степень очистки воды от дихромат ионов достигает 60 и 70 % соответственно. Также проведено извлечение Cr+6 из воды в присутствии хелатообразующего реагента. Извлечение Cr+6 как исходной, так и окисленной АУТ достигает 100% в течение 2 часов.

Адсорбция Cr<sup>3+</sup> зависит от содержания карбоксильных групп на поверхности адсорбента. При окислении АУТ концентрация карбоксильных групп возрастает в 2,5 раза, что способствует повышению степени извлечения Cr<sup>3+</sup> из воды с 21 до 100%.

Сравнение свойств изучаемых сорбентов и зерненного активированного угля БАУ-А показало, что последний проявляет меньшую сорбционную активность к ионам хрома. Степень извлечения Cr<sup>3+</sup> и Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> с помощью БАУ-А составила 31 и 25 % соответственно.

Таким образом, модифицированная активированная ткань эффективно поглощает Cr<sup>+3</sup> и Cr<sup>+6</sup> из воды. Возможность использования углеродной ткани в виде лент, дисков, пластин обеспечивает ее преимущество перед зерненными углями.

### Литература

1. Лурье Ю.Ю. (1971) Унифицированные методы анализа вод. М.: Химия

## Определение висмута в рудах и геологических концентратах

*Глызина Татьяна Святославовна<sup>1</sup>**Томский политехнический университет, Химико-технологический факультет,  
Томск, Россия**E-mail: [inosine@yandex.ru](mailto:inosine@yandex.ru)*

Висмут является одним из перспективных металлов, обладающий уникальными свойствами, что обеспечивает его применение в важнейших областях промышленности и медицины. Месторождения висмутовых руд редки. Около 90% мирового потребления покрывается попутной добычей висмута при переработке полиметаллических руд.

Для определения висмута на уровне 0,0001-0,1% в рудах, металлах и сплавах главным образом применяются различные физико-химические методы анализа. Однако большинство используемых методов не удовлетворяют современным требованиям по трудоемкости, чувствительности, длительности анализа с учетом времени подготовки, современной инструментальной оснащённости. Перспективным для определения висмута является метод инверсионной вольтамперометрии, обладающей высокой чувствительностью, простотой реализации и сравнительно низкой стоимостью анализа.

Целью работы было изучение возможности определения висмута в минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии.

Природа фонового электролита оказывает значительное влияние на высоту и стабильность аналитического сигнала висмута. Ввиду специфического поведения ионов висмута, связанного с гидролизом его солей, в качестве фоновых электролитов использовали растворы минеральных кислот.

Анализ исследуемых объектов проводили на базе геолого-аналитического центра «золото-платина» на микропроцессорном анализаторе ТА-4(ООО «ТомьАналит», г.Томск). Вольтамперные кривые получали в режиме линейного изменения потенциала со скоростью 80 мВ/с. В качестве индикаторного электрода использовали ртутно-плёночный. Электрод сравнения хлоридсеребряный (0.1 М КСl).

При изучении зависимости тока анодного пика от потенциала электронакопления установлено, что величина анодного тока увеличивается и достигает максимального значения в области потенциалов (-0,9÷-1,1)В. Большая ассоциация различных элементов в рудной матрице делает пробоподготовку достаточно сложной. Поэтому для выделения ионов висмута из растворов нами выбрано экстракционное извлечение комплекса висмута (III) с дитизоном хлороформом.

В процессе пробоподготовки с экстракционным разделением практически полностью удается отделить висмут (III) от мешающих электрохимическому определению ионов: золота (III), палладия (II), серебра (I), меди(II), сурьмы (IV), свинца(II), мышьяка(III).

Проверена возможность определения висмута в рудах золото-кварц-халькопирит-теллуроввисмутитовой и кальцит-кварц-золото-хлоритовой минерализации. Правильность определения количественного содержания висмута контролировалась методом «Введено-найдено» и сравнением с данными других методов анализа.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 08-05-99001),  
РФФИ (проект 06-05-64091)*

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Колпаковой Н.А. за помощь в подготовке тезисов



**Иммунохимическое определение охратоксина А в кормах для домашней птицы****Голованова Татьяна Владимировна, Басова Евгения Юрьевна<sup>1</sup>**

Саратовский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, Саратов, Россия

E-mail: golovanova\_t.89@mail.ru

Микотоксины - токсичные продукты жизнедеятельности микроскопических (плесневых) грибов, образующихся на поверхности пищевых продуктов и кормов. Одним из наиболее распространенных и опасных микотоксинов является охратоксин А (ОТА), который является вторичным метаболитом *Penicillium* и *Aspergillus*. Этот токсин был обнаружен во множестве пищевых продуктов: в зерне и продуктах на его основе, сухофруктах, кофе, зернах какао, красном перце, виноградном соке, оливковом масле, пиве, а так же в продуктах животного происхождения - молоке и молочных продуктах, субпродуктах. ОТА проявляет нефротоксические, канцерогенные и мутагенные свойства, таким образом, оказывает пагубное воздействие на организм как человека, так и животных. В связи с этим актуальной является проблема разработки методов определения ОТА в различных объектах. Традиционно с целью аналитического определения микотоксинов используются хроматографические методы (ВЭЖХ-Фл, ЖХ-МС/МС), но они имеют ряд существенных недостатков: дороговизна, длительность, трудоемкость, большой расход реактивов. К тому же они не могут быть использованы непосредственно на месте производства и переработки продукции. Поэтому в настоящее время развиваются и внедряются в практику быстрые, недорогие и доступные вне лабораторных условий иммунохимические тест-методы, особенностями которых являются достаточно высокая точность и воспроизводимость результата, а также возможность проведения параллельного анализа большого количества образцов.

Целью настоящей работы явилась разработка неинструментального иммунохимического тест-метода с визуальной детекцией для определения ОТА в кормах для домашней птицы. Контрольная концентрация 40 мкг/кг была выбрана в соответствии с максимально допустимым уровнем, рекомендуемым ЕС. Процесс анализа состоял из нескольких этапов. На первом этапе аликвота исследуемого образца, экстракция которого проводилась смесью ацетонитрил/вода (80/20 об.) пропусклась с помощью шприца через колонку с очищающим слоем непосредственно в колонку с детектирующим иммунослоем, представляющим из себя гель, специфичный к ОТА. Затем после этапа промывки буферным раствором, добавляли конъюгат ОТА с пероксидазой хрена. Конъюгат оставляли в колонке на 3-5 минут, а затем удаляли промыванием буфером. Заключительным этапом являлось добавление окрашивающего субстрата. Варьированием условий были определены оптимальные условия для приготовления геля, оптимальное разведение первичных антител и конъюгата, объем промывочного буфера, а также объем экстракта, при которых возможно визуальное детектирование результата анализа после добавления субстрата. Развитие интенсивной синей окраски иммунослоя свидетельствует об отсутствии ОТА в пробе. Окраска не развивается в случае присутствия ОТА в анализируемом образце выше заданной контрольной концентрации 40 мкг/кг.

---

<sup>1</sup> Авторы выражают признательность доценту, д.х.н. Горячевой И.Ю. за помощь в подготовке тезисов.

## Электроиндуцированная термолинзовая спектроскопия

Горкин Павел Александрович<sup>1</sup>

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

E-mail: pagorkin@mail.ru

**Введение.** Термооптическая спектроскопия зарекомендовала себя как высокочувствительный и неразрушающий метод измерения сверхмалых поглощений при анализе широкого круга объектов и материалов. Классическим вариантом термооптической спектроскопии является использование лазерно-индуцируемых явлений для получения термолинзы.

Однако природа источника энергии, вызывающего термооптические явления, может быть различной. При количественной регистрации термооптических эффектов чувствительность зависит от локального изменения показателя преломления, а воспроизводимость от пространственной и временной регулярности образования термолинзы. Поэтому перспективным выглядит использование электроиндуцированных термооптических эффектов, где, предположительно, регулярности достичь легче.

**Расчетная часть.** Для теоретической оценки аналитических возможностей метода

$$g_0 = B\lambda \frac{\tilde{B}}{l^2} \frac{E_0}{D_T} U^2 t \Lambda c$$

было выведено основное уравнение метода:

Уравнение схоже с основным уравнением термолинзовой спектроскопии, что позволяет использовать уже разработанную оптимальную геометрию детектирующей системы, а также использовать известные термооптические свойства среды для расчёта.

Помимо аналитического выражения, произведён численный расчёт в программном пакете Comsol Multiphysics минимально детектируемой концентрации соли, которая для экспериментальной ячейки оказалась равной  $3 \times 10^{-9}$  М NaCl.

**Экспериментальная часть.** Полученная для 0,005 М NaCl в диапазоне напряжения 10-80 В кривая воспроизводимости показывает, что минимальным сигналом, для которого достигается  $s_r < 0.3$ , является  $g_0 = 0.38$ , чему соответствует напряжение в 41.6 В. Для растворов NaCl (концентрации 0.07—0.005 М, напряжение 41.6 В) получена градуировочная зависимость, показывающая отклонение от линейности при высоких концентрациях в связи с изменением подвижности ионов.

Проведены опыты с концентрацией 0.0005-0.02 М HNO<sub>3</sub> при напряжениях от 600 В до 2 кВ и проверено изменение временной зависимости сигнала от напряжения. При высоких значениях локального нагрева форма кривой изменяется – пик начинает раздваиваться, что, скорее всего, связано с кавитацией.

**Выводы.** Проведённые расчёты и модельные опыты показывают принципиальную возможность использования данного метода детектирования для определения концентрации проводящих веществ. Планируется усовершенствование детектирующей системы, а также проверка возможностей применения метода для более чувствительного определения на основе эффекта Соре.

**Литература.**

1. Bialkowski S.E., *Photothermal spectroscopy methods for chemical analysis*. New York: Wiley. 1996.
2. Зуев Б.К., Ягов В.В., Грачев А.С. // Журн. аналит. химии. 2006. Т. 61. № 12. С. 1–6.
3. Zuev B.K., Lontsov V.V., Zhirkov A.A. ICAS 2006. Book of Abstracts. V.2. P.548.
4. Snook R.D., Lowe R.D. // *Analyst*. 1995. V. 120. P. 2051.
5. Проскурнин М.А., Аброскин А.Г. // Журн. аналит. химии. 1999. Т. 54. № 5. С. 460–468.

**Определение золота и палладия при совместном присутствии в методе  
инверсионной вольтамперометрии**

**Горчаков Эдуард Владимирович**

*Томский политехнический университет, Томск, Россия*

*E – mail: beski@mail.ru*

Проведенные исследования, в геолого–аналитическом центре «золото – платина», показали, что экстракционным методом не удастся полностью разделить Au и Pd, при большом избытке одного или обоих элементов.

Целью данной работы явилось, подбор оптимальных условий разделения золота и палладия с последующим количественным определением этих металлов методом инверсионной вольтамперометрии (ИВА).

Исследуя вольтамперограммы палладия и золота, в методе ИВА, при совместном присутствии и различных соотношениях этих компонентов в пробе показало, что возможно использование химических методов разделения с применением УФ облучения или прямое определение одного из металлов при разделении потенциалов пиков с использованием специальных электронно-вычислительных программ.

Для повышения точности определения палладия(II) методом ИВА вольтамперограммы обрабатывали с помощью компьютерной программы по разделению перекрывающихся пиков, реализующей метод подгонки кривых. Надежность и правильность разделения обеспечивается использованием специальных функций, позволяющим независимо варьировать различные параметры аналитических сигналов. После предварительной оценки парциальных сигналов проводят предварительное разделение, с использованием упрощенной симметричной модели, на последующих этапах усложнение модели позволяет достигнуть более точного разделения (путем вариации несимметричности и общей формы сигнала).

Альтернативным способом может быть химическое восстановление золота(III) при обработке раствора УФ облучением. Обычно восстановление золота(III) при УФ облучении проводят в присутствии органического вещества. Нами изучена возможность использования органических соединений таких как: муравьиная, щавелевая кислоты и смеси щавелевой кислоты с солью Мора.

Наиболее перспективным восстановителем для золота(III) оказалась щавелевая кислота. Муравьиная кислота и смесь щавелевой кислоты с солью Мора тоже являются восстановителем для золота(III), но с муравьиной кислотой реакция протекает не количественно, а смесь щавелевой кислоты и соли Мора частично восстанавливает и палладий(II).

Правильность результатов определения палладия(II) проверена для ряда стандартных образцов, содержащих палладий и золото (таб.).

Таблица. Результаты определения палладия(II) в стандартных образцах (n = 15, P = 0,95)

СО; Au : Pd	Содержание Pd в СО, г/г	После разделения пиков, г/г	после химического восстановления золота, г/г	Без разделения, г/г
ВП- 2; 24,5 : 1	6,63 ± 0,45	6,55 ± 0,39	6,80 ± 0,61	3,25 ± 0,35
ВТ- 1; 24,6 : 1	6,40 ± 0,45	6,22 ± 0,46	6,62 ± 0,53	4,14 ± 0,32
КН- 1; 35,7 : 1	30,00 ± 2,20	28,80 ± 1,80	33,30 ± 3,70	24,60 ± 8,80

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 08 – 05 – 99001) и гранта Президента РФ (НШ – 4658.2006.5).

**Потенциометрический сенсор для определения индометацина<sup>1</sup>****Гуныка Ирина Петровна<sup>2</sup>***Волынский национальный университет имени Леси Украинки, Луцк, Украина**E-mail: iryna.hunka@mail.ru*

Вопросы контроля качества лекарственных средств продолжают оставаться актуальными проблемами современной аналитической химии. Это обусловлено целым рядом обстоятельств, среди которых: увеличение общего числа зарегистрированных в фармакопее лекарственных средств (очень часто от различных производителей), введение в фармацевтическую практику высокоактивных веществ, принадлежащих к новым классам природных и синтетических соединений, экономические изменения на фармацевтическом рынке за счет включения в сферу обращения на международном и региональном уровнях различных субстанций наряду с готовыми лекарственными средствами [1]. Наиболее востребованными являются методики, позволяющие проводить экспрессное определение веществ в фармацевтических препаратах без предварительных стадий их отделения или концентрирования.

Ранее нами проанализированы возможности применения в аналитической химии ион-селективных электродов (ИСЭ) на основе выделенных ионных ассоциатов диклофенака с основными красителями [2 - 3]. В данной работе предложено использование ионного ассоциата индометацина и основного красителя кристаллического фиолетового в качестве электродоактивного вещества для потенциометрического сенсора, который является чувствительный к ионам индометацина.

Исследование электрохимических свойств полученных ИСЭ с различным содержанием ионного ассоциата (1–20 %) свидетельствует, что все они дают отклик на концентрацию индометацина в широком интервале:  $n \cdot 10^{-4}$  –  $5 \cdot 10^{-2}$  М с крутизной электродной функции 49 – 66 мВ/рС и чувствительностью  $n \cdot 10^{-4}$  М. Как пластификаторы использовали диоктилфталат, дибутилфталат, динонилфталат, динонилсебаценат или трикрезилфосфат.

Таким образом, полученные аналитические характеристики ИСЭ свидетельствуют о его эффективности и возможности применения для анализа различных индометацин-содержащих образцов, в частности, фармацевтических препаратов.

**Литература**

Государственная Фармакопея Украины / Государственное предприятие „Научно - экспертный фармакопейный центр". – 1-е изд.: Пер. с ук. – Харьков: Государственное предприятие „Научно - экспертный фармакопейный центр", 2004. – 672 с.

Kormosh Zh., Hunka I., Bazel Y., Kormosh N., Laganovsky A., Mazurenko I. Determination of diclofenac in pharmaceuticals and urine samples using a membrane sensor based on ion associate of diclofenac with Rhodamine B // Central European Journal of Chemistry. – 2007. V. 5. № 3. - P. 813-823.

Kormosh Zh., Hunka I., Bazel Y., Laganovsky A., Mazurenko I., Kormosh N. Novel diclofenac membrane sensor based on ion associate and its application for diclofenac determination // Journal of the Iranian Chemical Society. – 2007. V. № 4. - P. 408-413.

<sup>1</sup> Тезисы доклады основаны на материалах исследований, проведенных при поддержке Международного Вишеградского Фонда (International Visegrad Fund) (грант № 997015).

<sup>2</sup> Автор выражает признательность профессору, к.х.н. Кормошу Ж.А. за помощь в подготовке тезисов (kormosh@univer.lutsk.ua).

**Экстракция щелочных и щелочноземельных металлов в ионную жидкость – салицилат триоктилметиламмония в присутствии краун-эфиров<sup>1</sup>****Торохин Андрей Алексеевич\*, Джигайло Дмитрий Иванович\*\***

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

E-mail: djigailo@yandex.ru

Ионные жидкости (ИЖ, низкоплавкие органические соли) в присутствии краун-эфиров (КЭ) позволяют извлекать ионы щелочных (ЩМ) и щелочноземельных металлов (ЩЗМ) из водных растворов с чрезвычайно высокими коэффициентами распределения, до  $n \times 10^4$  [1]. При этом экстракция солей ЩМ и ЩЗМ КЭ в ИЖ принципиально отличается от экстракции в традиционные органические растворители: практически отсутствуют анионный и солевой эффекты, рост кислотности среды сопровождается не повышением, а, наоборот, резким спадом экстракции [2]. Показано, что экстракция ЩМ и ЩЗМ в ИЖ с КЭ, как правило, протекает преимущественно по катионообменному механизму (в случае традиционных растворителей металлы экстрагируются в виде ионных пар или ионных комплексов [3]) с переходом катионной составляющей ИЖ в водную фазу [4], что ведёт к её загрязнению и препятствует многократному использованию ИЖ. К сожалению, простое наращивание гидрофобности катиона ИЖ с целью подавления катионообменного механизма экстракции резко снижает коэффициенты распределения металлов [4].

Салицилат триоктилметиламмония (ТОМАС), использованный в настоящей работе, – ИЖ, сочетающая большой гидрофобный катион с комплексообразующим анионом [5]. Предполагалось, что комплексообразующая способность аниона позволит компенсировать падение эффективности экстракции, вызванное подавлением катионообменного механизма. В качестве дополнительных экстрагентов были использованы КЭ – широко используемый дициклогексил-18-краун-6 (ДЦГ18К6) и впервые синтезированный (В.Е. Баулин с сотр., ИФАВ РАН) дифенилено-20-краун-6 (ДФ20К6), обладающий двумя бензольными фрагментами.

Изучены рН-зависимости степеней извлечения нитратов ЩМ и некоторых ЩЗМ ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  и  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ) в ТОМАС в присутствии ДЦГ18К6 и ДФ20К6. Получены данные об оптимальных условиях экстракции и составах экстрагируемых комплексов. Для ряда систем экстракция металлов близка к количественной. Так, ионы  $\text{K}^+$  экстрагируются в 0,15 М-й раствор ДФ20К6 в ТОМАС на 90% ( $V_B:V_O = 10:1$ ,  $C(\text{K}^+)_0 = 1,5 \times 10^{-3}$  М,  $\text{pH} \leq 7,5$ ); извлечение ионов  $\text{Rb}^+$  и  $\text{Cs}^+$  в 0,15 М-й раствор ДЦГ18К6 в ТОМАС ( $V_B:V_O = 10:1$ ,  $C(\text{Rb}^+)_0 = C(\text{Cs}^+)_0 = 1,5 \times 10^{-3}$  М,  $\text{pH}_{\text{Rb}} \leq 2$ ,  $\text{pH}_{\text{Cs}} \leq 1$ ) составляет 87 и 92%, соответственно. В ряде случаев оказалось возможным оценить вклады отдельных механизмов экстракции в её общую величину. При этом установлено и проанализировано влияние рН водной фазы на вклад каждого механизма экстракции.

**Литература**

1. S. Dai, Y.H. Ju, C.E. Barnes, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1999, 1201 – 1202.
2. M.L. Dietz, J.A. Dzielawa, *Chem. Commun.*, 2001, 2124 – 2125.
3. M.L. Dietz, *Sep. Sci. Technol.*, 2006, 41, 2047 – 2063.
4. H. Heitzman, B.A. Young, D.J. Rausch, P. Rickert, D.C. Stepinski, M.L. Dietz, *Talanta*, 2006, 69, 527 – 531.
5. V.M. Egorov, D.I. Djigailo, V.V. Sviridov, I.I. Torocheshnikova, I.V. Pletnev. // *International conference "Green Solvents for Processes"*. Friedrichshafen – Germany. October 8 – 11. 2006. P. 122.

<sup>1</sup> Тезисы доклада основаны на материалах исследований, проведённых в рамках гранта Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант № 05-03-32976).

**Оптический сенсор с эффектом памяти для определения аскорбиновой кислоты***Думкин Дмитрий Владимирович**Тверской государственный университет, Тверь, Россия**E-mail:s020485@index.ru*

Витамин С (аскорбиновая кислота) найден и в животном и в растительном мире. Сегодня аскорбиновая кислота производится ежегодно тысячами тонн. Существует множество областей, где необходимо количественное определение этого соединения. Универсального метода определения аскорбиновой кислоты в настоящее время не существует.

Одной из эффективных методик определения аскорбиновой кислоты является оптический сенсор на основе полианилина (ПАН) для определения аскорбиновой кислоты в растворе с высокой чувствительностью.

Известно, что ПАН может изменять свою степень окисленности под воздействием внешних восстановителей (окислителей). В свою очередь изменение степени окисленности приводит к изменению оптической плотности оптического сенсора.

Для изготовления оптического сенсора на основе полианилина мы использовали метод прямого окисления гидрохлорида анилина при добавлении к нему персульфата аммония. В качестве подложки использовали стеклянную пластину. В процессе окисления гидрохлорида анилина происходило образование плотной полианилиновой пленки.

Полученный таким образом сенсор использовался для определения аскорбиновой кислоты. Методика заключалась в следующем: сначала измеряется оптическая плотность сенсора в дистиллированной воде, затем в кювету к сенсору добавляется определенное количество аскорбиновой кислоты неизвестной концентрации, после 30 минут выдерживания в анализируемом растворе аскорбиновой кислоты вновь измеряется оптическая плотность сенсора, затем добавляются 3 стандартных добавки, после каждой из которых измеряется оптическая плотность, время экспозиции добавки-30 минут.

Измерение оптической плотности полианилинового сенсора во всех случаях происходило в 3% растворе уксусной кислоты (не содержащим аскорбиновую кислоту), т.е. оптическая плотность сенсора определялась концентрацией аскорбиновой кислоты, в растворе которой он предварительно находился. Следовательно, обнаружен своеобразный «эффект памяти».

Важной характеристикой данного оптического сенсора является достаточно высокая селективность по отношению к некоторым другим витаминам. Кислота фолиевая, рибофлавин, никотинамид и др. практически не влияют на величину оптической плотности сенсора. Это дает возможность практического использования полианилинового сенсора для определения аскорбиновой кислоты в некоторых лекарственных препаратах, например «Ундевит».

Использование предложенной методики для определения аскорбиновой кислоты в препарате «Ундевит» показало высокую достоверность полученных результатов и, на наш взгляд, может быть использовано для практического определения данного витамина в больших масштабах, а также имеет хорошие перспективы для коммерциализации.

**Разделение бензойных кислот методом ТСХ с управляемой газовой фазой****Загниборода Д.А., Сумина Е.Г., Штыков С.Н., Атаян В.З.***Саратовский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, химический факультет, Саратов, Россия.**Z\_D\_A\_SSU@mail.ru, AtayanVZ@rambler.ru*

Впервые изучено разделение кислотных сорбатов – амино-, нитро- и галогенсодержащих бензойных кислот методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) в присутствии кислотных, основных и нейтральных газовых модификаторов в герметичной камере. В качестве кислотных модификаторов использованы углекислый газ и пары уксусной кислоты, в качестве нейтральных – пары этанола. В качестве основных – пары аммиака.

Установлено, что на прямой фазе при использовании  $\text{NH}_3$  подвижность ( $R_f$ ) исследуемых веществ уменьшается, на обращённой фазе – увеличивается. При использовании  $\text{CO}_2$  наблюдаются обратные эффекты: значительное увеличение значений  $R_f$  на Силуфол, на RP-18 – их уменьшение. Дано объяснение наблюдаемым эффектам с позиций изменения рН подвижной фазы при пропускании  $\text{CO}_2$  и  $\text{NH}_3$ .

Показано, что в присутствии обоих газов хроматографические зоны бензойных кислот на обращённой фазе более компактны, чем на прямой. При хроматографировании на всех пластинах селективность разделения ( $\alpha$ ) соединений улучшается. Для углекислого газа на обращённой фазе значения  $\alpha$  возрастают в ~5 раз, число теоретических тарелок (N) в 5-10 раз, а ВЭТТ (H) уменьшается в 2.5-10 раз, на прямой фазе  $\alpha$  увеличивается в 2-10 раз, N в 5-10 раз, а H уменьшается в 2-20 раз по сравнению с классическим вариантом хроматографирования. Использование аммиака на обращённой фазе даёт увеличение  $\alpha$  в 1,2 – 2 раза.

Установлено, что наилучшие модифицирующие эффекты для пластин с нормальной фазой наблюдаются для галогензамещенных бензойных кислот, в случае обращённой фазы эффекты модифицирования практически одинаковы для всех исследуемых сорбатов.

**Синтез и изучение хроматографических свойств ковалентно-привитых анионообменников на основе полистирол-дивинилбензола в режиме ионной хроматографии.**

**Затираха А.В.**

*Московский государственный университет им М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

*E-mail: sashaz2006@yandex.ru*

Выбор неподвижной фазы играет определяющую роль при проведении хроматографического анализа, поэтому поиск новых путей синтеза сорбентов, в частности для ионной хроматографии, является актуальной научной проблемой. При использовании ионообменных смол на основе ПС-ДВБ удерживание анионов может определяться не только ионообменными, но и неионообменными взаимодействиями. Поляризуемые анионы, такие как нитрат и бромид, могут взаимодействовать с матрицей сорбента путем образования  $\pi$ - $\pi$  комплексов, что приводит к увеличению относительного удерживания и ухудшению эффективности при определении анионов такого рода. Известно, что улучшить ионохроматографические свойства анионообменников можно за счет пространственного удаления функциональной группы от ядра сорбента.

В данной работе предложен новый подход для синтеза анионообменников с пространственно удаленной функциональной группой и «полярной вставкой». Проведено сравнение ионохроматографических свойств этого сорбента и сорбента с гидрофилизированной поверхностью.

В качестве матрицы для синтеза ионообменников использовали сополимер стирола и дивинилбензола со степенью сшивки 25%, диаметром зерен  $3,3 \pm 0,2$  мкм, площадью поверхности  $200 \text{ м}^2/\text{г}$ , общим объемом пор  $0,64 \text{ см}^3/\text{г}$  и средним диаметром пор 6 нм (лаборатория хроматографии химического факультета МГУ). Синтез проводили по следующей методике:

Анионообменник со спейсером и «полярной вставкой»	Анионообменник с гидрофилизированной поверхностью
1) нитрование матрицы нитрующей смесью	
2) восстановление нитрогрупп с помощью хлорида олова или дитионита натрия	
3) алкилирование аминогрупп с помощью дибромалканов	3) алкилирование аминогрупп с помощью метилиодида
4) аминирование триметиламином	

Для сравнения ионохроматографических свойств полученных анионообменников был выбран двухколоночный вариант ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием при элюировании карбонатным буферным раствором и растворами карбоната натрия. Для обоих сорбентов получен следующий ряд удерживания анионов:  $\text{F}^- < \text{Cl}^- < \text{HPO}_4^{2-} < \text{Br}^- < \text{SO}_4^{2-} < \text{NO}_3^-$ . Пики бромид- и нитрат ионов имеют сильно размытый задний фронт. Аномальное удерживание поляризуемых анионов, а также сильное размытие их пиков обусловлены неионообменными взаимодействиями с матрицей сорбента, а также влиянием непрореагировавших нитрогрупп на поверхности. Показано, что эффективность колонки в случае анионообменника с пространственно удаленной функциональной группой для всех компонентов выше, чем для сорбента с гидрофилизированной поверхностью (19900 тг/м и 2000 тг/м для фосфата соответственно). Кроме того, при использовании дитионита натрия в качестве восстановителя наблюдается улучшение формы пика и увеличение эффективности для всех анионов, кроме хлорида.



**Мониторинг состояния воды и природных отложений р. Кур****Зюкова Е.А., Кометиани И.Б.**

ГОУВПО «Курский государственный университет», естественно-географический факультет, г.Курск, Россия  
max-arit@yandex.ru

Экологическое положение малых рек, особенно протекающих в промышленных зонах, районах интенсивного использования, вызывает опасение. Поскольку малые реки являются одними из наиболее чувствительных к антропогенному воздействию, то о состоянии экосистемы водоема в целом, о тенденции в ее развитии можно судить по изменению показателей качества природных вод и придонных отложений.

Река Кур протекает по центральной части г. Курска, на всей протяженности несет воды загрязненные различными поллютантами. В радиусе пятикилометровой зоны русла находятся такие предприятия, как: ФГУП «Курская биофабрика», ОАО «Прибор», АОА «Электроаппарат». Диффузными источниками загрязнения реки Кур являются неорганизованные стоки с урбанизированных территорий. Поэтому характерные загрязняющие вещества воды р.Кур - легкоокисляемые органические вещества (нефтепродукты, синтетические ПАВы, фенолы), соединения железа, аммонийный и нитритный азот, соединения меди.

Исследование восстановительной способности донных отложений р.Кур и уровня загрязнения их тяжелыми металлами производили по методу Е.Н. Мишустина и И.С. Вострова. В качестве индикатора протеазной активности использовали рентгеновскую пленку, желатиновый слой которой разрушается микроорганизмами. В донных отложениях с высокой активностью протеаз значительное разрушение желатинового слоя наблюдается на большей части поверхности пленки. При малой протеазной активности пораженные участки видны в виде точек и разрозненных матовых пятен малого диаметра. По массе полоски пленки с желатином (до начала опыта) и без него узнают исходную массу желатинового слоя. Наконец, по потерям желатина в ходе эксперимента и исходной массе вычисляют массовую долю потери желатина при экспонировании. Время экспозиции 24 часа.

Экспериментальные исследования охватывали период с сентября 2003 г по апрель 2005 г. Забор проб производили на участках с разным уровнем антропогенной нагрузки.

В ходе исследования получены следующие результаты: для придонных отложений реки Кур на разных участках характерна как низкая активность микроорганизмов, продуцирующих протеазы, что свидетельствует о высоком уровне загрязнённости водоема ионами тяжелых металлов, так и высокая. Полученные результаты свидетельствуют о том, что экосистема в целом испытывает значительную антропогенную нагрузку, уровень загрязнения носит сезонный характер.

Таким образом, в результате комплексного исследования качества воды р.Кур было установлено, что: ХПК 10,8 мгО/л (норма 5), что свидетельствует о высоком содержании поллютантов органического характера; сухой остаток 600мг/л; содержание взвешенных частиц 2,5мг/л; растворенный кислород 3,2мг/л; общее железо 1,8мг/л, железо (III) 1,5мг/л; содержание ионов: нитратов 4,0мг/л, нитритов 0,2мг/л, ионов аммония 4,0мг/л, сульфатов 450мг/л, хлоридов 95мг/л; содержание кислородсодержащих анионов в воде низкое, это может свидетельствовать о достаточно стабилизированных окислительно-восстановительных процессах. Содержание фенола колеблется от 0 до 25,9 мкг/л.

Исходя из полученных данных класс качества воды р.Кур – IV (грязная). О чем свидетельствует и обедненная водная и околородная флора и фауна.

**Библиография**

Мишустин Е.Н., Востров И.С. Аппликационные методы в почвенной микробиологии // Микробиологические и биохимические исследования почв.- Киев, 1971.- 110с.

**Определения мышьяка в объектах биологической природы с применением биосенсорной системы на основе E.coli****Иванина А.В.<sup>1</sup>, Шуваева О.В.<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Новосибирский государственный университет<sup>2</sup>Институт неорганической химии им. А.В. Николаева

E-mail: ivaninaa@mail.ru

Известно, что различные формы мышьяка, воздействующие на здоровье человека непосредственно или в ходе метаболического превращения неорганических соединений мышьяка в органические, могут проявлять различные эффекты, как генотоксического так и негенотоксического характера [1]. Уже много лет ведутся исследования по механизму воздействия неорганических форм мышьяка на здоровье человека. Один из способов получить ответ на этот вопрос - изучение трансформации мышьяка в биосубстратах человека, таких как кровь, моча, волосы [2], которое в свою очередь связано с необходимостью получения информации о содержании в указанных объектах различных химических форм мышьяка. Однако сложный состав проб и низкие концентрации определяемых соединений создают ряд проблем при анализе. По этой причине разработка методов определения мышьяка в биологических образцах является актуальной. Для быстрой, иногда даже полуколичественной оценки содержаний химических форм мышьяка в объектах биологической природы применение биосенсорной системы представляется весьма перспективным.

Ранее нами была разработана методика на основе биосенсорной системы для определения неорганических форм мышьяка в природных и техногенных водах. Принцип действия используемой нами системы заключается в синтезе фермента (бета-галактозидазы) клеткой в ответ на присутствие мышьяка в анализируемом растворе. Такой метод является очень чувствительным (диапазон определяемых концентраций 10-150 мкг/л) и может применяться для скрининговых исследований [3].

Целью настоящего исследования является оценка возможности применения клеточной биосенсорной системы на основе E.coli для определения содержания мышьяка в образцах биологической природы и разработка методики определения мышьяка в моче, сыворотке крови и волосах.

В рамках настоящей работы был предложен способ устранения влияния состава пробы на величину аналитического сигнала; показано, что предложенный прием обеспечивает более низкие пределы обнаружения и увеличивает чувствительность метода; выявлено мешающее влияние других компонентов пробы на формирование аналитического сигнала с применением метода добавок. Разработанная методика применена к анализу образцов мочи, сыворотки крови и волос.

**Литература**

1. Rossman T.G., Mechanism of arsenic carcinogenesis: an integrated approach, Mutation Research, 533, 37-65, 2003
2. Mandal, B.K., Ogra, Y., Anzai, K., Suzuki, K.T., Speciation of arsenic in biological samples. Toxicol. Appl. Pharm. 198, 307-318, 2004
3. Иванина А.В., Шуваева О.В., Создание тест-метода на основе биосенсорной системы для определения мышьяка в природных объектах. Материалы Российской школы-конференции молодых ученых.-Пушино: ИБФМ РАН, 40, 2006

**Фотоиницированное автоокисление 3,3',5,5'-тетраметилбензидина как индикаторная реакция для определения органических соединений***Игошин Андрей Александрович**Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: andrey\_igoshin@mail.ru*

Кинетический метод анализа основан на измерении скорости индикаторной реакции под действием определяемого соединения. К преимуществам метода относятся простота, экспрессность и возможность определять низкие концентрации аналитов. Ранее в лаборатории кинетических методов анализа было обнаружено, что инициируемая персульфатом реакция автоокисления 3,3',5,5'-тетраметилбензидина (ТМБ) может быть использована для чувствительного и селективного определения некоторых азотсодержащих соединений. Целью данной работы было изучение возможности проведения автоокисления ТМБ в варианте фотоиницирования и исследование влияния ряда модельных органических соединений на скорость этой реакции, а также определение некоторых из этих соединений.

В работе изучена возможность проведения автоокисления ТМБ и найдено, что оно протекает на фильтровальной бумаге при облучении лампой накаливания. Скорость реакции контролировали путем измерения интенсивности света, отраженного синезеленым продуктом окисления ТМБ. Измерение проводили на портативном фотометре-рефлектометре "Унифот-тест-405" ("Марафон", Москва). В качестве источника света использовали светодиод с длиной волны 615 нм. Выбраны оптимальные условия проведения данной индикаторной реакции (рН 2.5–3.0, времени облучения 1 мин,  $c_{\text{ТМБ}} = 1 \times 10^{-2}$  М). Найдено, что реакцию ингибируют следующие вещества: анилин, 2-аминопиридин, 1-нафтиламин, гидрохинон, 1,4-диоксинафталин, 1,7-диоксинафталин, кверцетин и 4,5,7-триоксифлавоны. Не влияют на протекание реакции еще 8 соединений: этиламин, диметиламин, дифениламин, акриламид, фенол, 4-нитрофенол, тиомочевина, аскорбиновая кислота. Таким образом, на скорость реакции фотоиницированного автоокисления ТМБ влияют соединения, обладающие антиоксидантными свойствами, а также легко окисляющиеся ароматические амины, например, производные нафталина.

Показана возможность быстрого полуколичественного определения 1-нафтиламина с помощью данной индикаторной реакции. Минимальная определяемая концентрация равна  $6 \cdot 10^{-5}$  М;  $s_r = 0,02$  (при концентрации 1-нафтиламина  $1 \cdot 10^{-4}$  М).

1-Нафтиламин является маркером отравления полициклическими ароматическими соединениями, поэтому его определение актуально в биологических жидкостях. Изучено влияние альбумина человека на сигнал 1-нафтиламина. Сам белок не оказывает существенного влияния на скорость индикаторной реакции. Альбумин не влияет на сигнал  $1 \cdot 10^{-4}$  М 1-нафтиламина вплоть до концентрации 0,03 г/л, что позволит определять 1-нафтиламин в биологических жидкостях после удаления белка.

В перспективе планируется повышение селективности и чувствительности определения 1-нафтиламина за счет концентрирования.

**Экстракция тяжелых металлов и радионуклидов сорбентами на основе фруктового пектина из водных систем<sup>1</sup>**

**Кирпичева Татьяна Евгеньевна, Родькин Максим Сергеевич, Санцевич Артур Ярославович, Давыдовский Евгений Борисович.<sup>2</sup>**

Лицей №2 при Международном государственном экологическом университете имени А.Д. Сахарова, г. Минск, Беларусь  
E-mail: bysam@rambler.ru

**Введение**

Природные водоемы не имеют естественных механизмов очистки от тяжелых металлов и радионуклидов, поэтому актуальным является возможность их экстракции (или сорбции) с помощью комплексообразующих соединений. Недорогими и эффективными сорбентами для этих целей могут стать растительные биополимеры - пектины, в большом количестве содержащиеся в кожуре фруктов и овощей. Свойства пектинов связывать тяжелые металлы связаны с их способностью к комплексообразованию. Другим эффективным сорбентом фруктовой кожуры является целлюлоза. Поэтому перспективным является разработка комплексного сорбента, что может оказаться не только эффективным с точки зрения аккумуляции поллютантов, но экономично благодаря снижению затрат на производство. Целью работы являлась определение аккумулярующей способности сорбентов на основе фруктового пектина и целлюлозы различного происхождения по отношению к ионам меди, свинца и радионуклидам.

**Методы**

Сорбенты были приготовлены путем высушивания фруктовой кожуры при температуре 90°C. Сорбционная емкость по отношению к ионам меди рассчитывалась на основании сравнения исходной и конечной концентрации меди в растворе, определяемых методом йодометрического титрования. Относительное содержание связанного свинца определяли гравиметрическим методом на основании сравнения масс озоленных навесок сорбентов до и после сорбции. Эффективность сорбции радионуклидов была оценена на основании снижения активности Cs-137 в образцах после 2-, 4- и 6-часовой инкубации, определяемой радиометрически.

**Результаты**

Нами были исследованы сорбенты, приготовленные из кожуры яблок, апельсинов, лимонов, мандаринов и бананов. Наиболее эффективными в отношении ионов меди являются сорбенты, приготовленные из апельсинов, которые способны связать  $182 \pm 8$  мг/г меди. Для банановых сорбентов эта величина составила  $180 \pm 6$  мг/г. Наименьшую эффективность имели сорбенты, приготовленные из кожуры мандаринов. Наблюдаемые колебания могут быть объяснены различным уровнем содержания и степенью этерификации функциональных групп пектина различного происхождения. Сравнение масс озоленных навесок сорбентов после 6 часов инкубации с 0,1 М раствором PbSO<sub>4</sub> показало ее максимальное увеличение для яблочного сорбента ( $10,0 \pm 0,5\%$  по сравнению с исходной). В отношении Cs-137 наибольшую эффективность проявили яблочные сорбенты: активность образцов в течение 6 часов инкубации понизилась на  $28,5 \pm 2,8\%$ .

**Литература**

1. Санцевич А.Я., Кирпичева Т.Е., Родькин М.С., Давыдовский Е.Б. (2007) // В Сб. мат-лов II научной студенческой конференции «Экологические проблемы современности». – Мн.: МГЭУ им. А.Д. Сахарова. – С.54.
2. Сергущенко И. С. и др. (2004) // Биология моря. том 30, № 1. С. 83-85.

<sup>1</sup> - Работа выполнена на базе НИЛ «Экологической иммунологии и микробиологии» и учебной лаборатории дозиметрии МГЭУ им. А.Д. Сахарова.

<sup>2</sup> - Авторы выражают признательность ст. преподавателю кафедры иммунологии МГЭУ им. А.Д. Сахарова Вишневской Ю.А. за помощь в подготовке тезисов.

**Использование п-диметиламинокоричного альдегида для спектрофотометрического определения сульфаниламидов****Клокова Е.В.***МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет  
e-mail: mail.lena@list.ru*

Сульфаниламиды – производные п-аминобензолсульфаниловой кислоты, находят широкое применение в современной фармацевтической практике как эффективные химиотерапевтические антибактериальные средства. Безопасное и эффективное использование этих лекарственных препаратов требует тщательного контроля применяемых дозировок, поскольку даже при незначительном их нарушении для них характерна высокая токсичность. Это обстоятельство предполагает определение концентрации сульфаниламидов в различных биологических образцах: биологических жидкостях, плазме крови, срезах тканей. В связи с этим, а также с участвовавшими случаями появления фальсифицированных лекарственных препаратов возрастает потребность в быстрых и надежных средствах диагностики качественного и количественного состава сульфаниламидов в биологических жидкостях и лекарственных формах. В последнее время большое внимание уделяется разработке методов определения сульфаниламидов и в продуктах питания. Это связано с неумеренным и часто неконтролируемым применением этих лекарственных препаратов в животноводстве. Задачи обнаружения и определения сульфаниламидов возникают и при анализе объектов окружающей среды на этапе контроля смывных вод, которому уделяется значительное внимание на современных фармацевтических предприятиях.

В данной работе представляет интерес использование в качестве реагента для спектрофотометрического определения сульфаниламидов п-диметиламинокоричного альдегида (ДМАКА). Показано, что в ацетонитриле этот реагент вступает в реакцию конденсации с сульфаниламидом, сульфаметоксипиридазином, сульфаклорпиридазином, сульфаметоксазолом и сульфаметазином с образованием окрашенных продуктов реакции, предположительно оснований Шиффа ( $\lambda_{\text{max}} = 540 \text{ нм}$ ). Установлены оптимальные условия проведения реакции конденсации сульфаниламидных веществ с ДМАКА. Изучено влияние концентрации соляной кислоты, ДМАКА, а также содержания воды в системе на выход продукта конденсации. Показано, что градуировочные зависимости оптической плотности от концентрации определяемых сульфаниламидов линейны в диапазоне концентраций  $3,4 \cdot 10^2 - 5,7 \cdot 10^3 \text{ нг/мл}$ , пределы обнаружения сульфаниламидов составляют  $n \cdot 10^2 \text{ нг/мл}$ .

На основании проведенных исследований разработана методика спектрофотометрического определения сульфаниламидов, отличающаяся низкими пределами обнаружения, простотой и хорошей воспроизводимостью. Методика применена для определения сульфаметоксазола и сульфаметазина в некоторых лекарственных препаратах.

**Влияние длительности хранения анионита АВ-17-8 на его технологические характеристики в установках обессоливания воды****Ковалева Ольга Валерьевна<sup>1</sup>***Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, Воронеж,  
Россия**E-mail: kovov84@mail.ru*

Анионит АВ-17-8 используют в системах ионитной подготовки воды для удаления кремниевых кислот в монофильтрах, а также для окончательного дообессоливания в фильтрах смешанного действия (ФСД). Ухудшение его первоначальных свойств делает невозможным получение высокоомной воды, так как кроме кремниевых кислот в воде остается еще угольная кислота. Поэтому к обескремнивающему иониту предъявляются особые требования – хорошие кинетические свойства и высокая обменная емкость в отношении анионов слабых кислот. Для выяснения влияния длительности хранения промышленных партий ионита исследованы образцы высокоосновного анионообменника АВ-17-8, хранившихся 1, 3 и 5 лет. В статистических условиях определено общее количество ионогенных групп (ПОЕ), а также количество функциональных групп низкой основности. По кремниевой кислоте обменная емкость до полного насыщения слоя ионита получена в динамическом режиме (ДОЕ).

\*\*\*

Установлено, что после первых трех лет хранения анионит лишился почти 23 % общей обменной емкости. Снижение ПОЕ произошло за счет потери групп высокоионизированных, то есть как раз тех групп, которые ответственны за поглощение анионов слабых кислот. Этим объясняется падение емкости по кремниевой кислоте на 1/3 от исходной. В процессе хранения произошло дезаминирование четвертичного аммониевого основания. После пяти лет хранения анионит лишился 30 % обменной емкости.

Для оценки кинетических свойств анионита исследована кинетика сорбции хлорид-ионов из растворов HCl в условиях ограниченного объема. В технике часто используют так называемый кинетический показатель – долю использованной емкости за первые 10 мин контакта. Этот критерий позволяет быстро оценить состояние ионита как свежего, так и работавшего в установках обессоливания воды или хранившегося на предприятии. Оказалось, что кинетический показатель заметно уменьшился при хранении анионита. Выявленные изменения кинетических свойств отразились даже на процессе сорбции хлорид-ионов: в динамических условиях рабочая обменная емкость (обменная емкость до проскока хлорид-ионов в фильтрат) стала меньше на 15-20 %. Потеря высокоосновных групп при хранении анионита обусловила значительное падение динамической обменной емкости в отношении кремниевой кислоты. Уменьшение количества высокоосновных групп на 23 % вызвало снижение ДОЕ по кремнекислоте на 34 % после трех и на 50 % - после пяти лет хранения.

Таким образом, длительное хранение высокоосновного анионита АВ-17-8 нежелательно, так как ухудшаются его физико-химические свойства, и как следствие – технологические показатели. Поэтому срок хранения не должен превышать одного года.

**Литература**

1. Кульский Л.А. (1986) Технология очистки природных вод. Киев: Вища школа.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Славинской Г.В. за помощь в подготовке тезисов.

**Биомимический сенсор для определения кофеина на основе полимера с молекулярными отпечатками****Коробельников Михаил Петрович, Бондаревский Артём Сергеевич***Липецкий государственный технический университет, химико-металлургический факультет, Липецк, Россия  
E-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru*

Пьезокварцевые биосенсоры позволяют проводить надежное определение биологически активных соединений в многокомпонентных пробах. Однако для анализа неводных и агрессивных сред биосенсоры практически не применяются. В настоящее время активно проводятся исследования, направленные на получение полимеров, обеспечивающих, как и биореагенты, высокую специфичность детекции различных аналитов. Обычно полимеры с молекулярными отпечатками (ПМО) получают путем блочной полимеризации, измельчают, затем отбирают мелкодисперсные фракции и, после удаления темплата, наносят в виде суспензии в поливинилхлориде и органическом растворителе (обычно тетрагидрофуране) тонким слоем на электроды сенсора. Такая методика получения рецепторного слоя характеризуется невысокой воспроизводимостью, т.к. невозможно управлять толщиной и массой покрытия в процессе его нанесения на электроды сенсора.

Предложен массочувствительный биомимический сенсор для определения кофеина на основе полимера с молекулярными отпечатками, полученного непосредственно на поверхности золотого электрода сенсора электрополимеризацией анилина в присутствии сшивающего реагента – резорцина и молекул темплата. Пьезокварцевый резонатор АТ-среза (рабочий электрод) был включен в состав трёхэлектродной ячейки, состоящей также из хлоридсеребряного электрода сравнения и угольного вспомогательного электрода.

Исследовано влияние условий полимеризации, природы и рН фонового электролита, продолжительности процесса на толщину и морфологию тонкопленочного покрытия. Показано, что оптимальные по толщине и свойствам покрытия получают при осуществлении электросинтеза в режиме циклической развертки потенциала со скоростью 400 мВ/мин в растворе HCl с концентрацией 0,1 моль/л при молярном соотношении реагентов анилин : резорцин : кофеин равном 3 : 1 : 3. Применение в качестве фонового электролита H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> или HCl в концентрации выше 1 моль/л негативно влияет на адгезию пленки полимера, а также нарушает однородность покрытия и его устойчивость при регенерации. Масса покрытия зависит от продолжительности электросинтеза (число циклов поляризации). Оптимальные по массе (0,5 мг) и равномерные покрытия формируются за 80 минут, что соответствует 10 циклам развертки потенциала.

По окончании полимеризации электрод сенсора промывали ацетоном и бидистиллированной водой (40°C) для удаления несвязавшихся мономеров и молекул темплата, контролируя полноту отмывки методом пьезокварцевого микровзвешивания.

Сенсор апробирован при определении кофеина в водных растворах методом «dip & dry». Для исключения влияния неспецифической сорбции аналитический сигнал сенсора измеряли относительно сенсора сравнения, на поверхность электродов которого был нанесен полимер, не содержащий темплата. Линейная зависимость аналитического сигнала сенсора от концентрации кофеина наблюдается в диапазоне концентраций 0,1 - 10 мкг/мл. Результаты определения кофеина с помощью пьезокварцевого сенсора удовлетворительно совпадают с данными, полученными методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

**Авторы выражают благодарность научному руководителю д.х.н., профессору Ермолаевой Татьяне Николаевне.**

**Новый способ индивидуального определения Cr(III) и Cr(VI) в водах различных типов****Косолапова Наталья Игоревна<sup>1</sup>**

Курский государственный университет, Курск, Россия

E-mail: Nataliko7@yandex.ru

Широкое распространение для определения хрома в водах различных типов получил метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Однако при его использовании можно установить только общее содержание хрома в растворе. Для раздельного количественного определения Cr(III) и Cr(VI) в воде предложена комбинация эффективного разделения Cr(III) и Cr(VI) при помощи полимерного сорбента полистирол-метилбенз-триазола и селективного детектирования ААС. Следует отметить, что подобное сочетание позволяет обеспечить неизменность состояния определяемой формы элемента в процессе пробоподготовки, дает возможность сконцентрировать интересующий компонент, а так же исключает контакт исследователя с токсичными органическими растворителями.

Полистирол-метилбенз-триазол синтезирован в Секторе химического анализа Института геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН [1]. Установлено что в том интервале значений pH, который является наиболее оптимальным для сорбции Cr(III) (степень сорбции в условиях эксперимента 100%), сорбция Cr(VI) практически не происходит (степень сорбции менее 5%). Кроме того данный сорбент обладает достаточно высокой сорбционной емкостью по отношению к Cr(III) (16,4 мг/г) и хорошими кинетическими характеристиками процесса сорбции. Сорбции не мешают  $n \cdot 10^5$  кратные количества  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ;  $n \cdot 10^4$  –  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ;  $n \cdot 10^3$  –  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ;  $n \cdot 10^2$  –  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ .

Новая сорбционно-атомно-абсорбционная методика включает в себя следующие аналитические процедуры:

- отбор и подготовка проб вод к анализу;
- индивидуальное выделение и концентрирование микроколичеств Cr(III) в оптимальных условиях сорбции (pH 8,0; время контакта раствора с сорбентом – 40 минут);
- десорбция Cr(III) обработкой комплекса «сорбент-Cr(III)» раствором серной кислоты с концентрацией 2 моль/л;
- определение содержания элемента в аликвоте полученного раствора атомно-абсорбционной спектроскопией с электротермической атомизацией пробы (ААС ЭА);
- определение валового содержания хрома в пробе ААС ЭА и расчет концентрации Cr(VI) как разницы между общей концентрацией хрома в воде и концентрацией Cr(III);

Апробация методики осуществлялась при исследовании питьевой воды Центрального округа г. Курска, природной воды реки Сейм, на участках выше и ниже по течению г. Курска, и сточной воды, прошедшей все этапы очистки на городских очистных сооружениях. Превышения уровня ПДК по Cr(III) и Cr(VI) для исследуемой питьевой и природной воды не было обнаружено.

Правильность определения компонентов проверена методом «введено-найдено» на реальных объектах.

**Литература**

1. Басаргин Н.Н., Оскотская Э.Р., Симакова О.Е., Дорофеева Е.А. (2006) Теоретические и практические аспекты применения полимерных хелатообразующих сорбентов в анализе объектов окружающей среды. Т.1. Орел: ОГУ, 2006. 176 с.

<sup>1</sup>Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Басаргину Н.Н. за помощь в подготовке тезисов и к.х.н. Розовскому Ю.Г. за осуществление синтеза сорбента полистирол-метилбенз-триазола



**Хромато-масс-спектрометрический анализ  $CCl_4$  высокой чистоты методом бинарных фаз переменной емкости****Крылов Алексей Валентинович\*, Мосягин Павел Валерьевич\***

*\*Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,  
химический факультет, 603950 Нижний Новгород, просп. Гагарина 23  
E-mail: k658995@mail.ru*

Четыреххлористый углерод высокой степени чистоты применяется в волоконной оптике в качестве дезактиватора гидроксильных групп и в аналитической химии при экстракционном концентрировании примесей. Содержание органических соединений в исходном экстрагенте должно быть  $10^{-7}$ - $10^{-8}$  масс.% и менее. Нами проведена идентификация примесей в четыреххлористом углероде высокой степени чистоты и разработана хромато-масс-спектрометрическая методика их определения. Использован метод бинарных фаз переменной емкости (БФПЕ), в котором основной компонент анализируемой смеси выполняет активную роль дополнительной неподвижной фазы. Показано, что это возможно в условиях реализации вогнутой изотермы распределения четыреххлористого углерода. Определена температурная область формирования вогнутой изотермы распределения четыреххлористого углерода для слабополярных и сильнополярных неподвижных фаз. Изучено влияние четыреххлористого углерода на фактор емкости БФПЕ, эффективность колонки и разрешение определяемых в четыреххлористом углероде примесных компонентов. Установлено, что введение в капиллярную колонку проб до 0,1-0,5 мкл приводит к заметному сужению хроматографических полос примесей, элюирующихся сразу после четыреххлористого углерода. Удельная эффективность колонки в изотермическом режиме по этим примесям достигает 105000 ТТ/м(!). Исследование выполняли на хромато-масс-спектрометре Focus DSQ II с квадрупольным масс-анализатором и капиллярными колонками FFAP и SE-54 длиной 30-60 м. Идентифицировано 29 примесей органического и неорганического характера. Впервые обнаружены примеси бромдихлорметана, бромтрихлорметана, гексахлорциклопропана, додекана, декана, нонана, стирола, тетрадекана, толуола и элементарной серы. Для повышения надежности идентификации примеси предварительно концентрировали методами ректификации и релеевской дистилляции. Количественный анализ проводили в режиме полного ионного тока, а также селективного ионного мониторинга. Пределы обнаружения примесей составили  $1 \cdot 10^{-7}$ - $8 \cdot 10^{-9}$  масс.%.

**Химическое модифицирование поверхности оксида алюминия производными пирокатехина****Кубышев С.С.***Московский государственный университет, Химический факультет, Москва, Россия  
Kubyc@mail.ru*

Наряду с совершенствованием традиционных фаз на основе силикагеля или органополимерных матриц все более насущной задачей для хроматографии становится изучение возможности применения других подложек, в частности получения новых сорбентов путем химического модифицирования поверхности оксидов металлов. Оксид алюминия благодаря развитой поверхности, механической прочности и гидролитической стойкости давно применяется в газовой и нормально-фазовой хроматографии. Однако работы по модифицированию его поверхности органическими кислотами и силанами немногочисленны, а полученные сорбенты мало устойчивы и не имеют практического применения.

Нами предложено использовать для модифицирования поверхности оксида алюминия производные пирокатехина – тайрон, галловую кислоту, пирокатехиновый фиолетовый. Известно, что соединения этого класса образуют прочные внутриклеточные соединения с ионами алюминия в растворе за счет замыкания пятичленного цикла с участием 1,2-дигидроксибензильного фрагмента молекулы модификатора. Предполагалось, что в известных из литературы оптимальных условиях будет возможно провести поверхностную прививку модификаторов из растворов по комплексообразовательному механизму.

В качестве носителя применяли коммерчески доступный  $\gamma$ -оксид алюминия зернением не более 60 мкм. Показано, что для установления сорбционного равновесия требуется не более 15 минут встряхивания навески сорбента с водным раствором модификатора. Были изучены зависимости сорбции модификаторов от pH растворов, при различных значениях pH получены изотермы сорбции. Из анализа полученных данных можно сделать вывод о сложном механизме сорбционного процесса. Так, на примере тайрона видно, что значение коэффициента распределения практически постоянно в широком диапазоне pH, но форма изотерм сорбции сильно зависит от кислотности среды. Вероятно, в кислой среде преобладающим взаимодействием является электростатическое притяжение молекулы тайрона к положительно заряженной поверхности носителя, в нейтральной среде сорбция происходит за счет специфических взаимодействий между ароматическим кольцом тайрона и льюисовскими кислотными центрами оксида алюминия, а собственно комплексообразование имеет место только в достаточно щелочных средах. Образование плато на изотермах сорбции может быть объяснено одновременной сорбцией по нескольким механизмам и переориентацией молекул модификатора. Полученные сорбенты устойчивы в интервале pH 1 – 10.

Для изучения возможности практического применения полученных сорбентов сравнили сорбцию ионов переходных металлов на носителе и на модифицированных сорбентах, полученных в нейтральной среде. Остаточное содержание металлов в водной фазе после сорбции определяли спектрофотометрически. Различия в кривых pH-зависимости сорбции меди и в спектрах диффузного отражения образцов носителя и модифицированного сорбента, содержащих медь, указывают на то, что в последнем случае сорбция ионов меди обусловлена комплексообразованием и не сводится к ионному обмену за счет остаточных гидроксигрупп носителя. Рассчитанные на основе этого предположения значения констант комплексообразования находятся в хорошем соответствии с литературными данными.

Полученные результаты свидетельствуют о возможности применения полученных сорбентов в комплексообразовательной хроматографии и для сорбционного концентрирования.

**Влияние состава предполимеризационной смеси на сорбционные свойства полимеров с молекулярными отпечатками кверцетина****Кудринская Вера Александровна<sup>1</sup>***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: vera\_d@rambler.ru*

Одними из наиболее перспективных материалов, предложенных в последние годы для селективной твердофазной экстракции различных органических соединений, являются полимеры с молекулярными отпечатками (ПМО), с помощью которых возможно распознавание некоторых молекул по их форме, размеру или функциональным группам.

Методика получения полимеров с молекулярными отпечатками в случае нековалентного импринтинга включает в себя несколько стадий: подготовку смеси функциональный мономер – темплат, во время которой происходит образование предполимеризационных комплексов между молекулами мономера и темплата, полимеризацию в присутствии сшивающего агента, удаление целевых молекул темплата из полимерной сетки многократной жидкостной экстракцией органическими растворителями. Характеристикой "качества" ПМО является способность к селективному повторному связыванию молекул темплата [1, 2].

В работе были синтезированы полимеры с молекулярными отпечатками кверцетина и соответствующие полимеры сравнения (ПС). Все ПМО и ПС, полученные в работе, были синтезированы методом термической радикальной полимеризации. В качестве функциональных мономеров использовали акриламид или 2-(диметиламино)-этилметакрилат, инициатором реакции полимеризации служил 2,2-азобисизобутиронитрил. Полимеризацию проводили в присутствии больших количеств сшивающего

агента – этиленгликольдиметакрилата. Полимеры сравнения были синтезированы в идентичных условиях в отсутствие темплата – кверцетина. Синтезированные полимеры измельчали и отбирали фракции с размерами частиц 250-400 мкм. Измельченные полимеры многократно промывали ацетоном до количественного удаления кверцетина, и высушивали.

Было изучено влияние природы функционального мономера, соотношения функциональный мономер : темплат, а также количества сшивающего агента в предполимеризационной смеси на сорбционные свойства полимеров с молекулярными отпечатками кверцетина.

Установлено, что все синтезированные ПМО обладают более высокой сорбционной способностью по отношению к кверцетину по сравнению с соответствующими ПС. Показано, что варьирование состава предполимеризационной смеси оказывает сильное влияние на способность полимеров с молекулярными отпечатками к селективному связыванию кверцетина.

**Литература**

Лисичкин Г.В., Крутяков Ю.А. (2006) Материалы с молекулярными отпечатками: синтез, свойства, применение. // Успехи химии. Т. 75. С. 998-1017.

Гендриксон О.Д., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б. (2006) Молекулярно импринтированные полимеры и их применение в биохимическом анализе. // Успехи биол. химии. Т. 46. С. 149-192.

<sup>1</sup>Автор выражает благодарность профессору, д.х.н. Дмитриенко С.Г. за помощь в подготовке тезисов.

**Выделение и очистка рекомбинантных белков на хитиновых сорбентах методом аффинной хроматографии.****Курек Денис Вячеславович**

Центр «Биоинженерия» РАН, Москва, 117312

E-mail: svoboda\_rus@mail.ru

Аффинная хроматография - один из основных методов выделения, очистки и изучения рекомбинантных белков. В настоящее время для этих целей успешно применяется металлохелат аффинная хроматография рекомбинантных белков, содержащих гексагистиридиновые полипептиды. Исследования субстратсвязывающих доменов, и хитинсвязывающих доменов в частности, показали возможность использования их как аффинных меток для очистки рекомбинантных белков. Добавление таких доменов в аминокислотную последовательность рекомбинантного белка не приводят к значительному снижению ферментативной активности [1].

В настоящее время в центре «Биоинженерия» РАН получены рекомбинантные варианты оксидазы D-аминокислот, несущие в своей структуре хитинсвязывающий домен из хитиназы ChiA1 почвенной бактерии *Bacillus circulans* WL-12. Поскольку данный домен необратимо связывается с субстратом, для использования его в качестве аффинной метки в аминокислотной последовательности домена была произведена точечная замена аминокислот. Это позволило получить рекомбинантный белок, обратимо связывающийся с хитином.

Нами синтезирован ряд сорбентов на основе хитина ( $\beta$ -(1→4)-2-ацетамидо-2-дезоксид-Д-глюкоза) или его дезацетилированного производного хитозана. Получены сорбенты двух типов: хитин или хитозан, поперечно сшитый различными агентами, и сорбенты в которых хитин ковалентно закреплен на полимерной матрице. Для получения эффективной хроматографической системы аффинного выделения рекомбинантных белков проводятся исследования влияния структуры сорбентов на степень связывания с белком, емкость и селективность сорбента.

Поскольку основной вклад в связывание таких доменов с хитином вносят гидрофобные взаимодействия, элюция целевого белка происходит при снижении ионной силы в подвижной фазе. Для выбора оптимального состава и концентраций компонентов подвижных фаз используется элюирование рекомбинантного белка в градиенте ионной силы. Выбор точных концентраций электролита, при которых будет происходить сорбция и десорбция целевого белка с сорбента, позволит минимизировать неспецифические гидрофобные взаимодействия балластных белков с сорбентом.

Использование наиболее эффективного сорбента и подбор оптимальных условий элюции целевого белка позволят получить систему аффинной хроматографии, которая может рутинно применяться наряду с металлохелат аффинной хроматографией для очистки рекомбинантных белков [2].

*Khatuntseva S.A., Eldarov M.A., Redo V.A., Skryabin K.G. Purification and immobilization of recombinant variants of *Brevundimonas diminuta* glutaryl-7-aminocephalosporanic acid acylase expressed in *Escherichia coli* cells. // J. Biotechnol. 2008. V. 133. P. 123-126.*

*Курек Д. В., Лопатин С. А., Варламов В. П. Перспективы использования хитинсвязывающих доменов для выделения и очистки рекомбинантных белков методом аффинной хроматографии. // Прикл. Биохимия и Микробиология. В печати.*

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 07-04-12204.*

**Характеристика сорбционных свойств торфяной верховой почвы****По отношению к ионам  $Cd^{2+}$  и  $Pb^{2+}$** **Ларионов Н.С., Кузнецова И.А.***Архангельский государственный технический университет, Архангельск, Россия**E-mail: kola1983@mail.ru*

Торфяно-болотные почвы являются природным барьером, препятствующим миграции загрязнителей с грунтовыми водами, и в частности с фильтрационными водами объектов складирования твердых бытовых отходов (ТБО). Особенность торфяно-болотных почв заключается не только в фильтрации грунтовых вод, но и в их высокой сорбционной способности по отношению к различным загрязнителям, в том числе к тяжелым металлам.

В настоящей работе в качестве объекта исследования выбрана торфяная верховая почва (состоящая в основном из сфагновых мхов). Данный тип почвы выбран в связи с высокой заторфованностью площадей в Северо-Западном регионе России, которые в Архангельской области представлены в основном верховыми болотами, а также ввиду размещения объектов складирования ТБО на данных площадях.

Целью настоящей работы является исследование процесса и установление механизма сорбции ионов  $Cd^{2+}$  и  $Pb^{2+}$  торфяной верховой почвой в статических условиях с применением современных аналитических методов анализа.

В работе решались следующие задачи: отработка экспериментальных методик аналитического определения содержания тяжелых металлов в различных средах; определение основных физико-химических параметров сорбционных процессов, протекающих в системе «адсорбат – адсорбент»; изучение влияния основных факторов (продолжительность контакта фаз, концентрация растворов, температура, pH) на процесс сорбции, для чего данные факторы варьировались в широких пределах.

\*\*\*

Проведенное исследование позволило получить значения времени достижения сорбционного равновесия в системе «ионы металла - адсорбент», рассчитать коэффициенты распределения ионов  $Cd^{2+}$  и  $Pb^{2+}$  между адсорбатом и адсорбентом в заданных условиях эксперимента. Изучено влияние основных факторов на процесс сорбции.

Для описания сорбционных процессов использованы уравнения Ленгмюра. В соответствии с данной моделью и уравнением изотермы адсорбции рассчитаны величины удельной адсорбции. Рассчитаны теплоты адсорбции и сделан вывод о механизме сорбции ионов тяжелых металлов из водных растворов их солей.

**Литература**

Ю.А. Золотов, Г.И. Цизин, С.Г. Дмитриенко, Е.И. Морсанова (2007) Сорбционное концентрирование микрокомпонентов из растворов: применение в неорганическом анализе/М.: Наука, 2007.

Yang, R.T. (2003) Adsorbents: fundamentals and applications. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.

McLellan, J.K., Rock, C.A. (1988) Pretreating Landfill Leachate with Peat to Remove Metals // Water, Air and Soil Pollution, №37, p. 203-215.

Narwal, R.P, Singh B.R. (1995) Sorption of Cadmium, Copper, Zinc and Lead by Soils Developed on Alum Shales and Other Materials // Norwegian Journal of Agricultural Sciences, Vol.9, №3-4, p. 177-188.

Ho, Y.S., McKay G. (2000), Batch Sorber Design Using Equilibrium and Contact Time Data for the Removal of Lead // Water, Air and Soil Pollution, №124, p. 141-153.

**Учет взаимного влияния элементов при рентгенофлуоресцентном анализе тонкопленочных двухслойных систем Fe-Ni-Mo/Cr.<sup>1</sup>****Леонтьева Анна Александровна**

*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
Нижний Новгород, Россия  
E-mail: himiya84@mail.ru*

В последнее время тонкие пленки широко используются в различных областях науки и техники. Ввиду отсутствия тонкопленочных материалов, обладающих высокой электропроводностью, хорошей адгезией к подложке, способностью к сварке или пайке, химической инертностью, часто используют многослойные композиции.

Целью данной работы являлась разработка на спектрометре VRA-20R фирмы «Carl Zeiss Jena» методики рентгенофлуоресцентного анализа тонких двухслойных Fe-Ni-Mo/Cr пленок на подложках из поликора (24×30 мм). Исходными материалами при напылении тонких (50-400 нм) пленок служили массивные образцы Fe-Ni-Mo сплавов.

Для получения тонких пленок использовался ионно-плазменный метод напыления в вакууме на установке УРМ-3.279.026. Материалами для напыления тонких однокомпонентных пленок, используемых в дальнейшем в качестве образцов сравнения (ОС), и массивными образцами при нахождении относительных интенсивностей служили металлы элементов со степенью чистоты не ниже 99.9 %.

При определении состава и толщины тонких пленок градуировочные графики для каждого компонента строились по серии из 8-ми ОС, имеющих одинаковую поверхностную плотность: для Cr – 284.7, Fe - 341.8, Ni - 402.5 и Mo - 406.6 мкг/см<sup>2</sup>.

Поверхностная плотность ОС определялась взвешиванием подложек до и после напыления пленок методом «компенсации» с погрешностью ± 0.8 мкг/см<sup>2</sup> на весах ВРЛ-20 г. Точность взвешивания ± 5 мкг. Толщина однокомпонентной пленки измерялась на многолучевом интерферометре МИИ-11 с точностью ± 2 нм. По измеренным величинам поверхностной плотности и толщины находили значение плотности материала пленки. Экспериментально полученные значения плотностей материала пленок с абсолютной погрешностью ± 0.04 составили 6.62 - для хрома, 8.04 - для кобальта, 8.21 - для никеля, 9.81 г/см<sup>3</sup> - для молибдена, что на 3 – 4 % меньше плотности соответствующего массивного образца.

Установлено, что учет взаимного влияния элементов приводит к значительному повышению точности определения как состава и толщины верхнего слоя из Fe-Ni-Mo, так и толщины нижнего слоя из хрома.

Проведена метрологическая обработка результатов анализа двухслойных пленок. При изменении поверхностной плотности пленок от 4 до 300 мкг/см<sup>2</sup> относительное стандартное отклонение составило 0.026 - 0.005. Результаты определения поверхностной плотности, а, следовательно, и состава рентгенофлуоресцентным методом хорошо согласуются с данными весового метода. Толщина тонких Fe-Ni-Mo и Cr пленок, определенная на VRA-20, совпадает с результатами, полученными на МИИ-11.

Разработанная методика позволяет экспрессно, без разрушения и с высокой точностью определять состав пленок, а также производить оценку толщины обоих слоев двухслойной системы. Методика использована при оптимизации технологического процесса получения данных пленок.

---

<sup>1</sup> Работа выполнена по заданию Министерства образования РФ в рамках НИР тематического плана. Номер гос. регистрации НИР: 01200607468.

**Разработка методики определения полициклических ароматических углеводородов методом поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа****Максимова Ксения Алексеевна***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: ksennta@gmail.com*

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) — группа органических соединений, присутствующих в продуктах переработки нефти. В настоящее время доказана канцерогенность практически всех распространённых соединений, относящихся к ней. Наиболее опасным её представителем является бенз[а]пирен. Также опасность представляют и другие ПАУ, в том числе пирен. Они обладают кумулятивным эффектом, способны проникать в организм через кожу.

Мониторинг загрязнений почв и воды ПАУ — непростая задача, поскольку требуется определять очень низкие их концентрации. Наряду с давно разработанными хроматографическими методами развиваются и методы иммуноанализа ПАУ. Среди этих методов следует выделить метод поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА), характеризующийся быстротой проведения анализа и сравнительной дешевизной используемого оборудования.

Поэтому целью работы была разработка методики определения ПАУ методом ПФИА.

В настоящей работе были установлены условия определения пирена и бенз[а]пирена методом ПФИА. Дитмаром Кноппом (Германия) были предоставлены антитела, специфичные к пирену. В нашей лаборатории были синтезированы флуоресцентно меченые трейсеры из производных этих ПАУ. В качестве метки был использован этилендиаминтиокарбомилфлуоресцеин. Используя различные трейсеры были созданы аналитические системы, отличающиеся различной чувствительностью к пирену и бенз[а]пирену, что позволяет проводить определение их как при совместном присутствии, так и по отдельности. Также в ходе работы было отмечено, что используемый нами метод определения не чувствителен к низкомолекулярным ПАУ, как, например, нафталин и антрацен.

В ходе исследования были определены метрологические характеристики метода и оценена возможность использования ПФИА для определения пирена и бенз[а]пирена в природных объектах.

**Литература**

I. Goryacheva, S. Eremin, E. Shutaleva. (2007) Development of a Fluorescence Polarization Immunoassay for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons // *Analytical Letters*, vol. 40, pp. 1445–1460.

A. Székács, H.M. Le, D. Knopp, R. Niessner. (1999) A modified enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) for polyaromatic hydrocarbons // *Analytica Chimica Acta*, vol. 399, pp. 127–134.

D. Knopp, M. Schedl, S. Achatz et al. (1999) Immunochemical test to monitor human exposure to polycyclic aromatic hydrocarbons: urine as sample source // *Analytica Chimica Acta*, vol. 399, pp. 115–126.

**Влияние состава мономерной смеси на хроматографические свойства полиалкилметакрилатных монолитных колонок для ВЭЖХ<sup>1</sup>****Матусова С.М., Иванова К.И., Дьячков И.А.***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: sonichka\_2001@mail.ru*

Монолитные материалы представляют собой новое поколение неподвижных фаз для жидкостной хроматографии. Широкое распространение получили капиллярные монолитные колонки и дисковые монолитные материалы, используемые для разделения биологических макромолекул [1-2]. Тем не менее, актуальной и малоизученной остается проблема разделения малых органических молекул на монолитных колонках.

Ранее в работе [3] нами изучены хроматографические свойства политретбутилметакрилатных монолитных сорбентов для ВЭЖХ на примере разделения производных бензола. Полученные монолитные колонки обладают отличными гидродинамическими и механическими характеристиками, но уступают традиционным набивным колонкам по эффективности разделения.

Цель данной работы – повысить эффективность разделения малых органических молекул за счет увеличения числа реакционноспособных групп монолита, путем добавления в мономерную смесь третьего компонента – более гидрофобного алкилметакрилата. Полимерная смесь для приготовления монолитного сорбента состояла из мономеров – *n*-бутилметакрилата, этиленгликольдиметакрилата и добавок лаурилметакрилата, инициатора – азобисизобутиронитрила и растворителей-порообразователей. Синтез осуществляли путем свободно-радикальной термической сополимеризации.

Проведено исследование влияния процентного содержания лаурилметакрилата в реакционной смеси на физические и хроматографические свойства монолитного сорбента. Для изучения характеристик полученных материалов использовали хроматографическую систему Agilent. Полученные сорбенты являются механически прочными (выдерживают гидродинамическое давление до 250 бар) и химически устойчивыми (диапазон pH 3-12). Изучено влияние скорости на гидродинамическое сопротивление потоку, эффективность и селективность разделения. Установлено, что эффективность монолитных материалов возрастает с увеличением доли добавки (от 0 до 7 %) лаурилметакрилата от 4000 до 20000 ТТ/м.

**Список литературы:**

[1] Svec F., Tennikova T.B., Deyl Z. (Eds). *Monolithic Materials: Preparation, Properties and Applications*. Amsterdam: Elsevier, 67 (2003) 778 pp.

[2] Pat. 4.889.632 US, US Cl. 210/500.28. *Macroporous polymeric membranes for the separation of polymers and a method of their application*.

[3] Матусова С.М., Иванова К.И., Дьячков И.А., Пирогов А.В., Шпигун О.А. Синтез и исследование хроматографических свойств политретбутилметакрилатных монолитных сорбентов для ВЭЖХ. / Труды VII Международной молодежной конференции ИБХФ РАН- ВУЗы «Биохимическая физика». Москва (2007) С.61-69.

---

<sup>1</sup> Тезисы доклада основаны на материалах исследований, проведенных в рамках гранта РФФИ (проект № 07-03-00975-а).



### Определение среднесуточной концентрации формальдегида в воздухе населенных мест флюориметрическим методом.

Мерещенко А.С.<sup>1</sup>, Вольберг Н.Ш.<sup>2</sup>

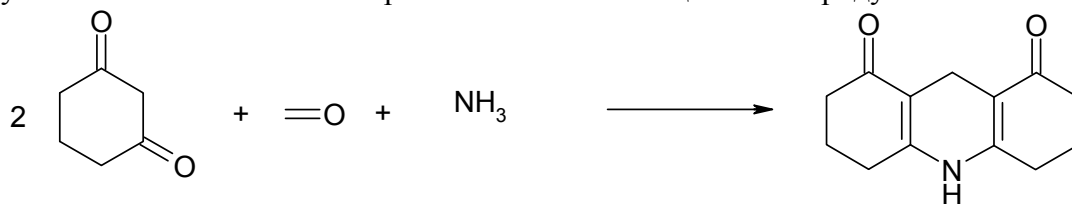
Санкт-Петербургский Государственный Университет<sup>1</sup>, Главная Геофизическая  
Обсерватория им. Воейкова<sup>2</sup>, Санкт-Петербург, Россия  
shapka-spb1@yandex.ru

Формальдегид является одним из наиболее распространенных и опасных загрязнителей атмосферы. Даже относительно небольшие концентрации формальдегида в воздухе способны раздражать нервную систему, поражать внутренние органы и ухудшать обмен веществ. Кроме того, формальдегид официально признан канцерогеном.

Из-за высокой токсичности формальдегида, предельно допустимые концентрации в атмосфере населенных мест сравнительно малы: максимальная среднесуточная концентрация составляет 3 мкг/м<sup>3</sup>, а предельная разовая – 35 мкг/м<sup>3</sup>. Для определения столь низких концентраций необходима разработка новых методик, обладающих высокой чувствительностью.

Целью данной работы является разработка методики определения формальдегида в атмосфере населенных мест в диапазоне от 1,5 до 350 мкг/м<sup>3</sup>.

Данный метод основан на реакции формальдегида с 1,3-циклогександионом в присутствии солей аммония с образованием люминесцентного продукта:



Процесс анализа состоит из следующих этапов:

- градуировка прибора;
- пропускание определенного объема воздуха через поглотительный раствор, содержащий соли аммония;
- добавление 1,3-циклогександиона;
- нагрев с последующим охлаждением;
- измерение интенсивности люминесценции;
- расчет концентрации формальдегида в атмосфере.

В ходе работы решены следующие задачи:

- 1) оптимизирован состав поглотительного раствора;
- 2) подобраны условия, при которых чувствительность максимальна (рН, температурный и временной режим);
- 3) рассчитаны метрологические характеристики методики.

**Разработка подхода к одновременному определению продуктов разложения несимметричного диметилгидразина методом капиллярной газовой хроматографии***Миронова Надежда Сергеевна**Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: natmir12@mail.ru*

Несимметричный диметилгидразин (1,1-диметилгидразин, НДМГ, гептил), широко используемый в качестве компонента ракетного топлива, характеризуется чрезвычайно высокой токсичностью. Под действием различных окислителей и в окружающей среде НДМГ образует широкий спектр продуктов разложения, которые подчас более опасны для здоровья человека, чем сам НДМГ.

К настоящему времени идентифицированы новые продукты окисления НДМГ (1-метил-1,2,4-триазол (МТ), 1-формил-2,2-диметилгидразин (ГМК)). Изучение поведения этих веществ и установление реальной степени опасности предполагает разработку методики их определения. Метод капиллярной газовой хроматографии, благодаря своей высокой эффективности и возможности одновременного определения веществ различной летучести, предполагается перспективным для решения данной задачи.

Цель данной работы - разработка подхода для одновременного определения в почвах трех продуктов разложения НДМГ методом капиллярной газовой хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора (ГХ-ПИД). Исследуемыми веществами являются: 1,1,4,4-тетраметилтетразен-2 (ТМТ), 1-формил-2,2-диметилгидразин и 1-метил-1,2,4-триазол.

Для решения поставленных задач были исследованы 3 типа капиллярных колонок: HP-5MS, INNOWAX и DB-225MS. В результате экспериментов было выяснено, что неполярная неподвижная фаза (колонка HP-5MS) не обладает селективностью по отношению к данным веществам, а при работе с полярной неподвижной фазой (колонка INNOWAX) пик наиболее летучего компонента (ТМТ) выходит на заднем фронте пика растворителя. Наиболее оптимального разделения и определения компонентов смеси удалось добиться на колонке средней полярности DB-225MS. В процессе работы изучено влияние таких параметров, как природа используемого органического растворителя, температура испарителя, соотношение деления потока и скорость нагрева колонки, на аналитические характеристики разделения. Показано, что применение хлористого метилена, ацетонитрила и метанола позволяет избежать мешающего влияния растворителя и добиться высоких аналитических характеристик определения. Выяснено, что наилучшее соотношение величин аналитического сигнала для исследуемых веществ достигается при температуре испарителя 180° С. Наименьших пределов обнаружения веществ: 0,2 мкг/мл для ТМТ, 0,2 мкг/мл для ГМК и 0,1 мкг/мл для МТ удалось добиться при осуществлении ввода пробы с делением потока 1/3. Также проведен анализ влияния условий процедуры пробоподготовки на последующее количественное определение указанных продуктов разложения НДМГ методом ГХ-ПИД.

**Использование куриных антител класса IgY для поляризационного флуоресцентного иммуноанализа 2,4,6-тринитротолуола***Михирев Дмитрий Александрович**Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: mikhirev@pochta.ru*

2,4,6-тринитротолуол (ТНТ) — взрывчатое вещество, широко применяющееся в военных целях. В связи с его большой распространённостью достаточно остро стоит проблема загрязнения им почвы и грунтовых вод на военных полигонах, вблизи предприятий, занимающихся производством или утилизацией боеприпасов, а также в местах боевых действий. Многочисленные исследования выявили токсичность этого вещества для самых разнообразных групп живых организмов. Применяющиеся в настоящий момент в целях экологического мониторинга методы анализа ТНТ являются довольно дорогостоящими и трудоёмкими. Наряду с классическими методами, такими, как газовая хроматография, масс-спектрометрия, вольтамперометрия и др. разработаны и методы иммуноанализа этого вещества. Это в первую очередь твердофазный иммуноферментный анализ (ELISA) и метод поверхностного плазмонного резонанса. В то же время представляет интерес и разработка иных методов, позволяющих удешевить и ускорить процесс определения ТНТ. Большая часть работ в области иммуноанализа ТНТ выполняется с использованием коммерчески доступных моноклональных антител класса IgG. Они позволяют добиться высокой воспроизводимости результата, но их основной недостаток — высокая стоимость.

Нами были получены и очищены куриные поликлональные антитела класса IgY, специфичные к ТНТ и показана возможность использования их для флуоресцентно-поляризационного иммуноанализа (ФПИА) ТНТ. В качестве иммуногенов использовались конъюгаты 2,4,6-тринитробензолсульфокислоты с бычьим сывороточным альбумином и овальбумином. Куриные IgY антитела сравнительно легко получить и выделить в большом количестве, это процесс гораздо менее трудоёмкий, чем получение моноклональных антител. Поэтому их применение в анализе снижает его стоимость. Метод ФПИА обладает тем преимуществом, что позволяет проводить анализ в краткие сроки при использовании сравнительно недорогого оборудования.

Был синтезирован ряд флуоресцентно меченых трейсеров, из которых отобран обладающий наилучшим средством с полученными антителами. Построены градуировочные кривые для ТНТ. Рассчитаны значения кросс-реактивности для близких по структуре веществ. Показано, что метод обладает селективностью к ТНТ. Проведённое сравнение с коммерчески доступными моноклональными IgG антителами штамма А.1.1.1 (Strategic Biosolutions) позволяет рекомендовать использование поликлональных антител класса IgY для иммуноанализа ТНТ.

**Литература**

P. Kramer, E. Kremmer, C. Weber et al. (2005) Development of new rat monoclonal antibodies with different selectivities and sensitivities for 2,4,6-trinitrotoluene (TNT) and other nitroaromatic compounds // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 382, pp. 1919–1933.

A. Zeck, M. Weller, Reinhard Niessner. (1999) Characterization of a monoclonal TNT-antibody by measurement of the cross-reactivities of nitroaromatic compounds // *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, vol. 364, pp. 113–120.

T. Kawaguchi, D. Shankaran, S. Kim et al. (2007) Fabrication of a novel immunosensor using functionalized self-assembled monolayer for trace level detection of TNT by surface plasmon resonance // *Talanta*, vol. 72, pp. 554–560.

**Формирование устойчивого ртутного микрокапельного покрытия на подложках из углеродных материалов****Мишукова Елена Вячеславовна***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: kamenev@mail.ru*

Формирование устойчивого микрокапельного покрытия на подложке электрода из углеродного материала обеспечивает получение высоких метрологических характеристик результатов измерений в инверсионной вольтамперометрии.

Образование покрытия изучали на дисковых углеситалловых электродах разной геометрической площади поверхности в следующих условиях:  $E_{рег} = 500$  мВ,  $t_{рег} = 5$  с,  $E_э = -950$  мВ,  $t_э = 1$  с,  $E_у = -850$  мВ,  $t_у = 5$  с,  $v = 300$  мВ/с в растворах  $NH_4Cl$  в соляной кислоте (рН 2 – фон 2 и рН 3 – фон 3).

Исследованы электроды ( $d = 2$  мм) фирмы «Metrohm» (Швейцария) - графитовый Ultra trace и стеклоуглеродный Glassy Carbon, а также углеситалловый электрод ( $d = 2$  мм). Зависимости высот пиков ртути от числа циклов для электрода Ultra trace и углеситаллового электрода аналогичны, потенциалы пиков близки. Однако пики ртути двойные, вследствие чего они шире и несколько больше по высоте. Пики ртути, полученные на электроде Glassy Carbon, аналогичны пикам, полученным на электроде Ultra Trace: у них близкие высоты и потенциалы, они раздвоены, но на первом электроде пики ртути более узкие и при повторении циклов возрастают.

На фоне 3 с увеличением площади поверхности электрода пики ртути возрастают. Однако если для электродов  $d = 2$  и 3 мм зависимость высоты пиков ртути от числа циклов выходит на плато, то для электрода  $d = 4$  мм наблюдается рост тока сигнала ртути с повторением цикла. Следует отметить, что полуширина пиков ртути на этом электроде больше (40 мВ), чем для других электродов (20-30 мВ), и наблюдается искажение сигнала при первых съемках. Потенциалы пиков возрастают с увеличением диаметра электрода.

Для дальнейшей работы выбран электрод ( $d=3$  мм) из углеситалла. На этом электроде исследовано влияние концентрации ртути в растворе в диапазоне  $1 \cdot 10^{-5} - 5 \cdot 10^{-5}$  М. при содержании ртути  $< 1 \cdot 10^{-5}$  М рост пиков прекращается при повторении вольтамперометрических циклов. При концентрации ртути более  $2 \cdot 10^{-5}$  М на вольтамперограммах наблюдаются обратные пики, вызванные восстановлением каломели на поверхности ртутного покрытия, что ухудшает воспроизводимость результатов.

На фоне 2 также исследовали электроды различного диаметра из углеситалла. При повторении вольтамперометрического цикла на этих электродах наблюдается сначала рост пика ртути, а затем его уменьшение, наиболее выраженное на электроде  $d=4$  мм. Высота пиков ртути линейно возрастает с увеличением площади поверхности электрода только при первом цикле: последующие съемки на электроде 4 мм приводят к значительному уменьшению пика ртути. Потенциалы пиков ртути, полученные на электроде 3 мм, более положительны. Для электродов фирмы «Metrohm» наблюдается резкое уменьшение высоты пиков ртути практически до нуля уже после съемки второй кривой.

Предложено градиентное формирование ртутно-графитового электрода:  $E_{рег} = 500$  мВ,  $t_{рег} = 5$  с,  $E_э = -950$  мВ,  $t_э = 5$  с,  $t_у = 5$  с,  $v = 300$  мВ/с, а  $-E_у = 1200, 1400$  и  $1600$  мВ. Для каждого  $E_у$  получали три вольтамперные кривые. Это позволило сформировать на поверхности электрода устойчивое, равномерное микрокапельное ртутное покрытие и провести определение микропримесей ионов кадмия, свинца и меди в водах:  $E_{рег} = 50$  мВ,  $t_{рег} = 10$  с,  $E_э = -1150$  мВ,  $t_э = 30(60)$  с,  $t_у = 10$  с,  $E_у = -950$  мВ,  $v = 300$  мВ/с. Относительное стандартное отклонение не превышало 0,15.

**Анализ смесей некоторых полиароматических углеводов  
методом Монте-Карло****Монахова Юлия Борисовна<sup>1</sup>***Саратовский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, Саратов, Россия**E-mail: yul-monakhova@mail.ru*

Недавно предложенный алгоритм для «слепого» разделения смесей произвольного состава, основанный на статистическом методе Монте-Карло, применен для качественного и количественного анализа многокомпонентных смесей полиароматических углеводов (ПАУ), а именно, восстановления спектров индивидуальных соединений и их концентраций по спектрам линейных смесей компонентов. Анализ смесей проводился методами MILCA [1] и SNICA [2], отличительной особенностью которых является то, что разложение может проводиться в условиях, когда ни число, ни характер компонентов априорно неизвестны, а также не требуют привлечения средств расчета индивидуальных спектров (математических эталонов). Поэтому рассмотренный подход весьма перспективен, если не уникален, в анализе объектов окружающей среды (атмосферный воздух, вода), для которых состав смесей часто бывает неизвестен.

Выбор объектов исследования определялся тем, что ПАУ – это вещества, обладающие сильнейшими канцерогенным и мутагенными свойствами, присутствуют в окружающей среде в следовых количествах. В продуктах питания и объектах окружающей среды встречаются до 16 соединений ПАУ, которые классифицируются как приоритетные загрязнители. В настоящее время ПАУ определяют методами ГЖХ или ВЭЖХ. Эти методы продолжительны во времени и малопроизводительны, требуют дорогостоящего оборудования и трудоемкой пробоподготовки образцов.

Для рассмотрения вопроса о применимости метода Монте-Карло для качественного и количественного анализа данного класса соединений нами было проведено разложение спектров смесей, содержащих от трех до шести компонентов, различных представителей данного класса соединений. В состав смесей входили следующие соединения: антрацен, пирен, фенантрен, флуорантен, 1-аминопирен, 1-бромпирен, 1-пиренкарбоксихальдегид, бенз[а]фенантрен, бенз[а]антрацен. Спектры смесей регистрировались в ближней ультрафиолетовой области спектра (200-400 нм), шаг сканирования 0,2 нм, растворитель - гексан. Для всех рассмотренных смесей погрешность определения положения полос поглощения индивидуальных соединений составляет 0,2 нм, максимальная погрешность количественного анализа составила 7% отн.; время разложения спектров не более 5 минут.

Проведенное исследование позволяет заключить, что метод Монте-Карло может быть успешно применен для «слепого» разделения смесей ПАУ различного состава. По точности качественного и количественного анализа метод не уступает, а в ряде случаев превосходит другие известные экспериментальные приемы определения ПАУ, что делает его перспективным для анализа рассмотренных и других загрязнителей окружающей среды.

**Литература**

1. Stoegbauer, H. Kraskov, A. Astakhov, S. A. Grassberger, P. (2004) Least-dependent-component analysis based on mutual information // Physical Review E70 №066123.
2. Astakhov, S. A. Stoegbauer, H. Kraskov, A. Grassberger, P. (2006) Monte Carlo algorithm for least dependent non-negative mixture decomposition// Analytical Chemistry №78, p.1620-1627.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Муштаковой С.П. и к.ф.н. Астахову С.А. за помощь в работе и подготовке тезисов.

**Спектр излучения рентгеновской трубки, многократно рассеянного в лёгкой матрице: алгоритм расчёта и практическое применение****Моногарова Оксана Викторовна***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**e-mail: o\_monogarova@mail.ru*

При взаимодействии «жесткого» рентгеновского излучения с легкой матрицей наряду с эффектами истинного поглощения и однократного рассеяния существенным оказывается процесс многократного рассеяния. При проведении рентгенофлуоресцентных измерений данный эффект в значительной степени отражается на:

- характере волнового распределения фонового сигнала в коротковолновой части рентгенофлуоресцентного спектра, обусловленного рассеянием тормозного и характеристического излучения рентгеновской трубки поверхностными слоями анализируемого образца;

- характере распределения интенсивности первичного рентгеновского излучения по глубине анализируемого образца и, следовательно, эффективности возбуждения рентгеновской флуоресценции (особенно при определении тяжёлых элементов в лёгких матрицах);

- измеряемой величине интенсивности характеристического РФ-излучения в коротковолновой области при анализе лёгких матрицах;

- значении интенсивности фонового сигнала в рентгенограммах, обусловленного диффузным рассеянием излучения.

Как правило, для учета вклада многократно рассеянного излучения достаточно ограничиться рассмотрением случая двукратного рассеяния. Приближенное аналитическое выражение для решения данной задачи было выведено Уорреном [1]. Данная модель разработана для учета оценки вклада двукратно рассеянного монохроматического излучения в интенсивность рефлексов при измерении рентгенограмм поликристаллических и аморфных материалов. К сожалению, в предложенной модели для учёта когерентного и некогерентного рассеяния используются сечения, рассчитанные по формулам Томсона и Кляйна-Нишины, соответственно [2]. Данные выражения являются упрощёнными и не вполне корректными. В частности, рассеяние фотона на электронных оболочках атома рассматривается как рассеяние на совокупности несвязанных электронов.

В настоящей работе предложен алгоритм расчёта отношения интенсивности одно- и двукратно когерентно и некогерентно рассеянного излучения в коротковолновой области спектра для лёгких матриц с использованием более корректных волновых и угловых функций коэффициентов рассеяния. Развитый подход использован для расчёта поправочных коэффициентов при описании рассеяния полихроматического рентгеновского излучения на аморфном образце при определении спектра испускания рентгеновской трубки по предложенному нами ранее алгоритму [3].

1. Warren B.E., Mozzi R.L. // J. Appl. Cryst. 1975. V. 8. N 1. P. 674.

2. Рентгенотехника: Справочник. Под ред. Клюева В.В. М.: Машиностроение, 1992.

3. Осколок К.В., Моногарова О.В. // Вестн. Моск. ун-та. Сер. Химия. 2006. Т. 47. С. 409.

**Разработка подходов к хроматографическому разделению 1,1-диметилгидразина и продуктов его разложения****Москвин Дмитрий Николаевич***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: dn\_moskvin@inbox.ru*

Несимметричный диметилгидразин (1,1-диметилгидразин, НДМГ, гептил) – основа используемого ракетного топлива. НДМГ является опасным соединением с канцерогенным и мутагенным действием.

Попадая в объекты окружающей среды гептил, вследствие своей высокой реакционной способности, подвергается окисления кислорода воздуха. Проведенные исследования [1] оказывают, что в результате таких процессов происходит образование целого ряда соединений, важнейшими из которых являются 1,1-диметилгидразид муравьиной кислоты (ДГМК), 1-метил-1,2,4-триазол (МТ), N-нитрозодиметиламин (НДМА), метилгидразин (МГ), диметиламин (ДМА), триметилгидразин (ТМГ), N,N-диметилгуанидин (ДМГу), 1,1-диметилгидразон формальдегида (ДМГФ), 1,1-диметилгидразон ацетальдегида, (ДМГА) 1,1-диметилгидразон глиоксаля (ДМГГ).

Разработка подхода к одновременному определению НДМГ и известных продуктов окисления его является актуальной задачей. Все они представляют собой полярные соединения, различающиеся по основности и гидрофобности, лучшими методами определения которых являются различные варианты ВЭЖХ: ионная (ИХ), ион-парная (ИПХ) и обращено-фазовая (ОФ) хроматография. Совмещение высокоэффективной жидкостной хроматографии с высокоинформативным и универсальным масс-спектрометрическим детектором существенно упрощает задачу одновременного определения соединений различных классов.

В качестве неподвижных фаз были использованы катионообменник Nucleosil SA (150\*2 мм), для разделения в режиме ИХ, и обращенная фаза C18 с полярным эндкепингом Synergi Hydro-RP (150\*2 мм) для ИПХ и ОФ ВЭЖХ. Применение всех исследованных вариантов ВЭЖХ в изократическом режиме элюирования не позволяет провести разделение исследуемых соединений с необходимыми селективностью и эффективностью. В методах ИХ и ИПХ наибольшее влияние на удерживание оказывают такие факторы как ионная сила элюента, объемное содержание ацетонитрила, рН, концентрации ион-парного реагента (для ион-парного варианта). Для ОФ ВЭЖХ значительное влияние оказывают лишь рН и содержание органического модификатора подвижной фазы.

Применение «классического» градиента по органической фазе в ОФ варианте удобно для разделения лишь некоторой группы продуктов НДМГ, обладающих значительной гидрофобностью, относящихся к классу гидразонов (ДМГФ, ДМГА, ДМГГ). Определение этих соединений с помощью ионной хроматографии затруднено, вследствие их склонности к гидролизу на катионообменной колонке.

Использование градиента по органической фазе в ИХ не позволяет достичь необходимых значений селективности и эффективности, а в ИПХ практически не оказывает никакого влияния на удерживание сорбатов. В связи с этим были разработаны схемы сложного градиентного элюирования, включающего в себя одновременное увеличение ионной силы элюента и содержания органического модификатора в нем. Были найдены оптимальные программы градиентов, позволяющие разделять исследуемые продукты с достаточно высокой эффективностью за сравнительно небольшое время анализа. Показано, что пределы обнаружения выше для ИХ в сравнении с ИПХ, что, по-видимому, связано с мешающим влиянием ион-парного реагента, однако селективность разделения в ИПХ значительно выше, чем в ИХ.

1. Родин И.А., Москвин Д.Н., Смоленков А.Д., Шпигун О.А. Превращения несимметричного диметилгидразина в почвах. // Журн. физич. химии. 2008. Т.82 №6 (в печати)

## Синтез и определение констант устойчивости комплексных соединений меди(II) с бензимидазолом в различных растворителях.

*Назаренко Максим Андреевич*

*Кубанский государственный университет факультет химии и высоких технологий,  
Краснодар, Россия  
Lantan-100@yandex.ru*

Азолы и их производные играют важную роль в жизнедеятельности живых организмов, входят в огромное число белков, ферментов и биологически активных препаратов. Их производные применяются в качестве пестицидов, стимуляторов роста растений и входят в состав антикоррозионных веществ[1].

Нами было проведено исследование зависимости состава медь– бензимидазольных ( $\text{Cu:L}_n$ ) координационных соединений от условий химического и электрохимического синтеза, а также определены некоторые физико-химические характеристики полученных соединений.

Химический синтез проводился в спиртовом растворе лиганда, при различном мольном соотношении компонентов ( $\text{Cu:L} = 1:1, 1:2, 1:4$ ) в интервале  $\text{pH} = 4,5 - 5,5$ . Полученные кристаллы комплексов промывали этанолом и высушивали над  $\text{P}_2\text{O}_5$ . При мольном соотношении  $\text{Cu:L} = 1:1$  и  $1:2$  было получено коричневое соединение состава  $\text{Cu(L)}_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , а при мольном соотношении  $\text{Cu:L} = 1:4$  соединение синего цвета состава  $\text{Cu(L)}_4\text{Cl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ .

Электрохимический синтез медных комплексов бензимидазола проводили по методике растворяемого анода в водно-этанольной среде, при контролируемой плотности тока  $0,5 \text{ A/дм}^2$  и в присутствии фонового электролита ( $\text{LiClO}_4$ ). При этом образовывалось нерастворимое в спирте аморфное соединение красного цвета, отвечающее составу  $\text{Cu(LH}_1)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

Методом потенциометрического титрования были определены константы устойчивости полученных комплексных соединений меди с бензимидазолом в водной и водно-диоксановой (25 и 50% диоксана) среде при температуре  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  и ионной силе 0.1 ( $\text{KCl}$ ) [2]. В результате исследования были обнаружены следующие формы комплексных соединений присутствующие в растворе:  $\text{CuL}$ ,  $\text{CuL}_2$ ,  $\text{CuL}_3$ ,  $\text{CuL}_4$ . Расчет равновесного состава систем проводится методом Бринкли с помощью специальной компьютерной программы. Область  $\text{pH}$ , при которой возможно комплексообразование лежит в пределах  $\text{pH}=3-6$ . При  $\text{pH}<3$  комплекс не образуется, а при  $\text{pH}>6$  высока вероятность образования гидроксокомплексов. В области  $\text{pH}=4-5$  преобладают формы  $\text{CuL}$  и  $\text{CuL}_2$ , а формы  $\text{CuL}_3$  и  $\text{CuL}_4$  появляются при  $\text{pH}=5,5$  и выше. Нами были определены лишь первые две константы устойчивости, из-за малой концентрации  $\text{CuL}_3$  и  $\text{CuL}_4$  в условиях эксперимента, константы устойчивости приведены в таблице:

Концентрация диоксана в %	$\text{pK}_1$	$\text{pK}_2$
0	3,59	6,58
25	3,51	5,11
50	3,17	5,04

### Литература

- Новикова Г.А., Молодкин А.К., Кукаленко С.С. // Журн. неорг. химии. 1988. Т. 33. Вып. 12. С. 3111–3121.  
Бек М., Надьпал И. Исследование комплексообразования новейшими методами.- М.:Мир, 1989.- 411с.



**Определение сквалена в растительных маслах методом газовой хроматографии.**

**Назарова Александра Александровна, Сикорская Анна Сергеевна, Санина Галина Сергеевна, Селеменев Владимир Федорович**

*Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия  
march\_rabbit@list.ru*

Сквален, относящийся к классу тритерпенов, также является важнейшим биологически активным веществом. Он участвует в биосинтезе холестерина и стероидов. В больших количествах сквален содержится в тканях животных (печень, кожный покров, жировые отложения). В растительных же объектах сквален содержится в очень малых дозах – от 0,5 до 8 %. Актуальность работы состоит в разработке методики экспресс-анализа растительных масел для определения содержания в них сквалена, так как количество этого соединения может служить показателем биологической активности масла.

Для определения сквалена нами был выбран метод газожидкостной хроматографии (ГЖХ) на насадочных колонках с использованием двух неподвижных жидких фаз (НЖФ): SE-30 и апиезона L. Анализ сквалена был проведен на каждой из неподвижных жидких фаз при трех температурных режимах. Для этих носителей были установлены оптимальные параметры разделения: скорость потока газа-носителя, температура колонки, объем наносимой пробы. Оптимальные параметры определения сквалена методом ГЖХ представлены в табл.1.

Таблица 1.

Оптимальные условия для определения сквалена методом ГЖХ.

Параметры	Неподвижная жидкая фаза	
	Апиезон L	Se-30
Температура определения, °С	270 °С	270 °С
Скорость газа-носителя, мл/мин	35	40
Время выхода сквалена, с	1648	1578
Объем вводимой пробы, мкл	1	1

В зависимости от целей исследования можно количественно определять сквален на обоих этих сорбентах. В случае применения апиезона L в качестве НЖФ можно получить подробную информацию о тех веществах в составе масел, по отношению к которым этот сорбент наиболее селективен. Остальные компоненты масел могут не разделиться на этом сорбенте. При разделении на сорбенте SE-30, напротив, можно получить информацию обо всех веществах, входящих в состав анализируемого объекта и испаряющихся при температуре исследования. Кроме того, этот сорбент наиболее распространен в современных лабораториях.

Также нами разработана методика сквалена в растительных маслах без предварительной пробоподготовки, которая была использована при определении сквалена в некоторых растительных маслах: репейном, амарантовом, оливковом, масле календулы, шиповника, шалфея, масле из виноградных косточек. По разработанной нами методике впервые получены данные о количественном содержании сквалена в этих наиболее популярных и часто используемых в медицине маслах.

**Некоторые нанохимические аспекты электрофоретического разделения альфа-аминокислот***Никонова Дарья Александровна, Селифонова Екатерина Игоревна**Саратовский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского, Саратов, Россия**E-mail: chernov-ia@yandex.ru*

Разделение незаменимых  $\alpha$ -аминокислот (АК) востребовано в биологии и медицине при исследовании белковых гидролизатов различных веществ. Представляет интерес разработка дешевого и доступного метода разделения АК методом зонального электрофореза на целлюлозных поддерживающих средах, основанного на учете нанохимических процессов.

Нами методом зонального электрофореза в кислых средах (30% уксусная кислота, цитратно-фосфатный буферный раствор) изучена подвижность 16 незаменимых  $\alpha$ -аминокислот. Исследовано влияние плотности целлюлозной матрицы, размера ее пор, впитываемости воды и буферной среды, степень адсорбции поддерживающей средой АК, на параметры их разделения. Установлена зависимость влияния размера пор и геометрического фактора поддерживающей среды на величины  $R_f$  аминокислот. Показано, что увеличение толщины и впитывающей способности поддерживающей среды приводит к размыванию выделенных зон АК. Построены графики распределения ионных форм АК в зависимости от кислотности среды. Показано, что в среде уксусной кислоты ( $pH=1,7$ ) все аминокислоты находятся в катионной форме, в то время как в цитратно-фосфатном буферном растворе ( $pH=2,6$ ) в равновесии находятся катионные и цвиттерионные формы АК. На основании полученной зависимости величин  $R_f$  от молекулярной массы ( $M_r$ ) аминокислот показано, что указанный фактор не является определяющим параметром для выбора условий электрофоретического разделения АК в кислых средах. Так в ряду : глицин-аланин-серин-пролин-валин-треонин-цистеин можно наблюдать некоторое закономерное уменьшение величины  $R_f$  (от 7 до 3 см) при увеличении  $M_r$  соответственно от 75,1 (гли-цин) до 121,2 (цистеин). Исключение в этом ряду составляет Валин,  $R_f$  которого приближается к глицину (6,5см) при величине  $M_r=117,1$ . В указанном ряду возможно отделение глицина от серина, пролина, цистеина; аланина от пролина, треонина и цистеина; валина от цистеина. Указанная закономерность зависимости  $R_f$  от  $M_r$  существенно нарушается в ряду: лейцин (изолейцин)-аспарагиновая кислота-лизин-глутаминовая кислота-гистидин-фенилаланин-аргинин-тирозин-триптофан. Резкое увеличение подвижности отмечается для лизина, гистидина и аргинина. Показано, что в этом случае превалирующим фактором является не  $M_r$  аминокислоты, а величина заряда частицы, которая для основных аминокислот возрастает за счет протонирования нескольких основных групп. Исследована электрофоретическая подвижность АК в указанных буферных средах, содержащих ПАВ на примере додецилсульфата натрия, цетилпиридиний хлорида, тритона – X 305. На уровне нанохимических процессов в исследуемых системах отмечается резкое возрастание подвижности АК. Показано, что знак заряда ПАВ не является определяющим в изменении подвижности АК. При исследуемых значениях  $pH$  в разных буферных средах с ПАВ выделены отдельные АК и группы АК, разделяемые электрофоретически. Проведено сравнение рядов разделяемых АК в буферных средах без ПАВ и при наличии ПАВ. Показано преимущество последних. Обсуждена возможность группового выделения и индивидуального разделения АК в кислых средах, а также природа влияния поверхностных и объемных свойств ПАВ на электрофоретическую подвижность аминокислот.

Авторы выражают благодарность заслуженному деятелю науки РФ, д.х.н., профессору Черновой Р.К. за оказанную помощь при выполнении работы и написании тезисов.

## Потенциометрический сенсор с эффектом памяти для определения аскорбиновой кислоты

*Орехова Оксана Владимировна*

*Тверской государственный университет, Тверь, Россия*

*E-mail: s013408@mail.ru*

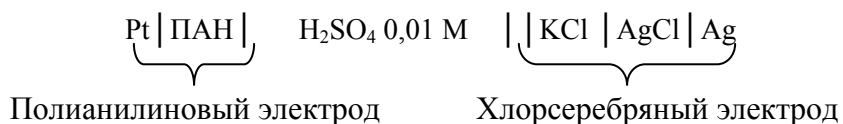
Витамин С (аскорбиновая кислота) найден и в животном и в растительном мире. Сегодня аскорбиновая кислота производится ежегодно тысячами тонн. Существует множество областей, где необходимо количественное определение этого соединения. Универсального метода определения аскорбиновой кислоты в настоящее время не существует.

С целью расширения ассортимента методик определения аскорбиновой кислоты, в настоящей работе предложен новый электрохимический сенсор на основе полианилина (ПАН) для определения аскорбиновой кислоты в растворе с высокой чувствительностью.

Известно, что ПАН может изменять свою степень окисленности под воздействием внешних восстановителей (окислителей). В свою очередь изменение степени окисленности приводит в изменению электродного потенциала полианилинового электрода.

Для изготовления полианилинового электрода мы использовали метод электрохимического окисления анилина в режиме циклической вольтамперометрии. В качестве подложки использовали платину. В процессе циклирования потенциала происходило образование плотной полианилиновой пленки.

Полученный таким образом электрод использовался для определения аскорбиновой кислоты. Методика заключалась в следующем: электрод в течении 5 минут выдерживался в анализируемом растворе аскорбиновой кислоты, затем электрод промывали и измеряли разность потенциалов с использованием следующего гальванического элемента:



При этом был обнаружен линейный отклик потенциала полианилинового электрода в интервале рС 1-5. Как видно из рисунка измерение потенциала полианилинового электрода во всех случаях происходило в растворе серной кислоты (не содержащим аскорбиновую кислоту), т.е. потенциал электрода определялся концентрацией аскорбиновой кислоты, в растворе которой он предварительно находился. Следовательно, обнаружен своеобразный «эффект памяти».

Интересным свойством данного электрода является необходимость регенерирования его перед измерением, т.е. стабилизация степени окисленности ПАН на определенном уровне. Этого легко достичь с помощью поляризации платинового электрода электрохимическим методом, например в режиме циклической вольтамперометрии.

Важной характеристикой данного электрода является достаточно высокая селективность по отношению к некоторым другим витаминам. Кислота фолиевая, рибофлавин, никотинамид и др. практически не влияют на величину отклика полианилинового электрода. Это дает возможность практического использования полианилинового электрода для определения аскорбиновой кислоты в некоторых лекарственных препаратах с высокой достоверностью. На наш взгляд, этот электрод имеет хорошие перспективы для коммерциализации.

**Скрининг с помощью тест-систем: метрологические характеристики и вычислительные аспекты их определения****Пантелеймонов Антон Виталиевич<sup>1</sup>***Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина, химический факультет.  
Харьков, Украина**e-mail: panteleimonov@univer.kharkov.ua*

Растущий интерес к простым в выполнении экспрессным методикам обнаружения определенных аналитов в почве, воде, воздухе, крови и других объектах стимулирует развитие такого направления аналитической химии, как скрининг с помощью тест-систем. Аналитический сигнал в методиках скрининга (методиках с бинарным откликом) регистрируют либо органолептически, либо с использованием инструментальных методов, а по наличию либо отсутствию сигнала приходят к заключениям: «Аналит присутствует в образце» или «Аналит отсутствует».

В то время как метрология количественного анализа достаточно полно разработана, в области метрологического обеспечения качественного анализа, в частности, скрининга с помощью тест-систем, накопилось множество дискуссионных и открытых вопросов. Саму эту область исследований долгое время считали неактуальной, и лишь в последние годы в международной научной печати активно публикуются работы, посвященные метрологии качественного анализа, причем результаты этих работ зачастую перекликаются с исследованиями отечественных ученых, выполненными во второй половине XX века.

В докладе обоснован набор метрологических характеристик методик анализа с бинарным откликом: а) интервал ненадежности – интервал концентраций аналита, для которого в части идентичных проб при испытаниях находят аналит, а в части проб не обнаруживают; б) предел обнаружения – концентрация аналита, при превышении которой вероятность ложного заключения о его отсутствии меньше 1%; в) ненадежность методики  $R$  – вероятность ложного заключения об отсутствии аналита («ненадежность» – аналог такой характеристики результатов количественного анализа, как неопределенность). Метрологические характеристики определяют по кривым эффективности, описывающим зависимость вероятности обнаружения аналита  $P$  от его концентрации  $c$ , а выражения для  $P(c)$  находят аппроксимацией зависимости эмпирических частот обнаружения ( $P^{\text{эмп}}$ ) от  $c$  с использованием нелинейного взвешенного метода наименьших квадратов (МНК). Ненадежность методики  $R=100 - P(c)$ , %.

На наборе данных для 22 методик скрининга с визуальной индикацией аналитического сигнала испытан расширенный набор функций для аппроксимации зависимостей  $P^{\text{эмп}}(c)$ , а также проверена возможность использования системы функций Пирсона и сделан вывод, что для практического использования достаточно ограничиться интегральными функциями экспоненциального и логистического распределений. Показано, что назначение статистических весов для  $P^{\text{эмп}}$  на основе различных гипотез об их погрешностях незначительно влияет на оценки метрологических характеристик. Нелинейный МНК использовался как эвристический метод определения подгоночных параметров аппроксимирующих функций  $P(c)$ , в силу чего необходимо было проверить устойчивость (робастность) оценок параметров. Для этого были выполнены расчеты с использованием теории нечетких множеств и показано совпадение в пределах погрешностей находимых оценок.

В результате работы сформированы основы единого подхода к оценке метрологических характеристик методик скрининга с бинарным откликом.

<sup>1</sup> Автор благодарен за помощь в подготовке тезисов и полезные советы научному руководителю д.х.н., проф. Ю.В. Холину, к.х.н. Е.А. Решетняк, к.х.н. Н.А. Никитиной (ХНУ им. В.Н. Каразина) и д.х.н. В.М. Островской (ИОНХ РАН).

**Спектрофотометрическое и визуально-тестовое определение аскорбиновой кислоты с использованием молибдофосфата структуры Доусона****Петрушина Галина Александровна<sup>1</sup>**

*Днепропетровский национальный университет, химический факультет,  
Днепропетровск, Украина  
E-mail: galinka83@gmail.com*

Как антиоксидант и витамин, аскорбиновая кислота (АК) является существенным компонентом многих пищевых добавок, фармацевтических препаратов. АК участвует во многих биологических процессах. Наиболее широко распространены спектрофотометрические методы определения АК. В ряде работ в качестве реагента использованы молибденовые гетерополианионы (ГПА) фосфора. Хотя методики, использующие реакции восстановления этих ГПА, высокочувствительны и более селективны, чем большинство существующих, проблемой является то, что восстановление происходит медленно.

В данной работе для определения АК предложено использовать молибдофосфорный гетерополианион (МФК) структуры Доусона  $P_2Mo_{18}O_{62}^{6-}$ . При добавлении АК к раствору МФК восстановление происходит практически мгновенно. В отличие от этого восстановление 12-молибдофосфорного ГПА (12-МФК) занимает несколько часов. В присутствии ионов сурьмы(III) или висмута(III) реакция восстановления 12-МФК ускоряется, но все равно требуется 15-20 минут.

Степень восстановления гетерополианиона (ГПС) была определена методами молярных отношений и изомолярных серий при варьировании соотношения АК/ГПА. В обоих случаях были получены четкие перегибы, соответствующие соотношению АК/ГПА=3:1. Учитывая, что АК является двухэлектронным восстановителем, это приводит к выводу о получении 6-электронной гетерополианиона. Максимум поглощения ГПС находится при 680 нм, молярный коэффициент составляет  $2,0 \cdot 10^4$  моль<sup>-1</sup>·л·см<sup>-1</sup>. Избыток ГПА, который обеспечивает полное окисление АК, может быть небольшим. При исследовании зависимости оптической плотности ГПС от кислотности показано, что площадка количественного окисления АК находится при pH 3,75 — 4,25.

Разработана спектрофотометрическая методика определения АК с пределом обнаружения 0,2 мг/л. ГПС, полученная при восстановлении МФК, может быть количественно просорбирована пенополиуретаном. Это позволило увеличить чувствительность методики. На этой основе разработана высокочувствительная тест-методика определения АК, которая может быть использована в клиническом анализе или для контроля концентрации АК в пищевых продуктах. С использованием разработанной ранее программы проведено разложение сканированных изображений образцов ППУ на R,G,B составляющие. Зависимость R и G цветовых координат от логарифма концентрации АК является линейной. Спектрофотометрическая методика была использована для определения АК в фармацевтических препаратах и витаминах.

---

<sup>1</sup>Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Циганок Л.П. (научный руководитель) и доценту, к.х.н. Вишникину А.Б.

**Изучение закономерностей жидкофазной экстракции железа (III) в системах вода – производное антипирина – салициловая кислота – хлороводородная кислота**

**Русакова Алена Владимировна, Дегтев Михаил Иванович**

*Пермский Государственный Университет, химический факультет, Пермь, Россия*

*E – mail: alenarusakova@rambler.ru*

В настоящее время большое внимание уделяется поиску путей повышения безопасности экстракционных систем, исключая из своего состава органический растворитель.

В сообщении приведены сведения о закономерностях расслаивания и экстракции железа (III) в системах без органического растворителя с участием диантипирилметана и его алкильных гомологов (пропилдиантипирилметана-ПДАМ, бутилдиантипирилметана-БДАМ, изобутилдиантипирилметана-и-БДАМ, и нового синтезированного реагента нонилдиантипирилметана-НДАМ), салициловой кислоты (СК), соляной кислоты и воды, о составе и механизме извлечения экстрагируемых комплексов.

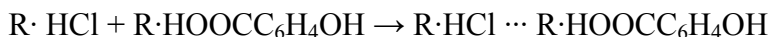
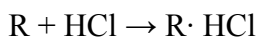
Было изучено влияние различных факторов, а именно соотношение компонентов, кислотности среды, длины углеводородного радикала у центрального углеродного атома в молекуле реагента на объем жидкой микрофазы и степень извлечения ионов металла.

Установлено, что при определенных условиях, а именно соотношении реагента (органическое основание) и органической кислоты (СК), температуре 60-70°C и при кислотности среды 0,5-4,0 моль/л HCl происходит расслаивание водной фазы. При этом образуется небольшая по объему (1,2-2,0 мл) органическая фаза, которая по сути является экстрагентом тех ионов металлов, которые образуют соответствующие комплексы с салициловой кислотой, а также ацидокомплексы в присутствии хлороводородной кислоты. Показано, что с увеличением длины углеводородного радикала в молекуле реагента объем органической фазы увеличивается. Установлено, что в системе протекает несколько процессов:

образование соли БДАМ с салициловой кислотой;

образование хлоридной соли БДАМ, которая, в свою очередь, растворяется в соли БДАМ с салициловой кислотой с образованием подвижной микрофазы сложного состава.

В виде химических уравнений эти процессы можно представить в следующем виде (R - реагент):



Оптимальная кислотность водной фазы при экстракции железа (III) составляет 3 моль/л HCl для ПДАМ, 2,5 моль/л для БДАМ и и-БДАМ, 2,0-2,5 моль/л для НДАМ. При таких концентрациях происходит количественное извлечение ионов железа (III).

Для изучения состава извлекаемого комплексного соединения проводили исследования в системе БДАМ – СК – HCl – H<sub>2</sub>O при концентрации HCl, равной 4 моль/л.

Методами насыщения и анализа экстракта определены соотношения компонентов R:Me<sup>n+</sup> и Me<sup>n+</sup>:Cl<sup>-</sup>. Последние оказались равными 1:1 и 1:4 соответственно, таким образом, в микрофазу переходит комплекс состава RH[FeCl<sub>4</sub>], где R-ПДАМ, БДАМ, и-БДАМ, НДАМ. Комплексное соединение образуется по анионообменному механизму.

Проведен расчет константы распределения экстрагируемого комплекса.

**Нахождение процентного содержания серы в легированном GaSe методом ИВА****Сачкова Елена Ивановна<sup>1</sup>, Горчаков Эдуард Владимирович<sup>2</sup>**ОСП «Сибирский физико-технический институт Томского государственного университета»<sup>1</sup>, Томский политехнический университет<sup>2</sup>, Томск, Россия

E-mail: vioes@mail.ru

**Введение**

Слоистые полупроводниковые соединения типа  $A^{\text{II}}B^{\text{VI}}$  используются в качестве базового материала для создания на их основе различного типа фоточувствительных структур. Одним из представителей такого класса соединений является моноселенид галлия (GaSe). Данное соединение обладает высокими оптическими характеристиками, но уступает по показателям прочности и твердости. Для устранения недостатков данный материал легируют различными примесями (In, S, Te, Al и др.). Известно, что только до определенного количества примеси в селениде галлия, последний сохраняет высокие оптические показатели. Поэтому возникает необходимость в определении предельного количества легированной примеси.

**Методы**

Вольтамперные кривые снимали на анализаторе ТА-4 с программным обеспечением (производитель НПП «Томьаналит», г. Томск). В качестве рабочего электрода использовали ртутно-пленочный электрод, электрод сравнения – хлорсеребряный. Фоном служил 1М раствор гидроксида натрия. Потенциал накопления серы –1.0 В. Скорость развертки составляла 50 мВ/с. Вольтамперограммы фиксировали в интервале от – 0.9 до - 0.2 В. На стадии накопления и растворения анализируемый раствор подвергался ультрафиолетовому облучению (УФ). Для проведения вольтамперметрических измерений предварительно селенид галлия (GaSe/S) сплавляли с гидроксидом натрия (NaOH) в соотношении 1:5.

**Результаты**

На вольтамперной кривой анализируемого образца наблюдается наличие пика при - 0.65 В, который отвечает реакции растворения сульфида-ионов ( $S^{2-}$ ).

Для достоверности полученного аналитического сигнала, отнесенного к сигналу определяемой серы, готовили раствор сульфида натрия ( $c = 0,02$  моль/л). Вольтамперную кривую приготовленного раствора снимали при тех же условиях, что и анализируемый образец. Пики серы сульфида натрия и легированного селенида галлия оказались симметричными. Следовательно, для количественной оценки серы в легированном селениде галлия можно использовать калибровочный график (высота пика – концентрация серы) сульфида натрия, построенный из обработки вольтамперных кривых растворов сульфида натрия различных концентраций.

Сравнительная оценка истинного содержания серы в легированном селениде галлия с результатом, полученным в результате обработки вольтамперных данных, приведена в таблице 1.

Табл. 1 – Содержание серы в легированном селениде галлия

№ образца	Содержание серы, %	
	практическое	экспериментальное
1.2.02.08	2	1.8
2.11.02.08	7	7.1
3.20.02.08	10	9.6

<sup>1</sup> Автор выражает признательность зав. лаб., д.х.н. Малиновской Т.Д. за помощь в проведении исследований.

**Физико-химическое исследование и применение в анализе металлзамещенных гетерополикомплексов фосфора****Свинаренко Т.Е., Вишникин А.Б.***Днепропетровский национальный университет. Химический факультет.**Днепропетровск. Украина.**tanya-es@ukr.net*

Синтез новых аналитических реагентов, материалов для создания сенсоров является актуальной задачей аналитической химии. Введение металла в лигандную сферу гетерополианионов (ГПА) структуры Кеггина приводит к полезному изменению их химических свойств: растет основность, устойчивость, изменяются окислительно-восстановительные свойства. Разработаны методы синтеза МЗК, которые позволяют синтезировать МЗК в одну стадию и перекристаллизацией получать высокочистые вещества. Структура и формулы полученных соединений надежно доказаны с использованием комплекса различных методов исследования.

Титансодержащие комплексы образуют интенсивно окрашенные в желтый цвет комплексы с  $\text{H}_2\text{O}_2$ , а также и с другими пероксисоединениями. Синтезирован целый ряд новых Ti-содержащих ГПК, включая  $\text{GaW}_{11}\text{TiO}_{40}^{7-}$ ,  $\text{PMo}_{11}\text{TiO}_{40}^{5-}$ ,  $\text{P}_2\text{W}_{17}\text{TiO}_{62}^{8-}$ . Использование Ti-содержащих МЗК позволяет увеличить чувствительность реакции определения  $\text{H}_2\text{O}_2$  ( $\epsilon = 2,0 \cdot 10^3$ ), расширить интервал кислотности вплоть до  $\text{pH} = 10-11$ . Соли с органическими катионами растворимы в органических растворителях, что позволяет проводить определение органических пероксикилот.

Легкость восстановления Vi- и Sb-содержащих ГПК является основой для разработки высокоэффективных методик определения ряда восстановителей. При исследовании взаимодействия данных комплексов с большим количеством восстановителей разной природы оказалось, что эта реакция является избирательной для аскорбиновой кислоты (Asc) и цистеина. В оптимальных условиях разработанной методики не наблюдается заметного взаимодействия с такими, традиционно сильно мешающими определению Asc веществами, как восстанавливающие сахара (глюкоза, фруктоза), сильные неорганические восстановители (нитрит-, сульфит-ионы, гидразин), не мешает 300-кратный избыток винной кислоты и 50-кратный избыток лимонной кислоты. Значение молярного коэффициента образуемой гетерополисини свидетельствует о полном восстановлении Vi-содержащих МЗК даже в недостатке Asc.

Методика экспрессная, точная, селективная. МЗК, иммобилизованный на пенополиуретан (ППУ) восстанавливается в течении 5 минут, ГГ линейен в интервале 0,3 – 2,0 мг/л Asc. Сорбция МЗК на ППУ позволила создать чувствительные сенсоры для определения Asc и цистеина. Разработаны визуально-тестовые и цветометрические методики определения Asc и цистеина. Методики апробированы при анализе фармацевтических препаратов и пищевой продукции.

Изучены условия сорбции на пенополиуретане гетерополисини, полученной при восстановлении аскорбиновой кислотой тройного 11-молибдовисмутфосфорного гетерополикомплекса (МВФК). Исследование сорбции растворов тройных ГПК, содержащих двухвалентные металлы, такие как, Co, Ni, Cu, Zn показало, что в фазу ППУ переходит молибдофосфат, а металлы остаются в растворе. Сорбция же МВФК происходит быстро ( $t = 20$  мин,  $m = 70$  мг,  $V = 100$  мл) и необратимо. После сорбции ГПА находится в оптимальной для рентгено-флуоресцентного (РФ) определения форме.

В спектре холостого образца отсутствует сигнал Vi, интенсивность полосы Mo незначительна. Разработанная методика определения фосфора обладает высокой воспроизводимостью, по чувствительности превосходит известные РФ методики определения фосфора, позволяет проводить определение по обоим атомам и точно определять фосфор во всех типах вод.



**Маскирование изополимолибдатов и красителя при визуально-тестовой методике определения кремния****Селиванова Татьяна Валериевна**

*Днепропетровский национальный университет, химический факультет,  
Днепропетровск, Украина  
E-mail: vit-ro@mail.ru*

В аналитической практике в последнее время широкое применение находит визуально-тестовое определение малых содержаний элементов. Содержание кремния лимитируется в высокочистых промышленных продуктах, в реактивах и различных типах вод.

В качестве аналитической формы для разработки визуально-тестового определения кремния выбран ионный ассоциат (ИА)  $\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}^{4-}$  с красителем кристаллическим фиолетовым (КФ). На наш взгляд объединение достоинств ИА гетерополианионов (ГПА) с красителями и сорбционного концентрирования является перспективным для разработки высокочувствительных методик как количественного, так и в особенности визуально-тестового определения центральных атомов ГПА, в частности кремния (IV). В качестве сорбента использовали ППУ, на котором быстро устанавливается сорбционное равновесие и сорбат ИА легко десорбируется, в отличие от ГПА.

Для устранения мешающего влияния избытка КФ использовали кислые среды ( $\text{C H}_2\text{SO}_4 = 0,3$  моль/л), в которых катион КФ протонируется, образуя  $\text{KФ}^{2+}$ , при этом также устраняется влияние значительных концентраций  $\text{PO}_4^{3-}$  ( $\text{Si}^{\text{IV}}:\text{P}^{\text{V}} = 1:200$ ).

Было изучено и предложено для устранения мешающего влияния изополимолибдатов использование маскирующих веществ – оксикислот, образующих комплексные соединения с  $\text{Mo}^{\text{VI}}$ . Из апробированных щавелевой, лимонной и винной кислот наиболее стабильные результаты получены с последней. Учитывая высокую кислотность реакционной среды и силу  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  ( $K_{\text{A1}} = 5,6 \times 10^{-2}$ ), можно считать, что в растворе присутствует достаточное количество анионов  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , образующих ИА с КФ и повышающих поглощение холостой пробы. Для более слабых лимонной и винной кислот, значение поглощения холостой пробы намного ниже и примерно одинаково, но результаты экспериментов белее воспроизводимы с винной кислотой.

Получена окрашенная шкала на кубиках ППУ для интервала концентраций кремния  $4 \times 10^{-8} - 8 \times 10^{-7}$  моль/л. Изображения кубиков с сорбатом сканировали бытовым сканером с разрешением  $1200 \times 600$  dpi, окраску разлагали на основные цветовые координаты R, G, B по ранее разработанной программе. Зависимость R-координаты (красный цвет) от концентрации кремния имеет экспоненциальный характер и позволяет выбрать концентрационный шаг на шкале ( $\Delta R = 15-20$ ), а зависимость от  $\lg C$  прямолинейна в интервале концентраций кремния  $4 \times 10^{-8} - 8 \times 10^{-7}$  моль/л с коэффициентом корреляции  $R=0,99$ . Полученная зависимость позволяет определять микроколичества кремния не только визуально-тестовым способом, но и количественно (цветометрически) без использования сложной спектроскопической аппаратуры.  $\text{Sn}(\text{Si}) = 4 \times 10^{-8}$  моль/л.

Разработанные тест- и цветометрическая методики апробированы при определении кремния в различных типах вод: природных (артезианская, минеральная), водопроводной и дистиллированной. В последней определяли общее содержание кремния с предварительным упариванием пробы, в остальных объектах – содержание активного кремния. Предлагаемые методики характеризуются высокой чувствительностью, достаточной селективностью и высокой воспроизводимостью результатов анализа.

**Взаимодействие ионов кальция и магния с гепарином и аденозинтрифосфорной кислотой****Семёнов Артём Николаевич<sup>1</sup>**

Тверской государственный университет, химический факультет. Тверь, Россия

E-mail: s012681@mail.ru

Известно, что гепарин (Нер) - природный биополимер, относящийся к классу антикоагулянтов прямого действия, способен взаимодействовать с различными низкомолекулярными биологически активными веществами [1]. В литературе имеются сведения о том, что антикоагулянтная активность таких ассоциатов может значительно превышать антикоагулянтную активность исходных компонентов, взятых отдельно [2]. Проблема поиска новых более эффективных композиций гепарина с низкомолекулярными компонентами, также обладающими антикоагулянтной активностью, является актуальной для медицины, биохимии, фармакологии. В работе [3] в результате моделирования металл-ионных равновесий плазмы крови выявлены 4 эндогенных лиганда, образующих устойчивые комплексы с ионами кальция: аденозинтрифосфат-анион (АТР), глутамат-, лактат- и цитрат-анионы. Противосвертывающая активность всех четырех лигандов подтверждена биологическими экспериментами с использованием плазмы крови лабораторных крыс. Клиническая востребованность АТР и ее участие во многих процессах метаболизма веществ в организме общеизвестна. В связи с этим необходимо провести исследование комплексообразования ионов кальция с гепарином и АТР при их совместном присутствии на фоне 0.15М NaCl и  $t = 37^{\circ}\text{C}$ , так как полученные об этой системе сведения могут иметь определенный теоретический и практический интерес.

С помощью метода рН-метрического титрования и математического моделирования было установлено, что при взаимодействии гепарина и АТР возможно образование трех комплексных форм:  $\text{HНерАТР}$  ( $\lg\beta=11.69\pm 0.09$ ),  $\text{H}_2\text{НерАТР}$  ( $\lg\beta=17.40\pm 0.12$ ) и  $\text{H}_3\text{НерАТР}$  ( $\lg\beta=21.16\pm 0.16$ ). В интервале рН стабильности плазмы  $6.8\leq\text{pH}\leq 7.4$  доминирует форма  $\text{HНерАТР}$ . Для системы  $\text{CaCl}_2$  – гепарин – АТР показано образование двух смешаннолигандных комплексных форм:  $\text{CaНерАТР}$  ( $\lg\beta=10.89\pm 0.07$ ) и  $\text{CaHНерАТР}$  ( $\lg\beta=16.94\pm 0.07$ ). Форма  $\text{CaНерАТР}$  доминирует в интервале рН стабильности плазмы. Анализ результатов эксперимента показал, что содержание ионов  $\text{Ca}^{2+}$  в интервале  $\text{pH } 6.8\leq\text{pH}\leq 7.4$  в зависимости от соотношений исходных концентраций компонентов ( $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{H}_4\text{Нер}$  и АТР) снижается от 40% до 100%. Образование аналогичных комплексных форм характерно и для системы  $\text{MgCl}_2$  – гепарин – АТР:  $\text{MgНерАТР}$  ( $\lg\beta=9.29\pm 0.09$ ) и  $\text{MgHНерАТР}$  ( $\lg\beta=15.71\pm 0.11$ ), однако устойчивость их несколько ниже.

Следует отметить, что полученные результаты хорошо согласуются с [4], где на основании данных перекрестного электрофореза и экспериментов в условиях *in vitro* и *in vivo* был доказан факт существования комплекса гепарина с аденозинтрифосфатом, а также охарактеризованы его антикоагулянтные свойства.

**Литература**

- T.W. Barrowcliffe. // *Thromb. and Haemost.* 1980. V.42. №5. P.1434-1445.  
В.А. Kudrjashov, Л.А. Lyarina. // *Consult. Bur. (New York)*. 1986. P.33-65.  
Николаева Л.С., Чирков В.В. // *Журн. неорган. химии*. 2004. Т.49, № 10, С. 1670-1675.  
Ляпина Л.А., Пасторова В.Е., Николаева Л.С. // *Известия РАН. Серия биологическая*. 2005. № 2, С. 221-225.

<sup>1</sup> Работа выполнена при поддержке с.н.с., к.х.н. Николаевой Л.С. МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет

**Определение полициклических ароматических углеводов в объектах окружающей среды****Смирнов Константин Николаевич***Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия**E-mail: smirnov-const@yandex.ru*

Загрязнение окружающей среды является одной из важнейших проблем индустриально развитых стран. К числу наиболее опасных загрязнителей относят полициклические ароматические углеводороды (ПАУ). ПАУ представляют собой группу углеводородов, имеющих в своей структуре систему конденсированных ароматических колец. Они обладают канцерогенными и мутагенными свойствами, поэтому мониторинг их содержания в объектах окружающей среды является важной аналитической задачей. В список приоритетных загрязнителей американского агентства по охране окружающей среды входят шестнадцать ПАУ, которые подлежат обязательному определению в почве, донных осадках, воде и воздухе. Шесть из этих соединений входят в список приоритетных загрязнителей Европейского Союза. В России в качестве индикатора загрязнения полициклическими ароматическими углеводородами используют лишь одно соединение данного класса – бенз(а)пирен.

Для определения низких концентраций ПАУ в почвах и водах требуется тщательная пробоподготовка, включающая извлечение ПАУ, концентрирование и очистку экстракта, и использование чувствительных и селективных методов анализа, таких, как ВЭЖХ. В литературе имеются многочисленные, но зачастую противоречивые сведения по способам извлечения ПАУ, поэтому изучение методов определения ПАУ в объектах окружающей среды остается актуальной задачей.

В данной работе сравнили различные методы извлечения шестнадцати приоритетных ПАУ из объектов окружающей среды для последующего их определения методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием в режиме программирования длин волн возбуждения и регистрации флуоресценции. Для извлечения ПАУ из почв использовали механическое встряхивание с органическим растворителем, ультразвуковую экстракцию и экстракцию в аппарате Сокслета. Изучили влияние продолжительности экстракции и природы экстрагента на эффективность извлечения ПАУ. Также сравнили эффективность различных сорбентов для твердофазной экстракции ПАУ из образцов воды.

Опробовали новый подход к оптимизации хроматографического разделения, в котором подвижная фаза остается постоянной, а основной целью является оптимизация неподвижной фазы. Для этого использовали колонку, составленную из сегментов с различными сорбентами. В ходе оптимизации определяли времена удерживания компонентов смеси ПАУ на четырех различных сорбентах (с привитыми CN-группами, фенильными группами, C18 и C18 с амидной вставкой) при неизменном составе элюента. С использованием полученных данных при помощи компьютерной программы рассчитывали комбинацию сегментов колонки, необходимую для разделения смеси с заданными параметрами разрешения и продолжительности анализа. Возможности данного подхода сравнили с возможностями разделения смеси шестнадцати приоритетных ПАУ на обычной обращенно-фазовой колонке Zorbax SB C18 (250 × 4.6 мм, 5 мкм) и специализированной колонке YMC-PAH (150 × 4.0 мм, 5 мкм) в градиентном режиме.

**Определение амфетамина в моче спортсменов методом поляризационного флуороиммуноанализа.*****Суханова И.И., Анполонова С.А., Еремин С.А.***

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
химический факультет, Москва, Россия  
E-mail: i\_sukhanova@mail.ru*

Амфетамины и вещества, принадлежащие к классу амфетаминов, охватывают большую группу препаратов, стимулирующих центральную нервную систему (ЦНС). Первый препарат из этой группы, был синтезирован еще в 1887 г. К 30-м годам двадцатого века появились и стали доступны ингаляторы амфетамина, которые распространялись без рецепта в аптеках как средство против насморка и астмы. В конце 1937 г. новое лекарство появилось в форме таблеток как средство против нарколепсии, также оно было рекомендовано для лечения депрессий и для повышения энергетического потенциала. Вскоре амфетамины получили сенсационную известность как средство, улучшающее деятельность мозга, вселяющее бодрость. Амфетаминовая наркомания достигла размера эпидемии в 70-х годах, поэтому с целью остановить ее, были сделаны попытки ограничить и взять под контроль рецепты, выписываемые врачами. Стоит отметить, что амфетаминовая наркомания является довольно типичной для профессиональных спортсменов, а также водителей, перевозящих грузы на большие расстояния, которые используют препарат для снятия усталости и увеличения энергии. Итак, поскольку амфетамин, стимулируя ЦНС (человек не чувствует усталости и способен выполнять большие объемы работы), позволяет спортсмену показать высокие результаты и вреден для здоровья, Всемирное Антидопинговое Агентство (ВАДА) включило его в список запрещенных препаратов для спортсменов.

В связи с этим возникает необходимость создания быстрого и надежного метода определения амфетамина в моче человека с концентрацией не ниже 250 нг/мл как нижнего предела обнаружения вещества, рекомендованного ВАДА.

Для решения поставленной задачи в основном используют метод газовой или жидкостной хроматографии в тандеме с масс-спектрометрией (ГХ-МС и ЖХ-МС). Существенным недостатком данных методов является дороговизна, длительность и трудоемкость анализа, связанная с продолжительностью пробоподготовки и самого определения.

Для скрининга, то есть экспресс-определения содержания в моче амфетамина используется поляризационный флуороиммуноанализ. К преимуществам ПФИА относятся простота выполнения анализа, быстрота проведения, отсутствие сложной пробоподготовки, хорошая точность и воспроизводимость результатов. Поэтому он хорошо подходит для первоначального скрининга амфетамина в образцах мочи человека, то есть с помощью ПФИА можно быстро и без лишних затрат «отсечь» пробы не содержащие амфетамин. А положительные пробы (содержащие амфетамин) подтверждают более точными методами ГХ-МС или ВЭЖХ-МС. Таким образом, удастся сократить время анализа и затраты.

ПФИА - это гомогенный(безразделительный) метод анализа, который основан на конкурентном взаимодействии определяемого соединения и его производного, меченного флуоресцентной меткой, с ограниченным числом связывания специфических антител. Количество определяемого соединения обратно пропорционально регистрируемой поляризации флуоресценции меченного иммунокомплекса. Предложенный метод характеризуется высокой чувствительностью и специфичностью. Предел обнаружения метода составляет 1 нг/мл амфетамина в 50 мкл образца. Диапазон определяемых концентраций 1-1000 нг/мл.

**Исследование изотермы сорбции Sr(II) сорбентами полистирол-азо-хромотроповой кислотой и полистирол-азо-2,3-диоксинафтолом****Тарасова Ольга Владимировна<sup>1</sup>***Курский государственный университет, Курск, Россия*

С целью выбора наиболее перспективного сорбента для концентрирования и последующего определения Sr(II) в различных объектах, исследованы изотермы сорбции ионов данного элемента полистирол-азо-хромотроповой кислотой (1) и полистирол-азо-2,3-диоксинафтолом (2).

Исследуемые сорбенты синтезированы в центральной химической лаборатории ИГЕМ РАН, предварительно очищены и переведены в H<sup>+</sup> форму [1].

Сорбция стронция проводилась в оптимальных условиях, экспериментально установленных ранее. Результаты исследований представлены графически рис.1 в виде зависимости равновесной концентрации определяемого иона в фазе полимера (а) от его равновесной концентрации в растворе (с). Для математического описания кривых использовалось уравнение Лэнгмюра, записанное в линейной форме [2].

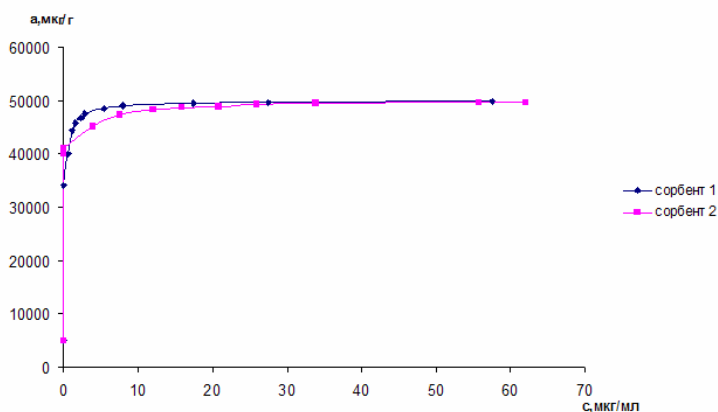


Рис.1. Изотермы сорбции Sr(II) сорбентами 1 и 2

На основе анализа изотерм сорбции определены коэффициенты распределения (D) в системе «раствор-сорбент» и сорбционная емкость сорбентов (СЕС<sub>Sr</sub>). Установлено, что D для сорбента 1 составил  $3,33 \cdot 10^5$  мл/г и СЕС<sub>Sr</sub> 50 мг/г, а для сорбента 2 –  $1,25 \cdot 10^5$  мл/г и 45,8 мг/г, соответственно.

Несмотря на близкие значения СЕС<sub>Sr</sub> для исследуемых сорбентов, наиболее перспективным для практического использования представляется полистирол-азо-4,5-дигидроксиафтолен-2,7-дисульфокислота, что определяется высоким значением коэффициента распределения в данной системе.

### Литература

1. Басаргин Н.Н., Розовский Ю.Г., Волченкова В.А. и др. Органические реагенты и хелатные сорбенты в анализе минеральных объектов. М.: Наука, 1980 – 190с.
2. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. Учеб для вузов – М.: Химия, 1988 – 464с.

<sup>1</sup>Автор выражает признательность профессору, д.х.н. Басаргину Н.Н. за помощь в подготовке тезисов и к.х.н. Розовскому Ю. Г. за осуществление синтеза сорбентов.

**Люминесценция экотоксикантов, солюбилизированных мицеллами ПАВ в сорбционном слое биоматрицы<sup>1</sup>*****Ткаченко Анна Владимировна, Дячук Ольга Александровна<sup>2</sup>****Саратовский государственный технический университет, факультет управления социальными системами, Саратов, Россия**E-mail: djachuko@mail.ru*

К числу экотоксикантов, имеющих приоритетное значение по степени опасности для окружающей среды и здоровья человека относятся полициклические ароматические углеводороды (ПАУ). Определение ПАУ является одной из очень сложных аналитических задач, требующих разработки чувствительных и селективных методов с низким пределом обнаружения веществ.

Для анализа данных экотоксикантов перспективным является люминесцентный метод, сочетающий сорбционное концентрирование и регистрацию сигнала в фазе сорбента. С целью улучшения аналитических характеристик метода нами предложено использовать для сорбции водно-мицеллярные растворы экотоксикантов на основе анионного поверхностно-активного вещества (ПАВ) - додецилсульфата натрия (ДДС).

Переход солюбилизированных веществ из мицеллярных растворов ПАВ в сорбционный слой, состоящий из равновесных объемных ассоциатов молекул ПАВ, представляет значительный интерес, поскольку позволяет повысить эффективность концентрирования реагентов на поверхности сорбента. В связи с этим актуальным является исследование равновесия сорбции между мицеллярным раствором ПАВ, в котором солюбилизированы нерастворимые в воде вещества, и поверхностью сорбента.

В нашем случае анализируемым веществом – солюбилизатором являлся пирен, представитель ряда ПАУ. Сорбентом служила целлюлоза, широко применяемая в качестве биоматрицы для люминесцентных исследований.

Анализ полученных нами изотерм сорбции ПАВ и солюбилизированного пирена из мицеллярных водных растворов на целлюлозной матрице позволяет сделать вывод о том, что сорбция ПАВ из растворов, в которых были солюбилизированы молекулы пирена несколько меньше (на 20%), чем сорбция ПАВ, не содержащих солюбилизированных молекул. Нами установлено, что вместе с ПАВ в сорбционный слой переходят и молекулы солюбилизированных веществ. Конкуренция за места на поверхности сорбента между мицеллами ПАВ и солюбилизированными веществами приводит к понижению изотермы сорбции ПАВ. Адсорбция солюбилизированных веществ, практически нерастворимых в воде, и миграция молекул солюбилизата из сорбированных мицелл на поверхность адсорбента служат убедительным доказательством существования трехмерных ассоциатов ПАВ в сорбированном слое, воспроизводящих в основных чертах структуру мицелл ПАВ в равновесных растворах.

Данный процесс позволил нам значительно увеличить интенсивность сигнала люминесценции ПАУ и тем самым снизить пределы обнаружения веществ. Наибольшая эффективность сорбции и концентрирования на поверхности сорбента анализируемых веществ наблюдалась при концентрациях ПАВ в растворах вблизи критических концентраций мицеллообразования.

---

<sup>1</sup> Тезисы доклада основаны на материалах исследований, проведенных в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований РФФИ 06-04-81006-Бел\_а.

<sup>2</sup> Авторы выражают признательность профессору, д.х.н. Мельникову Г.В. за помощь в подготовке тезисов.

**Пьезокварцевый иммуносенсор для определения алдрина в пищевых продуктах****Фадеева Инесса Владимировна, Нартова Юлия Викторовна**

*Липецкий государственный технический университет,  
Химико-металлургический факультет, г. Липецк, Россия  
E-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru*

Пестицид алдрин в настоящее время запрещен к применению вследствие высокой токсичности. Однако имеются данные, указывающие на его применение в Молдавии для борьбы с плесневым грибом на виноградной лозе. Известные к настоящему времени методики определения токсиканта не отвечают современным требованиям по чувствительности, селективности и экспрессности. Поэтому необходима разработка новых способов определения пестицида.

Разработана методика определения алдрина в пищевых продуктах с применением пьезокварцевого иммуносенсора. На подложке из  $\gamma$ -аминопропилтриэтоксисилана, сформированной на поверхности электрода сенсора с помощью глутарового альдегида закрепляли гаптен-белковый конъюгат, полученный пришивкой бычьего сывороточного альбумина (BSA) к производным эндосульфана (EP, SA). Выбор комплементарных пар иммунореагентов, обеспечивающих максимальный аналитический сигнал сенсора, осуществляли с учетом констант аффинности ( $K_{Af}$ ), установленных методом Скэтчарда (при разработке методики использовали реагенты с  $K_{Af} \geq 10^8$ , что позволило детектировать алдрин на уровне 0,1 – 1,0 мкг/мл).

Сопоставлены результаты определения алдрина конкурентным и сэндвич-способами анализа. В конкурентном варианте в пробу, содержащую аналит, вводили раствор антител и выдерживали для образования гомогенного иммунокомплекса алдрин–антитело. Затем 5 мкл пробы наносили на поверхность электрода иммуносенсора. Несвязавшиеся в гомогенный комплекс антитела вступали во взаимодействие с гаптен-белковым конъюгатом. Аналитический сигнал сенсора измеряли после удаления несвязавшихся иммунореагентов и высушивания покрытия до постоянной массы. Методика сэндвич-анализа включала две стадии. Первая стадия не отличалась от методики конкурентного анализа, а во второй стадии на поверхность иммуносенсора дополнительно наносили раствор, содержащий вторичные антитела, что повышало чувствительность и селективность определения алдрина.

Изучены условия экстракции пестицида неограниченно смешивающимися с водой органическими растворителями (ацетонитрил, диметилформамид), а так же влияние состава водно-органической фазы на величину аналитического сигнала сенсора и устойчивость иммунохимического комплекса. Отмечено, что при проведении иммунохимической реакции в присутствии  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  в растворе, содержащем 40% (об) диметилформамида или ацетонитрила, наблюдается возрастание аналитического сигнала сенсора и  $K_{Af}$ . Установлены оптимальные условия концентрирования алдрина микроэкстракцией диметилформамидом и ацетонитрилом, позволяющие снизить предел обнаружения пестицида в 10 – 40 раз.

Разработанная методика апробирована при определении алдрина в вине «Лидия». Установленное содержание алдрина в вине –  $0,46 \pm 0,01$  мкг/мл.

*Авторы выражают благодарность научному руководителю д.х.н., профессору Ермолаевой Татьяне Николаевне.*

## Экстракция фенольных соединений из гидрофобных средств и анализ методом ВЭЖХ

Фан Винь Тхинь<sup>1</sup>, Чан Тхи Хоанг Куен\*Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, Воронеж,  
Россия

\*Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

e-mail: teppi@vnooss.org

**Введение.** Фенолы, их моно- и полизамещённые находят широкое применение. Фенолы с гидрофобными заместителями, например, ионол (2,6-ди-*трет*-бутил-4-метилфенол) применяют в качестве антиокислительной добавки в жиросодержащие пищевые продукты (растительные и животные жиры, мясные, рыбные продукты, майонезы) в эластомеры, полимеры и трансформаторные масла.

В целях обнаружения фальсификации и контроля качества и безопасности масложировой продукции растительного происхождения, контроля содержания свободных антиоксидантов в технической продукции, на кафедре химии ВГАСУ разработана эффективная методика экстракция и определения фенольных соединений в гидрофобных средствах методом ВЭЖХ. Данная методика успешно использована для анализа фенолов в растительных маслах, и ионола в перцовом пластыре, ионола в трансформаторных маслах.

**Экспериментальная часть.** Суть методики заключается в следующем. К пробе масла добавляют водно-изопропанольный раствор  $\text{NH}_3 \sim 7,1 \text{ M}$  и проводят экстракцию в течение 15 мин. Полученную смесь центрифугируют, в случае трансформаторного масла **нижнюю** изопропанольную фазу отделяют (**верхнюю** в случае растительного масла из-за отличия плотности соответствующих фаз), подкисляют раствором серной кислотой до  $\text{pH} \sim 2-3$  и добавляют  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . После повторного центрифугирования **верхний** слой центрифугата отбирают и хроматографируют на жидкостном хроматографе “Милихром-5”. Применяют изократический режим на колонке размером  $2 \times 80 \text{ мм}$ , заполненной сорбентом Диасорб 130С16Т, аналитическая длина волны 274 нм, подвижная фаза вода – ацетонитрил в объёме соотношении 1:4, скорость подачи 120 мкл/мин.

**Результаты.** Время удерживания фенола – 2,3 мин; крезолов – 2,7 мин (изомеры не разделяются), 2-*трет*-бутилфенола – 3,7 мин; ионола – 5,7 мин. Градуировочный график строят по стандартным растворам фенольных соединений в базовом масле, которые подвергаются всему процессу пробоподготовки. В этих условиях нам удалось определить содержание ионола в образце трансформаторного масла АМТ-300 –  $3500 \pm 150 \text{ мг/кг}$  при  $P=0,95$  и проводить анализ антиоксидантов фенольного типа в растительном масле в присутствии других низших фенольных соединений.

**Выводы.** Получена новая экстракционная система, включающая водно-изопропанольный раствор  $\text{NH}_3$  и высаливатель сульфат аммония, пригодная для анализа низших фенолов, ионола и других производных фенола методом изократической обращенно-фазовой ВЭЖХ в гидрофобных средах.

**Литература**

1 Рудаков О.Б., Подолина Е.А., Фан Винь Тхинь. Выявление антиоксидантов в растительных маслах // Информ. бюлл. Масла и жиры. 2007. № 12 (82). С. 17–19.

Рудаков О.Б., Фан Винь Тхинь, Подолина Е.А., Харитонов Л.А. Применение микроколоночной ВЭЖХ для контроля ионола в трансформаторном масле // Сорбционные и хроматографические процессы. 2008. Т.8. Вып. 1. с. 141-146.

<sup>1</sup> Автор выражает признательность своему руководителю профессору, д.х.н. Рудакову О.Б. за помощь в подготовке тезисов.



**Система нано-электродов для регистрации аффинных взаимодействий****Федотова Ольга Сергеевна, Вагин Михаил Юрьевич**

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва, Россия  
E-mail: verdelet\_nord@mail.ru*

В настоящее время одной из важных задач химического анализа является определение биомолекул. Наиболее перспективные методы определения основаны на специфических взаимодействиях, в которые вступают биомолекулы. Однако существует необходимость развития методов с прямой, т.е. не требующей метки регистрацией таких взаимодействий. С позиции простоты использования и стоимости оборудования наиболее перспективными являются электрохимические методы анализа. Тем не менее, их применение в подобных системах в настоящее время ограничено в основном из-за низкой чувствительности, что требует их дальнейшего развития.

В настоящей работе был предложен способ обнаружения биомолекул путем регистрации их аффинных взаимодействий на системе нано-электродов. Для этого поверхность золотого электрода была модифицирована путем адсорбции белка А и с помощью электрохимической полимеризации покрыта непроводящей пленкой полимера. Дальнейшее удаление белка А приводит к образованию пор. Вольтамперометрическая кривая такого электрода приобретает форму волны с плато, что говорит об изменении диффузии электроактивного вещества к поверхности электрода от планарной к полусферической и доказывает наличие нано-пор [1,2]. Следствием этого становится увеличение соотношения сигнал/шум, что увеличивает чувствительность метода [3]. Таким образом, была получена система нано-электродов с единым контактом.

Далее была проведена модификация полученной системы аптамером с целью дальнейшей регистрации его аффинного взаимодействия с определяемыми биомолекулами. На вольтамперометрической кривой наблюдается спад токов, что доказывает факт связывания биомолекул и аптамера. При этом комплекс аптамера и биомолекулы препятствует диффузии электроактивных частиц к поверхности электрода.

Для оценки величины отклика была проведена модификация аптамером планарного золотого электрода. В данном случае на вольтамперометрической кривой также наблюдается спад токов, свидетельствующий о прохождении связывания, но при этом величина отклика заметно меньше, нежели в случае системы нано-электродов, что говорит о большей чувствительности метода.

Таким образом, впервые была предложена весьма перспективная в области аналитической биохимии система с массивом нано-электродов, которая, в зависимости от дальнейших модификаций, может быть использована для определения широкого спектра биомолекул.

**Литература:**

- [1] Y. Shao, M.V. Mirkin. Nanometer-Sized Electrochemical Sensors // Analytical Chemistry, 1997, Vol. 69, p. 1627-1634.
- [2] J. Abbou, C. Demaille, M. Druet, J. Moiroux. Fabrication of Submicrometer-Sized Gold Electrodes of Controlled Geometry for Scanning Electrochemical-Atomic Force Microscopy // Analytical Chemistry, 2002, Vol. 74, p. 6355-6363.
- [3] J. Heinze. Diffusion processes at finite (micro) disk electrodes solved by digital simulation // Journal of Electroanalytical Chemistry, 1981, Vol. 124, p. 73-86.

**Ионообменная селективность микродисперсных спеков детонационных  
наноалмазов*****Федянина О. Н.***

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
химический факультет, г. Москва, Россия  
phedol@yandex.ru*

В последние годы наибольший интерес исследователей привлекают синтетические детонационные наноалмазы. Высокая гидролитическая стабильность в широком интервале pH и механическая прочность, отсутствие набухания в органических растворителях, относительная инертность матрицы, а также наличие заряженных катионообменных функциональных групп на поверхности алмаза делают микродисперсные спекы детонационных наноалмазов (МСДН) идеальным ионообменником для ионной хроматографии. К настоящему времени ионообменные свойства МСДН практически не изучены.

МСДН получают детонацией взрывчатых веществ с последующим спеканием получающихся наноалмазов при высоких давлениях (3 ГПа и выше) и температурах (>1000°C). В данной работе использовали колонки, заполненные микрочастицами МСДН диаметром от 3 до 6 микрон и развитой пористой структурой ( $D_{\text{пор}}$  1.2-7.5 нм,  $S_{\text{уд}}$  153 м<sup>2</sup>/г).

В работе изучены закономерности удерживания катионов щелочных, щелочноземельных и переходных металлов от концентрации азотной кислоты, используемой в качестве элюента, ионной силы и температуры хроматографической колонки. Спекы наноалмаза демонстрируют свойства слабокислотного карбоксильного катионообменника и проявляют определенную способность к комплексообразованию. На колонке с синтетическими алмазами получено разделение модельных смесей 3-5 катионов металлов.

## Экспресс-определение индекса БПК с применением актиномицетов

Фетисова Маргарита Федоровна<sup>1</sup>

Институт МВД России, Воронеж, Россия

E-mail: a\_kalach@mail.ru

Немаловажным вкладом в решение актуальной проблемы охраны окружающей среды является экспрессная оценка степени загрязненности. Одним из показателей качества вод является индекс биологического потребления кислорода. Превышение предельно допустимых концентраций (ПДК) по БПК<sub>5</sub> в 6 раз (фактически 2000-3000 мг/дм<sup>3</sup>), по содержанию соединений азота в 9 раз (1-2 мг/дм<sup>3</sup>), по взвешенным веществам в 8 раз (1000 мг/дм<sup>3</sup>) создает серьезные трудности как при очистке сточных вод.

В качестве биофлокулянта использовали культуральную жидкость *Str. chromogenes* s.g. 0832. Культивирование актиномицета *Str. chromogenes* 0832 проводили на стандартной питательной среде Чапека с крахмалом, приготовленной по рекомендованной технологии, и жидкой питательной среде с соевой мукой, следующего состава (мас. %): крахмал – 5,0; соевая мука – 1,5; ZnSO<sub>4</sub> – 0,02; FeSO<sub>4</sub> – 0,01; CaCO<sub>3</sub> – 0,4; K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> – 0,08, вода – остальное, pH среды 6,7-6,8. Различные значения pH среды устанавливали добавлением 1 М HCl или NaOH. В экспериментах использовали реальные сточные воды, полученные с очистных сооружений ОАО «Алексеевский мясоптицекомбинат» (г. Алексеевка Белгородской обл.).

Эксперимент проводили на объекте сточной воды, который характеризовался следующими показателями: БПК<sub>5</sub> – 1148,3 мг O<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>, ХПК – 741,5 мг O<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>, БПК<sub>5</sub>/ХПК – 0,51. Культуральную жидкость, полученную в результате культивирования микроорганизма *Str. chromogenes* s.g. 0832 в течение 72 ч, вносили в сточную воду в объемном соотношении 1:10, далее перемешивали в течение 5 мин и отстаивали 1 ч при температуре 20 ± 1 °С. В колбу со сточной водой (100 дм<sup>3</sup>) с заданной концентрацией загрязнений вносили определенное количество биофлокулянта (2-5 мг/дм<sup>3</sup> по сухой биомассе), прошедшего регенерацию и промывку дистиллированной водой. После перемешивания среды в течение 5 минут отфильтровывали биомассу, после чего замерялась остаточная концентрация загрязнений в сточной воде. По разности исходной и остаточной концентраций загрязнений в стоке рассчитывали их равновесные концентрации в биомассе актиномицета. Концентрация смешанного загрязнения, выраженная через ХПК, определялась бихроматным методом.

Применение биофлокулянта позволило обеспечить очистку стока на уровне ПДК и ниже по основным показателям, характеризующим эффективность водоочистки: мутность (58,7 %), ХПК (91,3 %), БПК (90,8 %) и снизить концентрацию анионных ПАВ – в 6 раз. Результаты опытов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Равновесные концентрации смешанного загрязнения в системе сточная вода-флокулы, выраженные в ХПК

Показатель БПК <sub>полн.</sub> , мг O <sub>2</sub> /дм <sup>3</sup>	Время проведения процесса, мин.						
	10	20	30	40	50	60	90
в сточной воде	96	143	294	367	478	536	629
во флокулах	1458	5789	8974	10456	14567	17190	21102

Таким образом, представляется перспективным применение микроорганизмов, в частности *Str. chromogenes* s.g. 0832 в качестве индикатора степени загрязненности сточных вод на основе анализа «индекса БПК».

<sup>1</sup> Автор выражает признательность к.х.н. Калачу А.В. за помощь в подготовке тезисов

**Спектрофотометрическое определение аденозинтрифосфата с использованием полиметиновых красителей<sup>1</sup>****Хлынцева Светлана Викторовна<sup>2</sup>***Днепропетровский национальный университет, Днепропетровск, Украина**E-mail: khlyntseva@yahoo.com*

Аденозинтрифосфат (АТФ) является естественной составной частью тканей организма человека и животных. Главная функция АТФ в организме – это обеспечение энергией многочисленных биохимических реакций. В объектах окружающей среды определение концентрации АТФ может дать информацию о количестве бактерий, жизнеспособной биомассы и микробиологической активности. Наиболее часто для определения АТФ используются биолюминесценция ( $C_{\min}=10^{-14}$  М), хроматография ( $C_{\min}=10^{-7}$  М), флуоресценция ( $C_{\min}=3 \times 10^{-9}$  М). В последнее время интенсивно развиваются сенсоры для определения АТФ на основе люциферин-люциферазы ( $C_{\min}=10^{-12}$  М) и других ферментов ( $C_{\min}=10^{-8}$  М). Спектрофотометрические методы применяются для определения АТФ крайне редко ( $C_{\min}=1,5 \times 10^{-7}$  М).

Для спектрофотометрического определения АТФ необходимой стадией является его гидролиз до ортофосфата. Изучена скорость гидролиза в кислой и нейтральной среде, а также при окислении персульфатом. Показано, что в нейтральной среде гидролиз проходит очень медленно, но уже в слабокислой среде (0,05 М) за 60 мин при нагревании удастся достичь 80%-ного гидролиза.

Для детектирования предложено использовать реакции образования ионных ассоциатов (ИА) молибденовых гетерополианионов (ГПА) фосфора с полиметиновыми красителями. Обсуждены особенности применения в качестве аналитических форм молибдофосфорного и разнолигандного молибдованадофосфорного ГПА, а также красителей астрофлосина и дииндокарбоцианина.

Наиболее удачной аналитической формой является ИА  $\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}^{3-}$  с астрофлосином. Окраска ИА образуется мгновенно после сливания реагентов и остается устойчивой длительное время. Молярный коэффициент светопоглощения в пересчете на АТФ составил  $3,3 \cdot 10^5$  моль<sup>-1</sup>·л·см<sup>-1</sup>. Градуировочный график линеен в интервале концентраций АТФ 0,04 – 1,2 мкмоль/л, предел обнаружения, рассчитанный по 3S критерию, составил 0,02 мкмоль/л.

Определению АТФ предложенной методикой не мешает большое число органических веществ и неорганических ионов. Однако АДФ и АМФ в выбранных условиях также частично гидролизуют, хоть и в значительно меньшей степени (62 и 20% соответственно).

Предложенная методика была апробирована при анализе таблеток и инъекций АТФ.

<sup>1</sup> Тезисы доклада основаны на материалах исследований, проведенных в рамках гранта Вышеградского Фонда (грант № 997062).

<sup>2</sup> Автор выражает признательность доценту, к.х.н. Вишникину А.Б. и профессору, д.х.н. Базелю Я.Р. за помощь в подготовке тезисов.

## Количественное определение суммы капсаициноидов в перцовых пластырях методом микроколоночной ВЭЖХ

Хорохордина Елена Алексеевна, Фан Винь Тхинь<sup>1</sup>

Воронежский архитектурно-строительный университет, Воронеж, Россия,

E-mail: robert@vgasu.vrn.ru

Усовершенствованна методика количественного экстрагирования суммы капсаициноидов в пластыре перцовом «Доктор Перец» с обезболивающим действием. В состав лечебной формы входят анальгин, экстракт красавки и перца стручкового, канифоль сосновая, ланолин безводный, ионол и. т. д. Основой клейкой массы является синтетический каучук.

Цель исследования – отделить капсаициноидов от матрицы, и максимально уменьшить содержание анальгина в пробе и оптимизировать условия хроматографирования. Для этого была разработана экстракционно – хроматографическая методика с использованием обращенно-фазовой микроколоночной ВЭЖХ.

Капсаициноиды по своей химической структуре можно отнести к гидрофобным производным фенола, которые хорошо растворимы в неполярных органических растворителях. Анальгин - полярное гетероциклическое соединение хорошо растворимое в воде, слабо - в этаноле. Исходя из этого, в качестве экстракционной системы использовали изопропиловый спирт, водный раствор аммиака и высаливатель сульфат аммония. Анализ проводили методом микроколоночной обращенно-фазовой ВЭЖХ с подвижной фазой ацетонитрил-вода (1:1), расход элюента 70 мкл /мин, колонка Диасорб 130С16Т размер частиц 7 мкм; размер колонки 2×80 мм, аналитическая длина волны 274 нм; объем анализируемой пробы 5 мкл, время удерживания капсаициноидов – 10 и 15 мин. Ниже приведены блок-схема методики и образец хроматограммы разделения капсаициноидов.

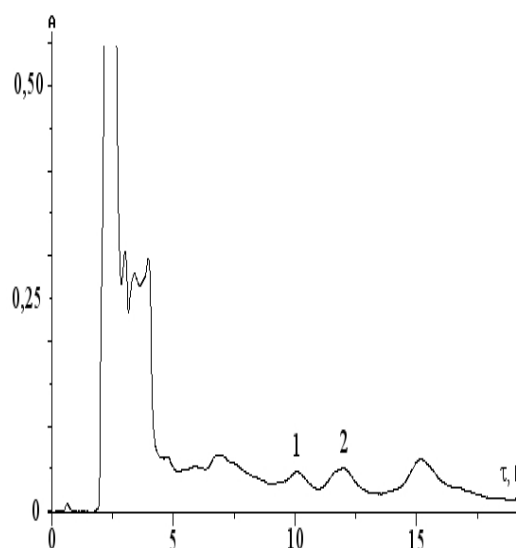
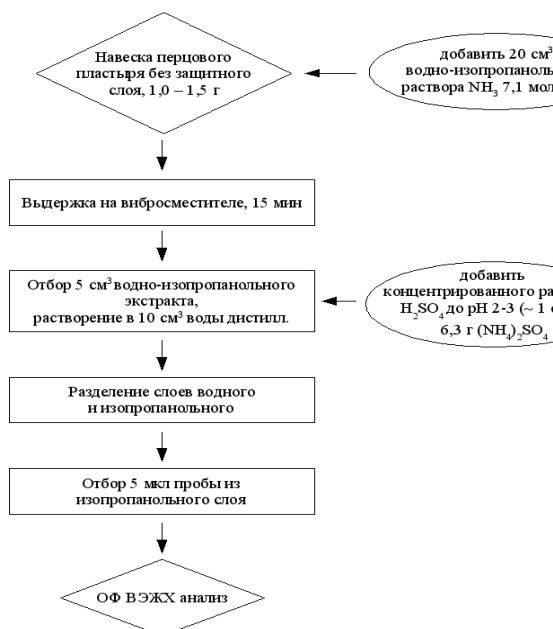


Рис. 2. Хроматограмма экстракта капсаициноидов (1, 2) - из перцового пластыря с анальгином

Рис.1. Блок-схема протокола анализа. Методика успешно апробирована в ОАО «Верофарм», г. Воронеж.

<sup>1</sup> Авторы выражают признательность профессору, д.х.н. Рудакову О.Б. за помощь в подготовке тезисов.

**Определение норфлоксацина методом сенсibilизированной флуоресценции РЗЭ в лекарственном препарате****Хрячкова Е.С., Неврюева Н.В., Смирнова Т.Д., Штыков С.Н.***Саратовский государственный университет, химический факультет**410012, Саратов, ул. Астраханская, 83**E-mail: lena-khrjachkova@rambler.ru, natasha.k.83@mail.ru*

В последнее время, большой интерес представляют соединения, обладающие биологической активностью, например, антибиотики фторхинолонового ряда, одним из которых является норфлоксацин (НФ). При больших концентрациях НФ обладает токсичным действием. В этой связи возникает необходимость в контроле содержания антибиотика в биологических жидкостях, таких как плазма крови, моча, а так же в пищевых продуктах (мясе птицы, молоке, яйцах), в лекарственных формах с целью выявления возможной фальсификации препарата.

Для определения НФ наиболее широко используют хроматографический метод, который имеет ряд недостатков (использование токсичных растворителей и дорогостоящего оборудования), ограничивающих его применение. Флуориметрический метод как простой, экспрессный и высокочувствительный так же часто используется для определения биологически-активных антибиотиков. Однако, собственная флуоресценция норфлоксацина невелика. Увеличить интенсивность эмиссии можно, используя вариант сенсibilизированной флуоресценции хелатов лантаноидов, поскольку реагент содержит группы, по которым возможно комплексообразование с ионом металла.

В качестве РЗЭ нами выбраны  $\text{Eu}^{3+}$  и  $\text{Tb}^{3+}$ . Показано, что сигнал эмиссии выше в случае хелата НФ- $\text{Tb}^{3+}$ . Найдены оптимальные условия комплексообразования  $\text{Tb}^{3+}$  с НФ.

С целью дополнительного увеличения сигнала изучено влияние вторых лигандов, таких как 1,10-фенантролин (Фен), теноилтрифторацетон, комплексон III, триоктилфосфиноксид. Установлено, что увеличение сигнала в (1.5 раза) происходит только в присутствии Фен, что, по-видимому, связано не только с вытеснением молекул воды из первой координационной сферы иона металла, но и с дополнительной сенсibilизацией флуоресценции. При введении ТОФО образуется осадок. Все дальнейшие исследования проводились в присутствии Фен.

Изучено влияние организованных сред на интенсивность флуоресценции смешаннолигандных хелатов. Показано, что наибольший рост интенсивности сигнала наблюдается в присутствии анионного ПАВ додецилбензолсульфоната натрия. Аналитический сигнал линеен в интервале концентраций  $1.0 \cdot 10^{-8} \text{ М} - 1.0 \cdot 10^{-3} \text{ М}$ , предел обнаружения составляет  $3.1 \cdot 10^{-9} \text{ М}$ .

Разработанная методика апробирована на лекарственном препарате «РЕНОР», правильность определения контролировали методом добавок.

**Особенности комплексообразования ионов металлов с фенолкарбоновыми кислотами трифенилметанового ряда, иммобилизованными на тонкослойных матрицах**

**Чернова Ольга Борисовна**

*Владимирский государственный университет, Владимир, Россия*

*E-mail: gankova\_olga@mail.ru*

Фенолкарбоновые кислоты трифенилметанового ряда (хромазурол S (ХАЗ), эриохромцианин R (ЭХЦ) и сульфохром (СХ)) используются для фотометрического определения Al, Cu, Fe(III), Be, Cr(III), Zr и других металлов; в тест-методах – для определения Al, Be и Fe(III). В качестве носителя реагентов используют целлюлозную бумагу, силикагель, ксерогель.

В отличие от реагентов (ХАЗ, СХ и ЭХЦ), их комплексы с ионами металлов хорошо адсорбируются на целлюлозных матрицах, искусственных и натуральных тканях: бязи, вискозе, шелке, капроне. Степень удерживания реагентов составляет от 10 до 60 %, в то время как для комплексов – 95–100 %. На высокое сродство комплексов к носителю указывают данные, полученные на основании вида кривых адсорбции, относящихся к L-типу. Этот тип изотерм характерен для нехимической адсорбции, обусловленной действием дисперсионных сил, образованием водородных или гидрофобных связей.

Процесс комплексообразования на тонкослойных матрицах ионов металлов с реагентами сопровождается метахроматическим сдвигом полос поглощения комплексов по сравнению с полосами поглощения в растворе. Однако замечено, что метахроматический сдвиг полос поглощения комплексов с СХ и ЭХЦ незначителен и составляет 5 – 10 нм, и значителен для ХАЗ (100 нм на бязи и вискозе и 130 нм на шелке). Это может быть обусловлено ярко выраженным гидрофобным характером молекулы ХАЗ в отличие от молекул ЭХЦ и СХ.

При сравнении ИК-спектров бязи и бязи с иммобилизованным комплексом Al–ХАЗ изменения заметны лишь в области 400 – 800 см<sup>-1</sup>. Сглаживание одних максимумов и появление других в этой области связано с изменениями колебаний связи С–Н, С–С1 бензольных колец ХАЗ, что свидетельствует о гидрофобных взаимодействиях.

Образование комплекса, вероятно, происходит непосредственно в порах матрицы, причем только для ХАЗ характерно увеличение числа координированных лигандов в комплексе. Если для водных растворов комплексов Al, Fe(III), Cu(II) с ХАЗ характерно соотношение Me:ХАЗ 1:1 (в отсутствие) и 1:3 (в присутствии ПАВ), то на матрицах оно составляет 1:3 в отсутствие ПАВ. Добавление ПАВ не оказывает влияния на соотношение Me:R в комплексе, иммобилизованном на тонкослойной матрице. Использование ЭХЦ и СХ не дает подобного эффекта. Диффундировать в мицеллярное пространство способен, вероятно, только ХАЗ и комплекс Me – ХАЗ. Аналогичная высокая субстратная специфичность ХАЗ, Me – ХАЗ характерна также для солюбилизации в мицеллах неионных ПАВ. Включение комплекса Me – ХАЗ в мицеллы НПВ приводит к таким же спектральным изменениям как и при комплексообразовании в фазе твердой полимерной матрицы.

Отмеченные выше особенности реакционной способности ХАЗ, иммобилизованного на тонкослойных матрицах, позволили оптимально реализовать их при разработке тест-систем для определения ионов металлов. Использован прием концентрирования продуктов реакции на индикаторной матрице и использование тест-полос. Разработаны тест-методики определения Al и Be; диапазон определяемых содержаний Al 0,0005 – 1,0 мг/л, Be 0,0005 – 0,5 мг/л при объеме пропускаемой пробы 100 мл. Правильность предложенных методик оценивали методом «введено – найдено».

**Чай – фальсификат?****Чирков Николай Васильевич<sup>1</sup>**

*Пермская государственная сельскохозяйственная академия им. Д.Н. Прянишникова,  
технологический факультет, г. Пермь, Россия  
E-mail: nic\_86@mail.ru*

Чай является одним из главных продуктов, который мы употребляем каждый день. Множество фирм, занимающиеся производством и поставкой на российский рынок чайной продукции, создают определенные барьеры по выявлению путей поступления чайного сырья и самого чая в Россию.

Для выявления объектов нашего исследования был проведен социологический опрос населения г. Перми. В опросе приняли участие 500 человек в возрасте от 15 до 62 лет. По данным опроса мы установили, что 60% респондентов предпочитают черный чай, треть – зеленый, а 10% – не употребляют.

Новый уровень дифференциации таможенных пошлин (20% на готовую продукцию и 5% на чайное сырье) привел к кардинальному изменению структуры ввоза чая – импортируют чайное сырье, а фасуют чай в России (Кайшев В.Г.). Замена чаинок веточками и старыми листьями, замена чая высших сортов более низшими – все это примеры фальсификации чая.

Основными компонентами чая являются: дубильные вещества, придающие приятно-вяжущий вкус и красивый цвет настоя; алкалоиды – оказывают тонизирующее действие на организм человека; аминокислоты – формируют аромат чая; продукты превращения сахаров – участвуют в формировании аромата и окраски чая.

По данным торгово-промышленной палаты и санитарно-эпидемиологической станции г. Перми комплексная экспертиза качества чая не проводилась более 7 лет.

Задача нашего исследования – проверить наиболее покупаемые сорта черного чая на химические показатели, установленные ГОСТ 1938-90, т.к. именно они определяют качество чая и влияют на наше самочувствие. Для анализа были выбраны следующие марки чая – «Принцесса Нури» (1 сорт), «Riston» (высший сорт) и «Kandy» («Букет»).

*Определение массовой доли влаги* мы проводили гравиметрическим методом. Результаты: чай «Принцесса Нури» –  $5,1 \pm 0,2\%$ ; «Riston» –  $4,4 \pm 0,2\%$ ; «Kandy» –  $4,0 \pm 0,2\%$ . Стандартом допускается наличие влаги в чае не более 8% (ГОСТ 1936-85).

*Определение массовой доли водорастворимых экстрактивных веществ* мы проводили путем экстрагирования горячей дистиллированной водой навески чая с обратным холодильником с последующим ее выпариванием на водяной бане до сухого остатка и взвешивания бюкса с экстрактом. Результаты опыта: чай «Принцесса Нури» –  $35,2 \pm 1\%$ ; «Riston» –  $38,9 \pm 1\%$ ; «Kandy» –  $49 \pm 1\%$ . Стандартом регламентируется массовая доля водорастворимых экстрактивных веществ не менее 35% (ГОСТ 28551-90).

*Определение танинов* проводили перманганатометрическим методом с использованием в качестве индикатора индигокармин. Результаты: «Принцесса Нури» –  $10,8 \pm 0,7\%$ ; «Riston» –  $15,4 \pm 0,7\%$ ; «Kandy» –  $19,7 \pm 0,7\%$  (ГОСТ 19885-74).

Как видно, исследуемые образцы соответствуют требованиям ГОСТ. Чем выше сорт чая, тем выше показатели качества. Все образцы не являются фальсификатами.

**Литература**

- ГОСТ 1936-90 «Чай. Правила приемки и методы анализа».
- ГОСТ 1938-85 «Чай черный байховый фасованный. Технические условия».
- ГОСТ 19885-74 «Чай. Методы определения содержания танина и кофеина».
- ГОСТ 28551-90 «Чай. Метод определения водорастворимых экстрактивных веществ».

Кайшев В.Г. Состояние и развитие продовольственного комплекса России. //Пищевая промышленность, 2006 - №3 – С. 6-18.



**Групп-специфическое определение сульфаниламидных препаратов методами поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа и иммуноферментного анализа.*****Шарышев А.А., Нестеренко И.С.***

*Кафедра химической энзимологии, Химический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова,  
119992 Москва, Ленинские горы  
тел. (495) 939 41 92  
факс (495) 939 27 42  
dvalin86@mail.ru*

Сульфаниламидные препараты в настоящее время являются широко применяемыми антибактериальными средствами. Эти соединения также используются в ветеринарии в целях профилактики и лечения различных заболеваний у животных. Однако, попадая опосредованно в продукты питания (молоко, мясо, мед и др.), остаточные количества сульфаниламидов при определенных концентрациях могут вызывать у людей дерматиты, нарушения обмена веществ, деятельности центральной нервной системы и другие заболевания. Для предупреждения возможных осложнений необходим контроль за содержанием сульфаниламидов в различных пищевых объектах. При этом необходимо применение высокочувствительных методов, способных выявить низкие концентрации этих веществ (менее 100 нг/мл или 100 мкг/кг). Среди этих методов следует выделить метод поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА), характеризующийся не только высокой чувствительностью, но и быстротой проведения анализа. Так же стоит отметить иммуноферментный анализ (ELISA), который характеризуется так же необходимой чувствительностью, но и не подвержен влиянию матрикс эффекта, в частности молока. Часто в продуктах содержится не какой-то один препарат группы сульфаниламидов, а несколько близкородственных соединений.

Поэтому целью работы была разработка групп-специфического метода определения сульфаниламидов методом ПФИА и ИФА и их сравнение.

В настоящей работе были установлены условия специфического определения сульфаклорпиридазина, сульфаметаксазола, сульфатиазола, сульфаметизола, сульфаметазина, сульфадиазина, сульфадиметоксина методом ПФИА. Поликлональные антитела были получены на иммуноген бычьего сывороточного альбумина с вышперечисленными сульфамидными препаратами и предоставлены проф. Р.Абукнеша (университет г. Лондон, Аншлия). В нашей лаборатории были синтезированы трейсеры этих сульфаниламидных препаратов с этилендиаминтиокарбомилфлуоресцеином. Наиболее удачные условия были подобраны для одновременного определения сульфаметазина, сульфаметизола и сульфатиазола с пределом обнаружения менее ПДК.

Были синтезированы конъюгаты вышперечисленных сульфаниламидных препаратов с овальбумином и подобраны комбинации иммунореагентов для групп-специфического определения данных соединений методом конкурентного иммуноферментного анализа.

**Применение золотых наночастиц для определения антител к ДНК с помощью пьезокварцевого иммуносенсора*****Шашканова О.Ю., Гордиенко А.Е.***

*Липецкий государственный технический университет, химико-металлургический факультет, г. Липецк, Россия  
E-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru*

В настоящее время антитела к ДНК в сыворотке крови, свидетельствующие о наличии аутоиммунного заболевания, определяют методами иммуноферментного анализа, реакции пассивной гемагглютинации, радиоиммунного анализа, иммуноэлектрофореза, являющиеся достаточно длительными и трудоемкими.

Предложен пьезокварцевый иммуносенсор для прямого определения специфичных антител в сыворотке крови на основе иммобилизованных молекул нативной или денатурированной ДНК (денатурацию осуществляли с помощью нагревания и последующего резкого охлаждения в фосфатном буферном физрастворе). В режиме реального времени изучены способы иммобилизации ДНК на поверхности золотых и серебряных электродов резонаторов АТ-среза (производство ЗАО «ЭТНА», Россия) с учетом концентрационной и удельной чувствительности, а также устойчивости рецепторного слоя при длительной эксплуатации в жидкости. Активацию электрода проводили путем формирования тонких слоев на основе конканавалина А,  $\gamma$ -аминопропилтриэтоксисилана, меркаптопропионовой кислоты, 11-меркаптоундеканола, L-полилизина. Ковалентную пришивку биомолекул осуществляли с помощью следующих бифункциональных реагентов: глутаровый альдегид, 1-этил-3-(3-диметиламинопропилкарбодимид) и N-гидроксисукцинимид.

Было установлено, что использование наночастиц на основе коллоидного золота при определении антител к ДНК приводит к усилению аналитического сигнала сенсора. Изучены способы получения золотых наночастиц. Показано, что наночастицы оптимального размера (оценку размера частиц осуществляли спектрофотометрическим методом) могут быть получены восстановлением золотохлороводородной кислоты трехзамещенным цитратом натрия. Исследованы условия образования конъюгата антител к ДНК с коллоидным золотом. Разработана методика проточно-инжекционного определения антител к ДНК в сыворотки крови, включающая предварительную обработку пробы раствором коллоидного золота для образования конъюгатов, центрифугирование и последующее введение пробы в поток фосфатного буферного раствора. Измерение аналитического сигнала осуществляли в режиме реального времени при прохождении пробы через ячейку детектирования, содержащая пьезокварцевый иммуносенсор. Регенерацию рецепторного слоя сенсора после завершения цикла измерения проводили раствором 0,03 мМ KCNS или бидистиллированной водой. Применение золотых наночастиц позволило расширить диапазон определяемых содержаний антител к ДНК – 0,004 - 10 МЕ/мл (0,03 - 7,5 МЕ/мл без использования коллоидного золота) и в 10 раз снизить предел обнаружения биомолекул.

Методика апробирована при определении антител к ДНК в сыворотках крови больных аутоиммунными заболеваниями (системная красная волчанка, гломерулонефрит и ревматоидный полиартрит), характеризуется хорошей воспроизводимостью и правильностью. Установлено, что определению антител к ДНК не мешают другие компоненты сыворотки крови. Разработанная методика может быть рекомендована для ранней клинической диагностики аутоиммунных заболеваний.

*Авторы выражают благодарность научному руководителю д.х.н., профессору Ермолаевой Татьяне Николаевне*

**Анализ природных питьевых вод методами анионной хроматографии и редокс-фотометрии*****Шляпунова Е.В.****Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского.**Химический факультет. Нижний Новгород. Россия.**Shlena@bk.ru*

Установление общих закономерностей распределения нормируемых примесей в зависимости от содержания матричных элементов подземных питьевых вод является важной задачей. Актуальность ее решения обусловлена, с одной стороны – экологическими проблемами водных ресурсов, с другой – вопросами "распознавания образа" торговых марок питьевых вод.

Целью работы являлось повышение избирательности определения низких концентраций токсичных (фторид, бромид, нитрат, нитрит) и биогенных (селен, иод) микрокомпонентов в природных питьевых водах методами ионной хроматографии и редокс - фотометрии.

Применяли вариант двухколоночной ионной хроматографии с селективными анионитами различной обменной емкости. Установленные закономерности сорбции и элюирования вышеперечисленных токсичных анионов в диапазоне 0,1 – 50 ПДК позволяют детализировать влияние матрицы и некоторые особенности механизма анионного обмена. Показано, что существенный вклад в величину коэффициента емкости вносят структурные эффекты гидратации ионов, поверхностная плотность заряда ионита и поляризуемость сорбата.

Для редокс - фотометрического определения селенит- и иодид - ионов на уровне нанограммовых масс предложено использовать двухфазные редокс - реакции с участием гексахлоридного комплекса сурьмы (V). Рассматриваются теоретические аспекты взаимодействий, формирующих аналитический сигнал, в присутствии сопутствующих веществ. Редокс - фотометрия и ионная хроматография информативно дополняют друг друга, отличаются хорошими точностными характеристиками и разрешающей способностью.

С использованием разработанных методик выполнен мониторинг (2005-2007 гг.) большого числа природных питьевых вод различных месторождений Европейской части России и Кавказского региона. Определяли содержание указанных микрокомпонентов и растворимых форм матричных элементов. Установлена относительная стабильность исследованных вод по основным и примесным ионам с отклонением от среднего значения в пределах 5 – 25 %. Найдены корреляционные зависимости между некоторыми гидрогеологическими характеристиками водоносной среды и химическим составом подземных источников. В целом отмечено отсутствие нарушений нормативных документов, регламентирующих содержание токсичных ионов. Вместе с тем, фториды и нитраты являются природными маркерами соответствия торговой марки бутилированных питьевых вод заявленному типу и образцу. В этой связи представляют интерес результаты анализа искусственно - минерализованных вод. Выявлены селено - и иододефицитные регионы, а также отдельные скважины с повышенным содержанием селена и иода.

Таким образом, полученные теоретические разработки и методологические подходы позволяют эффективно решать важные прикладные задачи экологической химии с применением доступных оборудования и реагентов.

**Ферментативный флуориметрический метод определения катехоламинов**

**Яблоцкий Константин Витальевич**

*МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет, Москва, Россия*

*E-mail: yakos@list.ru*

Катехоламины - биологически активные органические соединения, участвующие в регуляции процессов центральной нервной системы человека. Определение наиболее распространенных из них (допамина, адреналина, норадреналина, серотонина и др.) является актуальной аналитической задачей, так как по их содержанию в биологических жидкостях диагностируют заболевания нервной системы и почек.

Цель данного исследования – разработка ферментативного метода определения катехоламинов с флуориметрическим контролем скорости индикаторных реакций.

Для достижения поставленной цели использовали два подхода. Первый основан на способности катехоламинов окисляться пероксидом водорода в присутствии пероксидазы хрена. Второй подход заключался в применении катализируемой пероксидазой дериватизации катехоламинов дифенилэтилендиамином или бензиламином с образованием более интенсивно флуоресцирующих производных, чем сами катехоламины.

Показано, что при определении катехоламинов по скорости убыли их собственной флуоресценции не достигается необходимая чувствительность. Для реализации второго подхода изучена кинетика биокаталитической дериватизации ароматическими аминами допамина, адреналина и серотонина, оптимизированы условия (рН, природа и концентрация буферного раствора, температура, природа растворителя и концентрации реагентов) проведения индикаторных реакций. Разработаны ферментативные методики определения указанных катехоламинов в модельных системах с пределами обнаружения  $5 \cdot 10^{-9}$  М. В работе использовали флуориметрический метод регистрации в двух его вариантах — оптическом и лазерном.