ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ И ШКОЛА-КОНФЕРЕНЦИЯ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫХ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ»

СБОРНИК ТРУДОВ КОНФЕРЕНЦИИ



15 - 22 ОКТЯБРЯ, 2023
г. СЕВАСТОПОЛЬ

При поддержке:







Российская академия наук

Научный Совет РАН по физической химии

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина
Российской академии наук

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Федеральный исследовательский центр
«Морской гидрофизический институт РАН»

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Федеральный исследовательский центр
«Институт биологии южных морей» имени А.О. Ковалевского РАН



ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ И ШКОЛА-КОНФЕРЕНЦИЯ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫХ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ»

СБОРНИК ТРУДОВ КОНФЕРЕНЦИИ

15 – 22 ОКТЯБРЯ, 2023

г. СЕВАСТОПОЛЬ

УДК 54
ББК 24.5
Ф503

Утверждено к печати Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Институтом физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук

Ф503 Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях: Всероссийская конференция и школа-конференция молодых ученых, 15 – 22 октября, 2023, Севастополь, Россия. *Сборник трудов конференции.* — М.: ИФХЭ РАН, 2023. – 177 с.

ISBN 978-5-00202-421-6

В сборнике представлены материалы Всероссийской конференции и школы-конференции молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях».

Сборник включает тезисы пленарных лекций, устных и стендовых докладов, а также публикации по следующим направлениям: физико-химические методы при междисциплинарных исследованиях; фундаментальные и прикладные вопросы физико-химических процессов на границе раздела фаз; синтез, строение, физико-химические свойства и применение новых сорбционных и хроматографических материалов для промышленного и аналитического применения; научные и практические аспекты разработки и применения сорбционных технологий при переработке природного и техногенного, в том числе, радиоактивного, сырья и отходов; физико-химические механизмы образования комплексов биологически важных продуктов; исследование биогеохимических процессов в Мировом океане; радиохимические методы в исследовании экосистем и анализе объектов окружающей среды; применение биофизических и биохимических методов при мониторинге прибрежной зоны Черного моря; применение физико-химических методов при оценке физических и химических факторов загрязнения окружающей среды; применение физико-химических методов для изучения гидробионтов и культур сельскохозяйственного назначения; физико-химические методы при оценке качества пищевой продукции, фармацевтической продукции, строительных материалов и других объектов исследований; история физико-химических методов (круглый стол); применение физико-химических методов при оценке физических и химических факторов загрязнения окружающей среды.

Тезисы докладов представлены в авторской редакции.

Для широкого круга химиков, физиков, экологов, специалистов научно-исследовательских групп, организаций, аспирантов и студентов.

ISBN 978-5-00202-421-6

© Авторы научных статей, 2023
© ИФХЭ РАН, 2023

СПИСОК УСТНЫХ ДОКЛАДОВ

1 ***Хамизов Р.Х.***

ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫЕ ПРОЦЕССЫ ВЫДЕЛЕНИЯ ЛИТИЯ ИЗ МОРСКОЙ ВОДЫ И ПРИРОДНЫХ РАССОЛОВ СОРБЦИОННЫМИ МАТЕР ИАЛАМИ

2 ***М.П. Цюрупа, А.Ю. Попов, Б.Р. Сайфутдинов, Ю.А. Давидович, В.А. Даванков***

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ФОРМУ ИЗОТЕРМ АДСОРБЦИИ ПАРОВ СВЕРХСШИТЫМИ ПОЛИМЕРАМИ

3 ***Зенкевич И.Г., Деруиш А.***

РЕКУРРЕНТНАЯ АППРОКСИМАЦИЯ ВРЕМЕН УДЕРЖИВАНИЯ В ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЭЖХ КАК СПОСОБ ВЫЯВЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ПРЕВРАЩЕНИЙ АНАЛИТОВ

4 ***Долгоносов А.М.***

НАБУХАЕМОСТЬ И СЕЛЕКТИВНОСТЬ ПОЛИМЕРНЫХ ИОНИТОВ

5 ***Зайцева Е.А., Долгоносов А.М.***

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРА ДИСПЕРСИОННЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ МЕТОДА ТРЕХПАРАМЕТРИЧЕСКОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ФАЗ

6 ***Хабаров В.Б.***

О НОРМАТИВНОМ ПРАВОВОМ ОБЕСПЕЧЕНИИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕПЛОВОЙ ИЗОЛЯЦИИ ИЗ РАСПЛАВА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

7 ***Варфоломеева В.В., Терентьев А.В.***

СТРУКТУРНО-КИНЕТИЧЕСКИЙ АСПЕКТ УПРАВЛЕНИЯ РЕАКЦИЕЙ В ГОМОГЕННОЙ СРЕДЕ И НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ФАЗ

8 ***Белоногов Э.В., Гуськов В. Ю.***

ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ АДСОРБЦИИ ЭНАНТИОМЕРОВ МЕНТОЛА НА АХИРАЛЬНЫХ КРИСТАЛЛАХ α-ГЛИЦИНА

9 ***Платонов И.А., Платонов В.И., Ледяев М.Е., Платонова Т.В.***

МИКРОФЛЮИДНЫЕ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ АНАЛИЗА ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

10 ***Абатуров М.А., Андреев В.Н.***

ВЛИЯНИЕ ГАЛАКТИЧЕСКИХ КОСМИЧЕСКИХ ЛУЧЕЙ НА ВОДНУЮ СРЕДУ: РАССМОТРЕНИЕ НА ПРИМЕРЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ

11 ***Маргарян А.Э., Платонов И.А., Колесниченко И.Н., Новикова Е.А., Карсункина А.С.***

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПЛАНАРНЫХ МИКРОФЛЮИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОРОВ ДЛЯ АНАЛИЗА ГАЗОВЫХ СРЕД

12 ***Худайбердина Д.Р., Працкова С.Е.***

КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ МЕДИ (II) С ПИРОГАЛЛОЛОВЫМ КРАСНЫМ В ПРИСУТСТВИИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

13 ***Роговая И.В., Зуев Б.К., Каргаполова Д.С.***

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ НОВОГО МЕТОДА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РАЗМЕРНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ВОЛЖСКОЙ ВОДЫ И ЕГО ИЗМЕНЕНИЯ В РЕЗУЛЬТАТЕ ГИДРОУДАРА

14 ***Токранов А.А., Токранова Е.О., Шафигулин Р.В., Буланова А.В.***

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ РЕДКОЗЕМЕЛЬНОГО МЕТАЛЛА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ МОДИФИЦИРОВАННОГО НИКЕЛЕМ МЕЗОПОРИСТОГО СИЛИКАГЕЛЯ В РЕАКЦИЯХ ГИДРИРОВАНИЯ БЕНЗОЛА И КСИЛОЛОВ

15 ***Разницына В.М., Шафигулин Р.В., Виноградов К.Ю., Буланова А.В.***

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ИМИДАЗОЛИЕВЫХ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ УДЕРЖИВАНИЕ НЕКОТОРЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ КИСЛОТ В УСЛОВИЯХ ОФ ВЭЖХ

16 ***Лабаев М.Ю., Платонов И.А.***

АНАЛИЗ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СТОЧНЫХ ВОД ПРЕДПРИЯТИЙ МЕТОДОМ ОБРАЩЁННО-ФАЗОВОЙ ВЭЖХ С ДИОДНО-МАТРИЧНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

17 ***Лузанова В.Д., Нестеренко П.Н., Рожманова Н.Б.***

СРАВНЕНИЕ АДСОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ЦЕОЛИТА 13Х И СИЛИКАГЕЛЯ В УСЛОВИЯХ НФ ВЭЖХ

18 ***Бочарникова Е.Н., Чайковская О.Н., Базыль О.К., Майер Г.В.***

КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПЕНИЦИЛЛИНА G

19 ***Вернигор И.Е., Богдановская В.А., Радина М.В., Андреев В.Н.***

ЭЛЕКТРОКАТАЛИЗАТОРЫ ОКИСЛЕНИЯ ВОДОРОДА ДЛЯ ЩЕЛОЧНЫХ ТОПЛИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СО СНИЖЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ПЛАТИНЫ

20 ***Стецюк А.П.***

РАСЧЁТ ПОТОКОВ БИОГЕОХИМИЧЕСКОГО САМООЧИЩЕНИЯ СЕВАСТОПОЛЬСКОЙ БУХТЫ ОТ РТУТИ

21 ***Платонов И.А., Платонов В.И., Колесниченко И.Н., Фурасьев И.С., Колесниченко Д.Л.***

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОТБОРА ПРОБЫ АЛЬВЕОЛЯРНОГО ВОЗДУХА ДЛЯ АНАЛИЗА АЦЕТОНА В ВЫДЫХАЕМОМ ВОЗДУХЕ

22 ***Бежин Н.А., Шибецкая Ю.Г., Разина В.А., Козловская О.Н., Милютин В.В., Тананаев И.Г.***

КОМПЛЕКСНОЕ СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ ИЗ МОРСКОЙ ВОДЫ

23 ***Шибецкая Ю.Г., Разина В.А., Бежин Н.А., Милютин В.В., Тананаев И.Г.***

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА ВОЛОКНИСТЫХ ФЕРРОЦИАНИДНЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ 137Cs

24 ***Утеева Ж.Д., Мансурова Э. Р., Гуськов В.Ю.***

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИРАЛЬНОЙ СПОСОБНОСТИ ЦЕОЛИТОПОДОБНОГО МАТЕРИАЛА $LiCu_2[BP_2O_8(OH)_2]$

25 ***Шарафутдинова Ю.Ф., Баландина К.С., Суфиярова К.М., Акушев А.Г., Гуськов В.Ю.***

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ХИРАЛЬНОГО РАСПОЗНАВАНИЯ НА МИКРОПОРИСТОМ MOF НА ОСНОВЕ МЕДИ И ГИДРАТА 3-АМИНО-1Н-1,2,4-ТРИАЗОЛ-5-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ

26 ***Виноградов К.Ю., Давыдов В.М., Шафигулин Р.В., Буланова А.В.***

КАТАЛИТИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК, МОДИФИЦИРОВАННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ МЕТАЛЛАМИ В ORR

27 ***Егорова И.В., Панова Л.П., Родионова Н.А., Ромашкина А.А.***

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВЕ И ОВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

28 ***Irina A. Ananieva, Josef Jančа***

MICRO-THERMAL FIELD-FLOW FRACTIONATION

СПИСОК СТЕНДОВЫХ ДОКЛАДОВ

29 ***Терентьев А.В., Варфоломеева В.В.***

РЕАКЦИОННАЯ СПОСОБНОСТЬ ФОРМИЛХЛОРИДА В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

30 ***Хальзова С.А., Зяблов А.Н.***

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСТАНТ ПРОТОЛИЗА АЗОКРАСИТЕЛЕЙ

31 ***Хромов А.В., Корчагин В.В., Колеснов А.Ю., Цимбалаев С.Р., Ламердонова Ф.Х., Чупрыненко И.В., Емалиев Е.Г.***

О ПРОБЛЕМЕ ТИТРОВАНИЯ НЕРАСТВОРИМЫХ КАЛЬЦИЕВЫХ СОЛЕЙ МНОГООСНОВНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ НА ПРИМЕРЕ ТАРТРАТА КАЛЬЦИЯ

32 ***Ульянов А.В., Полунина И.А., Буряк А.К.***

ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

33 ***Лаптев А.Ю., Рожманова Н.Б., Нестеренко П.Н.***

ХАРАКТЕРИСТИКА КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩЕГО СОРБЕНТА, НАСЫЩЕННОГО ИОНАМИ МЕТАЛЛОВ, ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

34 ***Сухоруков Д.О., Пыцкий И.С., Буряк А.К.***

ИССЛЕДОВАНИЕ КЛАСТЕРНОГО СОСТАВА ОБРАЗЦОВ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ, ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ И ОКСИДА ОЛОВА (IV) МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИОННОЙ ИОНИЗАЦИИ

35 ***Подолина Е.А., Ханина М.А., Лежнина М.Г.***

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ВОДАХ

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ В МАТЕРИАЛАХ КОНФЕРЕНЦИИ

36 ***Цюрупа М.П.***

ВАДИМ АЛЕКСАНДРОВИЧ ДАВАНКОВ. ПУТЬ К ВЕРШИНАМ НАУКИ

37 ***Сенченкова Е.М.***

ШТРИХИ К ПОРТРЕТАМ К.В. ЧМУТОВА И О.Г. ЛАРИОНОВА

38 ***Шапошник А.В., Звягин А.А., Аль-Хабиб А.А.К., Рябцев С.В.***

СЕЛЕКТИВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОВ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ СЕНСОРАМИ

39 ***Платонов И.А., Брыксина М.А.***

ИССЛЕДОВАНИЕ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНОГО ПРЕПАРАТА НА ОСНОВЕ ПЛАЗМЫ КРОВИ ЗДОРОВЫХ ДОНОРОВ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

40 ***Рыжкин С.А., Курбатова С.В.***

ОСОБЕННОСТИ УДЕРЖИВАНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОЛИНА НА ОКТАДЕЦИЛСИЛИКАГЕЛЕ

41 ***Гриневич О.И.***

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРИИ ФУНКЦИОНАЛА ПЛОТНОСТИ ПРИ ИЗУЧЕНИИ АДСОРБЦИИ НЕКОТОРЫХ АЗОЛОВ НА ГРАФЕНЕ

42 ***Дудукин А.А., Финкельштейн Е.Е., Колосова Е.А., Курбатова С.В.***

ОСОБЕННОСТИ СОРБЦИИ АЗОТИСТЫХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ В УСЛОВИЯХ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

43 ***Матвеева Н.В., Милановский Е.Ю., Рогова О.Б.***

МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПОЛИДИСПЕРСНЫХ ПОЧВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ К ИЗМЕРЕНИЮ КРАЕВОГО УГЛА СМАЧИВАНИЯ

44 ***Шемякина А.О., Максимов Г.С., Байтемиров М.М., Смагина М.А., Чернобровкина А.В.***

ОЦЕНКА ВКЛАДА ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ В УДЕРЖИВАНИЕ ПОЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА СИЛИКАГЕЛЕ И АМИНОФАЗЕ В ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

45 ***Максимов Г.С., Шемякина А.О., Крыжановская Д.С., Ужель А.С., Чернобровкина А.В.***

ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЗМОВ УДЕРЖИВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ ЦВИТТЕР-ИОННЫХ СОРБЕНТОВ НА ИХ РАЗДЕЛЕНИЕ В РЕЖИМЕ ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

46 ***Капитонов А.В., Рыжкин С.А., Курбатова С.В.***

МОДЕЛИ УДЕРЖИВАНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОЛИНА ИЗ ВОДНО-АЦЕТОНИТРИЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

47 ***Липских М.В., Короткова Е.И.***

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕДНИЗОНА НА ГРАФИТОВОМ ЭЛЕКТРОДЕ

48 ***Ле Динь Туан***

ИССЛЕДОВАНИЕ АДСОРБЦИИ D-ГИСТИДИНА УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

49 ***Егорова И.В., Панова Л.П., Родионова Н.А., Ромашкина А.А.***

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВЕ И ОВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

50 ***Карсункина А.С., Платонов И.А., Новикова Е.А., Маргарян А.Э.***

СРАВНЕНИЕ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ БЛОЧНО-ПОРОЗНЫХ СОРБЦИОННЫХ СИСТЕМ

51 ***Гутенев К.С., Статкус М.А., Цизин Г.И.***

ГРАДИЕНТНОЕ ЭЛЮИРОВАНИЕ ГИДРОФИЛЬНЫХ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ НА УГЛЕРОДНОМ СОРБЕНТЕ HYPERCARB ВОДНЫМИ РАСТВОРАМИ МУРАВЬИНОЙ КИСЛОТЫ

52 ***Платонов И.А., Брыксин А.С.***

ПОЛУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ ОРГАНИЧЕСКИХ СРЕД С ИЗВЕСТНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ОРГАНОРАСТВОРИМЫХ АНАЛИТОВ В ПРОЦЕССЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ МОНОЛИТНЫХ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫХ СИСТЕМ

53 ***Толочилин Н.А., Салманидина О.В., Онучак Л.А.***

ПАРОФАЗНЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЛЕТУЧИХ И СРЕДНЕЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ МЕЛИССЫ ЛЕКАРСТВЕННОЙ

54 ***Драморецкая Я.С., Бреннер А.А., Дёрина К.В.***

ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА D_3 В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ И ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

55 ***Ищенко У.С., Мироненко Н. В., Селеменев В.Ф., Крысанова Т.А.***

СОРБЦИЯ САПОНИНА *TRIBULUS TERRESTRIS* НА ХИТОЗАНЕ В РАВНОВЕСНЫХ УСЛОВИЯХ

56 ***Нечаева С.А., Бабинцева М.В., Волкова Н.Е., Занозин И.Ю., Занозина И.И.***

РАЗРАБОТКА УНИФИЦИРОВАННОЙ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРУППОВОГО УГЛЕВОДОРОДНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ЖАХ

57 ***Денисова Э.М., Белая М.Н., Зильберварг А.А., Байдаченко Д.В.***

ПРИМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА СВИНО-ГОВЯЖЬИХ ПЕЛЬМЕНЕЙ

58 ***Калугина А.В., Белая М.Н., Пешкова А.О., Слободянюк Е.А.***

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПШЕНИЧНОГО ХЛЕБА

59 ***Сыпко К.С., Губин А.С., Кушнир А.А., Суханов П.Т.***

СИНТЕЗ МАГНИТНЫХ АКТИВНЫХ УГЛЕЙ НА ОСНОВЕ ШЕЛУХИ РИСА ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНЫХ КИСЛОТ И ИХ МЕТАБОЛИТОВ

60 ***Гарина Н.Ю., Нечаева С.А., Табачная Д.Г., Рузов И.А., Бабинцева М.В., Занозин И.Ю., Занозина И.И.***

СРАВНЕНИЕ ДВУХ МЕТОДОВ УДАЛЕНИЯ СМОЛИСТО-АСФАЛЬТЕНОВЫХ ВЕЩЕСТВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ПАРАФИНА В АСФАЛЬТО-СМОЛИСТО-ПАРАФИНИСТЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

61 ***Белоусова Ю.О., Шуплецова П.А., Ларина Н.С.***

ФОРМЫ МИГРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МАЛЫХ РЕКАХ ПРИИШИМЬЯ (НА ПРИМЕРЕ РЕКИ БАРСУК)

62 ***Маряскина М.С., Кураева Ю.Г., Фадеева Н.В., Онучак Л.А.***

СОРБЦИОННЫЕ И СЕЛЕКТИВНЫЕ СВОЙСТВА СИСТЕМ «ПОЛИМЕР – МАКРОЦИКЛ» ПО ОТНОШЕНИЮ К СТРУКТУРНЫМ И ОПТИЧЕСКИМ ИЗОМЕРАМ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

63 ***Пушкарев Г.А., Платонов И.А., Павлова Л.В.***

ИССЛЕДОВАНИЕ МИРТА ЛИМОННОГО КАК ПОТЕНЦИАЛЬНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ НАПИТКОВ

64 ***Каменская А.И., Кураева Ю.Г., Чернова А.А., Онучак Л.А.***

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВНИЯ ЛОЗАРТАНА И ВАЛСАРТАНА С МАКРОЦИКЛОМ

65 ***Горбовская А.В., Попкова Е.К., Ужель А.С., Шпигун О.А.***

НОВЫЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СОРБЕНТЫ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА С ПРИВИТЫМ ПОЛИЭТИЛЕНИМИНОМ И ПОЛИГЛИЦИДОЛОМ

66 ***Чикурова Н.Ю., Беляева А.А., Чернобровкина А.В., Смоленков А.Д., Шпигун О.А.***

ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЗМОВ УДЕРЖИВАНИЯ ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ НА НОВЫХ СОРБЕНТАХ С ГИДРОФИЛЬНЫМИ ПОЛИМЕРНЫМИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ СЛОЯМИ, СФОРМИРОВАННЫМИ ПО РЕАКЦИИ УГИ

67 ***Рыжкова Г.Г., Редькин Н.А.***

ПОДБОР УСЛОВИЙ РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ НЕФТИ МЕТОДОМ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

68 ***Редькин Н.А., Хисямов М.М., Онучак Л.А.***

ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРИЯ В ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ АТЕНОЛОЛА В ТАБЛЕТИРОВАННЫХ ПРЕПАРАТАХ

69 ***Редькин Н.А., Корсиков Д.А.***

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ В КОНТРОЛЕ РЕАКЦИЙ АЛЬДОЛЬНОЙ КОНДЕНСАЦИИ, КАТАЛИЗИРУЕМЫХ ДИАРИЛТЕЛЛУРОКСИДАМИ

70 ***Занозина И.И., Прокофьева О.В., Табачная Д.Г., Рузов И.А., Спирина А.А., Занозин И.Ю., Карпухин А.К.***

КОМПЛЕКС ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В НЕФТИ И НЕФТЕСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ

71 ***Мартина Ю.В., Копытин К.А., Онучак Л.А.***

АДСОРБЦИЯ НА МИКРОПОРИСТОМ МЕТАЛЛ-ОРГАНИЧЕСКОМ КАРКАСНОМ ПОЛИМЕРЕ HKUST-1 ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

72 ***Ананьева И.А., Просунцова Д.С.***

ПРИМЕНЕНИЕ СОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА, МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА, ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ β-БЛОКАТОРОВ

73 ***Герасимова Е.А., Белая М.Н.***

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРИРОДНЫХ ВОД

74 ***Щемелев И.С., Иванов А.В., Зиновьев Т.В., Ферапонтов Н.Б.***

ЦИФРОВАЯ ЦВЕТОМЕТРИЯ КАК СПОСОБ РЕГИСТРАЦИИ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОТКЛИКА КОМПОЗИТНЫХ СЕНСОРНЫХ МАТРИЦ

75 ***Степанова М.В., Ботева А.А.***

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА БИНАРНОГО РАСТВОРИТЕЛЯ НА УДЕРЖИВАНИЕ И ТЕРМОДИНАМИКУ АДСОРБЦИИ ХИРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ НА КОЛОНКАХ С ПРИВИТЫМИ АНТИБИОТИКАМИ РИСТОЦЕТИНОМ А И ЭРЕМОМИЦИНОМ

76 ***Жумаев М.Т., Махмадов Х.М., Музафарова Д.З., Солиев Л.***

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ СТРОЕНИЯ ДИАГРАММ ФАЗОВОГО КОМПЛЕКСА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ

77 ***Низомов И.М., Шерзоди С., Солиев Л.***

ФАЗОВЫЕ РАВНОВЕСИЯ СИСТЕМЫ Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F-H_2O ПРИ 0^0С В ОБЛАСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КАРОББИИТА (KF)

78 ***Олимджонова Н.В., Ноибова Н.З., Жумаев М.Т., Солиев Л.***

ИЗОТЕРМА ФАЗАОБРАЗОВАНИЯ В ЧЕТЫРЁХКОМПОНЕНТНОЙ СИСТЕМЫ Na,Ca//SO_4,HCO_3–H_2O ПРИ 273 К

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

УДК 66.081+556

ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫЕ ПРОЦЕССЫ ВЫДЕЛЕНИЯ ЛИТИЯ ИЗ МОРСКОЙ ВОДЫ И ПРИРОДНЫХ РАССОЛОВ СОРБЦИОННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ.

Хамизов Р.Х.

ГЕОХИ РАН, Россия, 119991, Москва, ул. Косыгина, 19

Описаны разработанные в ГЕОХИ РАН процессы извлечения лития из морской воды и высокоминерализованных рассолов с использованием сорбционных материалов на основе оксида и гидроксида алюминия.

The processes developed in GEOKHI RAS for the extraction of lithium from sea water and highly mineralized brines using sorption materials based on aluminum oxide and hydroxide are described.

В связи с возрастающим спросом на компактные перезаряжаемые источники электрического тока в последние годы наблюдается экстремальный спрос на литий и его соединения. Наиболее экономичным методом производства соединений лития является его извлечение из высокоминерализованного гидроминерального сырья. Более 70% лития в мире сегодня добывается таким способом. По прогнозам специалистов к 2030 году ожидается такой высокий спрос на литий, что он сможет быть удовлетворен только благодаря громадным ресурсам мирового океана (240 млрд. тонн) при том, что концентрация лития в морской воде (0.17 мг/л) в сотни и тысячи раз меньше, чем его концентрация в природных рассолах (0,1-1 г/л). Наиболее рационально извлечение лития из морской воды динамическим сорбционным методом, в то время, как из рассолов его можно эффективно извлекать соосаждением сорбционными материалами в статических условиях. В обоих случаях наиболее эффективными материалами для селективного извлечения лития являются гидроксиды и оксиды алюминия, а также смешанные оксиды алюминия и марганца. Механизм селективности связан с образованием соединения $LiCl \cdot 2\ Al(OH)_3$ – дегидроксида алюминия-лития (ДГАЛ) с искаженной кристаллической структурой (по сравнению с гидроксидом алюминия).

В 80-90 годы прошлого столетия в ГЕОХИ РАН были разработаны сорбционные методы селективного извлечения лития из морской воды [1,2]. Эти методы были успешно апробированы на пилотных установках на тепловых электростанциях, потребляющих морскую воду Охотского и Японского морей для охлаждения агрегатов. Впоследствии пилотные испытания были проведены на Ближнем Востоке в акватории Красного моря. В центре водных исследований в Университете Абдул-

Азиза по разработкам ГЕОХИ РАН была создана лаборатория пилотных установок для переработки морской воды с целью опреснения и добычи из нее лития и калия [2]. В качестве сорбционного материала для извлечения лития был использован сорбент ИСМА-1, разработанный в Пермском политехническом институте. Основное отличие разработанного способа состояло в подборе условий, исключающих попадание марганца в отработанную морскую воду, а также в создании метода твердофазного буферирования, позволяющего на выходе из установки получать жидкие концентраты лития, содержащие более 10 г/л Li^+, из которых можно было выделять в одну стадию карбонат лития в виде конечного продукта. В последние годы в ГЕОХИ РАН совместно с Институтом проблем геотермии – Дагестанским филиалом Института высоких температур (ИВТ РАН) – проводятся работы по извлечению лития из высокоминерализованных подземных термальных вод Северокавказского региона. Процессы выделения лития основаны на соосаждении хлорида и гидроксида лития с образованием комплексов ДГАЛ. В ходе исследований решена одна из основных проблем такого процесса – проблема безреагентной экологически безопасной рекуперации сорбционно-активного гидроксида алюминия в рабочих циклах сорбции-десорбции лития. Разработан процесс, в котором в каждом сорбционном цикле достигается емкость по литию не менее 25 мг Li^+ на 1 г гидроксида алюминия в то время, как известные сорбционные методы позволяют получать комплексы ДГАЛ с используемой в циклах емкостью не более 5 мг/г.

Литература

1. Способ ионообменного извлечения лития из природной воды *Мелихов С.А., Хамизов Р.Х., Сенявин М.М., Миронова Л.И., Крачак А.Н.,* Зильберман М.В., Бронов Л.В. Авторское свидетельство SU 1726379 A1, 15.04.1992. Заявка № 4761915 от 21.11.1989.
2. *Khamizov R, Muraviev D, Warshawsky A,* Recovery of Valuable Mineral Components from Seawater/ in: Ion Exchange and Solvent Extraction. A Series of Advances, Marcel - Dekker, Inc., New York, 1996, P.93-148
3. *Khamizov R.Kh., Ivanov V.A., Madani A,* React. Funct. Polym. 2010, V.70. P.521-530

УДК 541(64+183)

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ФОРМУ ИЗОТЕРМ АДСОРБЦИИ ПАРОВ СВЕРХСШИТЫМИ ПОЛИМЕРАМИ

Цюрупа М.П., Попов А.Ю., Сайфутдинов Б.Р., Давидович Ю.А., Даванков В.А.

ИНЭОС РАН, Россия,119334 Москва, ул Вавилова, д.28
e-mail:mts@ineos.ac.ru

Проанализирована форма изотерм адсорбции N_2 при 77 К и паров C_6H_6 при 293 К на разных сверхсшитых полимерах. Принципиальное различие формы этих изотерм обусловлено различной степенью напряженности сеток, вызванной разной температурой эксперимента. Показано, что сверхсшитые полистирольные сетки набухают в жидком азоте.

Analysis has been made on shape of adsorption isotherms for N_2 at 77 K and C_6H_6 vapors at 293 K onto various samples of hypercrosslinked polymers. The fundamental difference in the forms of these isotherms is conditioned upon the intensity of inner stresses related to the temperature of ‘experiments. Also, it was found out that hypercrosslinked polystyrene swels with liquid nitrogen.

Адсорбция инертных газов при низкой температуре широко используется для характеристики пористой структуры адсорбентов с постоянной пористостью (активных углей, силикагелей, пористых стекол и т.п.). Предложено много подходов для расчёта параметров пористой структуры этих адсорбентов. Однако все они основаны на различных допущениях и дают различные результаты. Структура сверхсшитого полистирола надежно установлена. Поэтому мы решили рассмотреть изотермы сорбции азота при 77 К и паров бензола при 293 К разными представителями сверхсшитого полистирола, а также опубликованные в литературе изотермы для сетчатых PIM, не прибегая к каким-либо расчетам.

Сверхсшитые сорбенты были синтезированы как на основе монодисперсных микрогранул (Ø 3.3 мкм) сополимера стирола с ДВБ, полученного дисперсионной полимеризацией (MS серия), так и гранулы сополимера, полученного обычным суспензионным методом. Набухшие в дихлорэтане сополимеры были сшиты монохлордиметиловым эфиром по реакции Фриделя-Крафтса, в присутствии кислот Льюиса. Степень сшивки микрогранул варьировали от 100% до 500%, а обычный сополимер был сшит на 200%. Рассмотрели также адсорбцию азота промышленным сорбентом MN-202.

Изотермы сорбции азота при 77 К на всех типах сорбентов, включая PIM, идентичны по форме. Крутой подъем адсорбционной ветви при очень

низких p/p_o мог бы указывать на их микропористую структуру, однако, вместо привычного выхода изотермы на плато при p/p_o~0.2-0.3, характерного для микропористых сорбентов с постоянной пористостью, адсорбция на сверхсшитых сорбентах продолжает неуклонно и линейно расти вплоть до p/p_o =0.95 без признаков капиллярной конденсации. Десорбционная ветвь не совпадает с адсорбционной ветвью во всем интервале p/p_o. Иную форму имеют изотермы сорбции паров бензола для тех же MS образцов, крутого подъема изотермы при низких p/p_o не наблюдается, поглощение паров бензола просто растет с увеличением относительного давления.

Конечно, мы не можем исключить вклад объемного заполнения микропор в крутой подъем изотермы сорбции азота, но этот вклад - не основной фактор, определяющий форму изотермы. При комнатной температуре сухая разреженная сверхсшитая сетка уже напряжена. При охлаждении до 77 К она дополнительно сжимается, так как все-таки имеет определенную степень свободы для уменьшения объема. При этом в сетке неизбежно возникают дополнительные внутренние напряжения. Такая перенапряженная сетка стремится хотя бы частично уменьшить напряжения за счёт увеличения объема, т.е. набухания. Образцы серии MS уже при p/p_o=0.005 поглощают практически половину от предельной емкости по азоту, 0.2-0.3 мл/г Понятно, что при 77 К подвижность элементов сверхсшитой сетки понижена, поэтому после устранения части самых сильных напряжений релаксация оставшихся продолжается с ростом p/p_o до достижения предельной емкости 0.4-0.5 мл/г. Вообще говоря, набухание перенапряженной сетки начинается при поглощении уже первой порции азота, что приводит к появлению в ней дополнительного свободного объема, доступного затем следующей порции сорбата и т.д. Это объясняет очень крутой подъем начальной части адсорбционной ветви. Набухание сверхсшитой сетки в парах бензола протекает по такому же пути, но сухая сетка при 293 К напряжена в меньшей степени, поэтому крутизна начального участка изотермы сорбции бензола выражена слабо. Начиная с очень малых p/p_o, набухание практически линейно возрастает, достигая емкости 0,60 мл/г при p/p_o=0.95. Важно, что максимальное поглощение бензола при 293 К и азота при 77 К есть величины одного порядка. Следовательно, сверхсшитые полистирольные сорбенты действительно набухают в жидком азоте. Форма петли гистерезиса подтверждает этот вывод. Иными словами, благодаря напряженной разреженной структуре и отсутствию стеклообразного состояния, полимер отвечает на температуру и взаимодействие с любыми инородными молекулами подстройкой своего объема.

УДК 543.544.5

РЕКУРРЕНТНАЯ АППРОКСИМАЦИЯ ВРЕМЕН УДЕРЖИВАНИЯ В ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЭЖХ КАК СПОСОБ ВЫЯВЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ПРЕВРАЩЕНИЙ АНАЛИТОВ

Зенкевич И.Г., Деруиш А.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, Университетский просп., 26, Санкт-Петербург 198504, Россия
e-mail: izenkevich@yandex.ru

Рекуррентная аппроксимация зависимостей параметров удерживания от концентрации органического компонента элюента в обращенно-фазовой ВЭЖХ подтверждает, что часть номалий обусловлена не вариациями механизмов сорбции, а химическими трансформациями аналитов.

Recurrent approximation of retention parameters dependencies *vs.* concentration of organic component of an eluent confirms that at least part of anomalies is caused not by variations of sorption mechanisms, but chemical transformations of analytes.

Зависимости времен удерживания аналитов (t_R) в обращенно-фазовой (ОФ) ВЭЖХ от содержания органического компонента элюента (C) – распространенный прием характеристики как аналитов, так и сорбентов хроматографических колонок. Наблюдаемые при этом аномалии значений t_R часто объясняют вариациями механизмов удерживания. Однако не менее важной причиной представляется изменение химической природы аналитов за счет взаимодействия с компонентами элюента (преимущественно, водой). Поскольку зависимости $t_R(C)$ чаще всего соответствуют убывающим экспоненциальным или гиперболическим функциям, выявление слабо выраженных аномалий t_R на этом «фоне» затруднительно. Такие приемы как численное дифференцирование или метод конечных разностей для анализа зависимостей $t_R(C)$ непригодны. Информативной оказалась только их рекуррентная аппроксимация [1]:

$$\boldsymbol{t_R(C + \Delta C) = a t_R(C) + b} \qquad (1)$$

где ΔC = const – постоянный «шаг» изменения концентрации органического компонента элюента, коэффициенты «*a*» и «*b*» вычисляют методом наименьших квадратов.

Для некоторых синтетических лекарственных препаратов и N-замещенных сульфонамидов в элюентах «ацетонитрил-вода» было выявлено обратимое образование гидратов. Другим примером являются оксимы некоторых ароматических карбонильных соединений в элюентах «метанол-вода». Так, по графику зависимости $t_R(C)$ для оксима 2-метоксибензальдегида (Рис. 1) в интервале концентраций метанола $30 \le C(CH_3OH) \le 80$ аномалию максимального значения $t_R(30)$ выявить сложно. На графике же рекуррентной аппроксимации (1) этой зависимости (Рис. 2) точка [$t_R(30)$ – $t_R(40)$] расположена ***ниже*** линии регрессии. Следовательно, значение $t_R(30)$ больше ожидаемого, что соответствует

образованию более гидрофильной гидратной формы аналита. Такой же вид рекуррентных зависимостей наблюдается и для других оксимов.

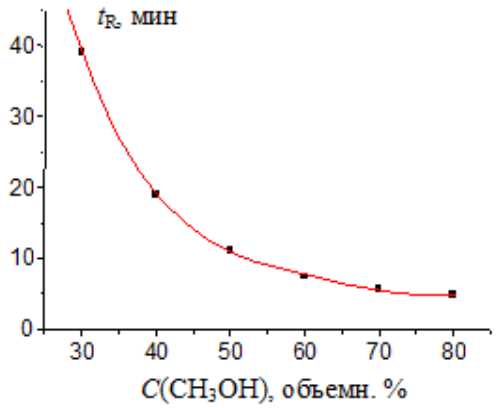


Рис. 1. Типичная зависимость $t_R(C)$ (элюент метанол - вода) для оксима 2-метоксибензальдегида.

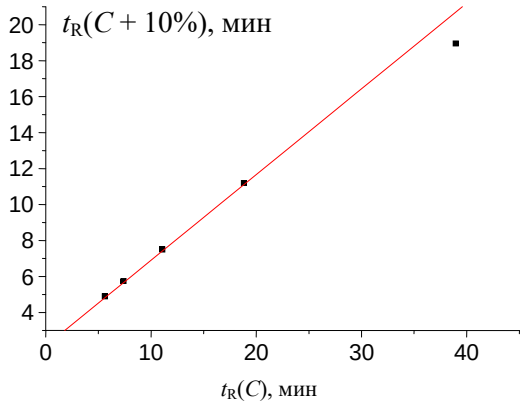


Рис. 2. Рекуррентная аппроксимация зависимости $t_R(C)$ для оксима 2-метоксибензальдегида.

Для некоторых аналитов, например, оксима 4-гидроксибензальдегида, точки, соответствующие высокому содержанию воды в элюенте, на графиках рекуррентных аппроксимаций зависимостей $t_R(C)$ расположены ***выше*** линии регрессии (Рис. 3, 4). Следуя той же логике, это может сответствовать образованию более гидрофобных форм аналитов, однако такой вывод требует подтверждения на примере соединений других классов.

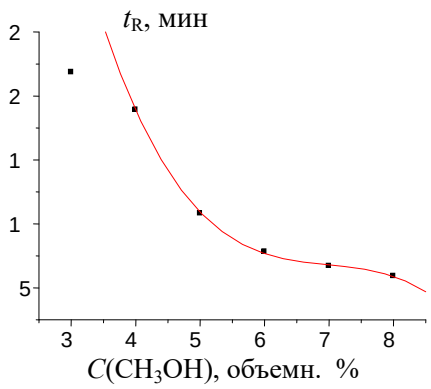


Рис. 3. Зависимость $t_R(C)$ (элюент метанол - вода) для оксима 4-гидроксибензальдегида.

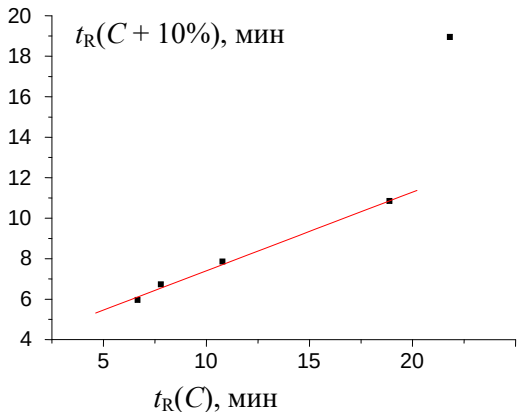


Рис. 4. Рекуррентная аппроксимация зависимости $t_R(C)$ для оксима 4-гидроксибензальдегида.

Таким образом, рекуррентная аппроксимация параметров удерживания в ОФ ВЭЖХ подтверждает, что, по крайней мере, часть наблюдаемых аномалий не связана с изменением механизмов сорбции, а определяется химическими превращениями аналитов в хроматографической системе.

Литература

1. Zenkevich I.G., Derouiche A. // J. Liquid Chromatogr. Related Technol. 2021. V. 44. № 11-12. P. 588-598. doi: 10.1080/10826076.2021.1998905.

4

УДК 539.19+539.2

НАБУХАЕМОСТЬ И СЕЛЕКТИВНОСТЬ ПОЛИМЕРНЫХ ИОНИТОВ

Долгоносов А.М.

ГЕОХИ РАН, Россия 119991, г. Москва, ул. Косыгина, 19
e-mail: amdolgo@mail.ru

Рассмотрены основные факторы, влияющие на селективность ионного обмена. Один из них – гидратный дефект – часть гидратной оболочки, которую противоион теряет в фазе ионита. Показано, что величина гидратного дефекта обратно пропорциональна набухаемости полимерной матрицы. Объясняется роль набухания для селективности сильных и слабых ионитов.

The main factors that affect to selectivity of ion exchange are considered. One is a hydration defect - part of the hydration shell that a counterion loses in the ion exchanger phase. It is shown, the hydration defect is inversely proportional to the swelling of polymer matrix. The role of swelling in selectivity of strong and weak ion exchangers is explained.

Ионообменные процессы используются в ряде методов аналитической химии: ионоселективной потенциометрии, ионной хроматографии, методах пробоподготовки и др. Еще Б.П. Никольским с помощью предложенной им модели ионного обмена было показано, что селективность ионного анализа во многом определяется селективностью ионного обмена. Проблемы классической теории ионного обмена связаны со сложностью гетерофазных процессов, сопровождающих взаимодействие между фиксированными ионами полимерного ионообменника и ионами внешнего электролита. Основные трудности возникают при определении вкладов в энергию сорбции: кулоновского взаимодействия, водородных связей, эффектов гидратации и упругости полимерной матрицы.

В сообщении рассмотрены задачи в области описания электростатики на молекулярных масштабах, гидратации ионов и эффектов набухания полимеров. Выведено уравнение для константы ионного обмена. Развиваемый подход объясняет тонкие эффекты ионного обмена и позволяет делать априорные расчеты характеристик селективности.

УДК 539.19+539.2

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРА ДИСПЕРСИОННЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ МЕТОДА ТРЕХПАРАМЕТРИЧЕСКОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ФАЗ

Зайцева Е.А., Долгоносов А.М.

ГЕОХИ РАН, Россия 119991, г. Москва, ул. Косыгина, д. 19.;
e-mail: zaitceva@geokhi.ru

Авторами разработан теоретический метод трехпараметрической характеристики неподвижных фаз, который позволяет оценить способности молекул к участию в дисперсионных, диполь-дипольных и водородных взаимодействиях. Основным инструментом для описания взаимодействий являются обобщенные заряды.

The authors have developed a theoretical method for three-parameter characterization of stationary phases, which allows one to evaluate the ability of molecules to participate in dispersion, dipole-dipole and hydrogen interactions. Generalized charges are the main tool for describing interactions.

Предлагается теоретически обоснованный метод характеристики селективности хроматографических неподвижных фаз, основанный на теоретических представлениях о межмолекулярном взаимодействии [1-2]. Развиваемый подход опирается на фундаментальное описание межмолекулярных взаимодействий в газохроматографической системе, представленное в виде выражения для общей энергии сорбции: $U = U_{np} + U_{dp} + U_H$, где U_{np} - энергия неполярного (дисперсионного) взаимодействия, U_{dp} - энергия полярного взаимодействия (сумма энергий ориентационной и индукционной связи), U_H - квантовомеханическая оценка энергии водородной связи. По числу параметров молекул, влияющих на указанные вклады, метод назван методом трехпараметрической характеристики (ТПХ), который позволяет определить характеристики неподвижных фаз априори, по данным о структурной формуле вещества, и по экспериментальным данным об индексах хроматографического удерживания.

Для расчета энергии ван-дер-ваальсовых взаимодействий известны такие теории как полуэмпирическая молекулярно-статистическая теория адсорбции, основанная на использовании атом-атомных потенциалов, и модель сольватационных параметров Абрахама. Однако, возможности этих методов весьма ограничены в проведении априорных расчетов, не подходят для описания сложных хроматографических систем и имеют множественные допущения, которые дают сильную погрешность при расчете энергии межмолекулярных взаимодействий.

С целью избавления от указанных недостатков известных подходов была предложена новая нелинейная теория адсорбции, для ее объяснения была разработана теория обобщенных зарядов (ТОЗ) [3], в которой вводится понятие «обобщенный заряд». Главным его свойством является пропорциональность энергии межатомного или межмолекулярного взаимодействия. Именно ТОЗ послужила основой метода трехпараметрической характеристики хроматографических неподвижных фаз и обобщенный заряд является ключевой характеристикой метода, которая отвечает за дисперсионное взаимодействие в газохроматографической системе. На рисунке 1 представлена блок-схема порядка теоретического расчета обобщенного заряда молекул веществ, находящихся в газовой фазе (левая часть схемы) и в плотной среде жидкости (правая часть схемы); исходными данными является структурная формула вещества, никаких экспериментальных данных для расчета не требуется.

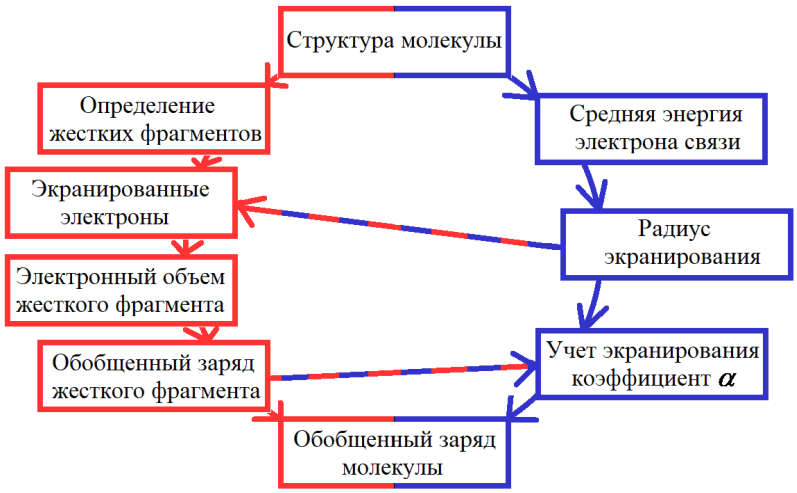


Рис. 1. Блок-схема порядка расчета обобщенного заряда для молекул в газовой фазе (левая часть, выделена красным цветом) и жидкости (правая часть, выделена синим цветом)

Литература

1. *Зайцева Е.А., Долгоносов А.М.* Карта селективности неподвижных фаз – графический метод систематизации и поиска условий для газохроматографического анализа // Журнал аналитической химии. 2021. Т 77. № 7. 658-667.

2. *E.A. Zaitceva, A.M. Dolgonosov.* Method for the Selection of Polar Stationary Phases for Gas-Liquid Chromatography based on the Theory of Intermolecular Interaction, In: V.P. Kolotov, N.S. Bezaeva (eds) Advances in Geochemistry, Analytical Chemistry, and Planetary Sciences: 75th Anniversary of the Vernadsky Institute of the Russian Academy of Sciences. Springer, Cham. 2023. PP. 495-508. doi: 10.1007/978-3-031-09883-3_29.

3. *Долгоносов А.М.* Модель электронного газа и теория обобщенных зарядов для описания межатомных сил и адсорбции. Москва: Книжный дом ЛИБРОКОМ, **2009**.

6

УДК 543; 543.6; 544; 699.865; 699.866; 699.868

О НОРМАТИВНОМ ПРАВОВОМ ОБЕСПЕЧЕНИИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕПЛОВОЙ ИЗОЛЯЦИИ ИЗ РАСПЛАВА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Хабаров В.Б.

ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4;
e-mail: victor.khabarov2013@yandex.ru

Нормативное правовое обеспечение ГОСТ 30643-2020 [1] по определению санитарно-химических характеристик тепловой изоляции из расплава минерального сырья на полимерном связующем в моделированных условиях эксплуатации, не обеспечивает получение неселективными спектрофотометрическими методиками достоверных количественных результатов по формальдегиду, аммиаку и фенолу [2-5].

Regulatory support GOST 30643-2020 [1] for determining the sanitary and chemical characteristics of thermal insulation from a melt of mineral raw materials on a polymer binder under simulated operating conditions does not ensure that non-selective spectrophotometric methods obtain reliable quantitative results for formaldehyde, ammonia and phenol [2-5].

Методики [2-5] в ГОСТ 30643-2020 [1] по определению санитарно-химических характеристик в моделированных условиях эксплуатации тепловой изоляции и конструкций с тепловой изоляцией из расплава минерального сырья на полимерном связующем, не обеспечивают получение спектрофотометрическими методиками достоверных количественных результатов по формальдегиду, аммиаку, фенолу [2-5] и не соответствует требованиям нормативно-правового обеспечения по причинам нарушений:

- Федеральных законов (ФЗ): «Об обеспечении единства измерений» (гл. 1, ст. 1, п. 3, 4) и «О техническом регулировании» (гл. 2, ст. 7, п. 1);
- ГОСТ 8.010-2013 [6];
- приказов Минпромторга РФ, для исполнения ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и «О техническом регулировании»: от 3.09.2008 г. № 119; от 15.12.2015 г. № 4091; от 30.07.2015 г. № 2167.

ГОСТ 30643-2020 [1] не приводит НТД по составу полимерных связующих и содержание в них летучих химических веществ, в том числе формальдегида, фенола, аммиака, и не даёт объективного выбора тепловой изоляции из расплава минерального сырья для применения в строительстве по санитарно-химическим характеристикам.

В работе [7] разработаны сорбенты и методические подходы санитарно-химической оценки композиционных строительных материалов

методом газовой и могут быть использованы для разработки ГОСТ по определению санитарно-химических характеристик тепловой изоляции.

В табл. 1 приведены результаты санитарно-химической оценки минеральной ваты методом газовой хроматографии [7].

Табл. 1. Результаты санитарно-химической оценки в моделированных условиях эксплуатации минеральной ваты на основе крезолоформальде-гидной смолы при насыщенности 2,2 $м^2/м^3$, температуре 40°С, кратности газообмена 1 объём/час, $мг/м^3$

№ п	Определяемое вещество	$ПДК_{с.с.}$, $мг/м^3$	Концентрация, $мг/м^3$
1	Формальдегид	0,01	2,920
2	Метанол	0,50	0,460
3	Фенол	0,003	следы
4	О и М-крезолы	*0,005	0,012

*$ПДК_{с.с.}$ на смесь изомеров: о-, м- и п-крезолов.

Из табл. 1 следует, что концентрации летучих органических веществ, выделяющихся из минеральной ваты превышают $ПДС_{с.с.}$ по формальдегиду в 292 раза, крезолам в 2,4 раза и не превышает $ПДК_{с.с.}$ по метанолу.

Страны Евросоюза и Республика Белорусь ввели в действие стандарт EN 16516-2020 [8], который регламентирует определение выделение летучих органических веществ из строительной продукции в воздух помещений в испытательной камере и последующем анализе органических соединений методами газовой хроматографии, ВЭЖХ и хромато-масс-спектрометрии.

Заключение. Анализ показывает на необходимость разработки ГОСТ [1] для определения санитарно-химических характеристик тепловой изоляции и конструкций тепловой изоляции в моделированных условиях эксплуатации из расплава минерального сырья на полимерном связующем методом газовой хроматографии в соответствие с нормативными правовыми нормами, подготовленными во исполнение ФЗ «О техническом регулировании», «Об обеспечении единства измерений» с применением научно-обоснованных селективных газохроматографических методик измерения, обеспечивающих возможность проводить объективную санитарно-химическую оценку тепловой изоляции по формальдегиду, метанолу, аммиаку, фенолу, крезолам (в $мг/м^3$, мг/100 г) и контролировать производство композиционных материалов на высоком техническом уровне методом газовой хроматографии [7-13].

Разработка ГОСТ по определению санитарно-химических характеристик тепловой изоляции в моделированных условиях эксплуатации методом газовой хроматографии ускорит в рамках ЕЭК разработку и внедрение нормативно-правового обеспечения Технического регламента Таможенного союза «Здания и сооружения, строительные

материалы и изделия. Безопасность» отвечающего современному научно-техническому уровню.

Литература

1. ГОСТ 30643-2020. МГС. Конструкции строительные с тепловой изоляцией. Метод определения санитарно-химических характеристик. М. 2020. 12 с. Введён 01.06.2021.
2. Методика определения формальдегида с ацетилацетоновым реактивом. Утв. зам. главного гос. сан. врача СССР 31.05.85 г. № 3900-85.
3. Методика определения фенола по реакции с паранитроанилином. Колориметрический метод. Руководство по контролю загрязнения атмосферы. Утв. главным гос. сан врачом СССР и Госкомитетом по гидрометеорологии и контролю природной среды. Л.: Гидрометеоиздат. 1979.
4. Методические указания на определение вредных веществ в воздухе. - Выпуск XIII. - М.: ЦРИА. Морфлот. 1979.
5. Сборник методик по определению концентрации загрязняющих веществ в промышленных выбросах. Л.: Гидрометеоиздат. 1987.
6. 8.010-2013. ГСИ. Методики выполнения измерений. Основные положения. М.: Стандартинформ. 2013. 25 с. Введ. 01.03.2015.
7. Хабаров В.Б. Разработка сорбентов и методических подходов к санитарно-химической оценке композиционных строительных материалов методом газовой хроматографии. Дисс. канд. хим. наук. М., ИРЕА,1997, 258 с.
8. Стандарт СТБ EN 16516-2020 «Строительная продукция. Оценка выбросов опасных веществ. Определение выбросов в воздух внутри помещений».
9. *Хабаров В.Б.* Санитарно-химические характеристики композиционных древесных материалов и синтетических смол по данным газовой хроматографии // Сорбционные и хроматографические процессы. 2015. Т. 15. № 2. С. 196-215.
10. *Хабаров В.Б., Лебедев С.Н.* Применение инновационного метода газовой хроматографии для санитарно-химической оценки мебельной продукции // Контроль качества продукции, 2022, № 1, часть 1, с. 46-56; 2022, № 2, часть 2, с. 51-57.
11 *Хабаров В.Б., Лебедев С.Н.* Санитарно-химическая экспертиза мебели и древесных композиционных материалов. Инновационные методики на основе газовой хроматографии // Лаборатория и производство. 2019. № 4. С. 116-130. DOI: 10.32757/2619-0923.2019.4.8.116.130.
12. *Хабаров В.Б., Лебедев С.Н*. О нормативном правовом обеспечении технического регламента «О безопасности мебельной продукции» для выполнения санитарно-химических исследований мебельной продукции // Сборник Всероссийского симпозиума и школы-конференции молодых учёных «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях» 27 октября - 3 ноября 2021. г. Севастополь, 2021, с. 246-248.
13. *Хабаров В.Б., Лебедев С.Н.* О достоверности санитарно-химических исследований мебели и древесных композиционных материалов спектрофотометрическим методом и методом газовой хроматографии // Сборник международной научно-практической конференции «Смолы 2020» Современные подходы и предложения по обеспечению экологической, химической и санитарной безопасности технологических процессов производства формальдегидных смол и продукции на их основе 29-30 октября 2020. Витебск, 2021, с. 92-95.

УДК 544.431.2

СТРУКТУРНО-КИНЕТИЧЕСКИЙ АСПЕКТ УПРАВЛЕНИЯ РЕАКЦИЕЙ В ГОМОГЕННОЙ СРЕДЕ И НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ФАЗ

Варфоломеева В.В., Терентьев А.В.

Самарский университет, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34
e-mail: varf2@ssau.ru

Показаны способы снижения энергетического барьера элементарных стадий процессов для сложных водородно-связанных систем. Тримолекулярные комплексы с водородными связями определяют направление и скорость реакции в гомогенной среде и на границе раздела фаз. Дана количественная оценка реализации би– и тримолекулярных процессов.

Methods for reducing the energy barrier of elementary stages of processes for complex systems with hydrogen bonds are shown. Trimolecular complexes with hydrogen bonds determine the direction and rate of the reaction in a homogeneous medium and at the phase boundary. A quantitative assessment of the implementation of bi- and trimolecular processes is given.

Структурно-кинетическая сторона механизма сложных реакций в системе «ацилхлорид – гидроксилсодержащее соединение» раскрывается на основе фундаментальных вопросов физико-химических процессов: поиск закономерностей, ответственных за строение, состав, структуру и свойства, протекание элементарных процессов, обусловленных ими. Методом B3LYP/aug-cc-pVDZ получены свободные энергии активации реакции $\Delta G^{\neq}$.

Управление реакцией осуществляется двумя способами: создание условий для образования водородных связей за счет включения в процесс третьей молекулы (реагента или продукта) и изменение геометрии молекулы в силовом поле адсорбента. Предложен новый принцип воздействия неплоским адсорбентом на реакционную систему. Показано, что непосредственное включение его в процесс активирует тримолекулярный механизм. Это доказывает селективность процесса при адсорбционном и каталитическом воздействии водородными связями на реакционную систему.

Перспектива эффективного управления реакцией связана с переходом на количественный уровень оценки реализации бимолекулярных и тримолекулярных процессов. Получены зависимости времени полуреакции $t_{1/2}$ от $\Delta G^{\neq}$ при различных начальных концентрациях и температуре 25 ºС. Показаны условно непреодолимые значения реакционных барьеров $\Delta G^{\neq}$. Для определения энергетического профиля элементарных стадий реакции, во-первых, нужно найти геометрию переходного состояния, во-вторых, определить структурно-энергетические параметры предреакционного комплекса и продуктов.

Ожидается, что полученные результаты будут способствовать исследованию каталитических процессов в аналогичных молекулярных системах с такими же функциональными группами.

УДК 544.543

ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ АДСОРБЦИИ ЭНАНТИОМЕРОВ МЕНТОЛА НА АХИРАЛЬНЫХ КРИСТАЛЛАХ α-ГЛИЦИНА[1]

Белоногов Э.В., Гуськов В.Ю.

УУНиТ, Республика Башкортостан 450076, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32;
e-mail: edikbelonogov74@mail.ru

В данной работе было установлено, что кристаллы α-глицина, не обладающей ни молекулярной, ни супрамолекулярной хиральностью, способны распознавать энантиомеры при определенных условиях. Показано, что на разделение энантиомеров ментола влияет различная скорость их адсорбции.

In this work, it was found that α-glycine crystals, which have neither molecular nor supramolecular chirality, are able to recognize enantiomers under certain conditions. It has been shown that the separation of menthol enantiomers is affected by different rates of their adsorption.

Энантиоморфные кристаллы – одно из малоизученных проявлений супрамолекулярной хиральности. Для изучения различий в возникновении молекулярной и надмолекулярной хиральности представляет интерес изучение кристаллов, основанных на ахиральных молекулах, обладающих энантиотопными поверхностями, как, например, кристаллы α-глицина, которые в результате блокирования одной грани кристалла, способны к хиральному распознаванию энантиомеров.

Кристаллы α – глицина готовились следующим образом: навеску глицина массой 10 г внесли в стакан и растворили в 50 мл воды до полного растворения. Далее раствор выдерживался в течение 2 суток, затем осадок высушивали. Для блокирования одной из граней кристаллов α – глицина, последние наносили на поверхность силикагеля. В стакан внесли глицин массой 10 г, далее добавили 50 мл воды, после полного растворения, добавили 100 г силикагеля. Размешивание данного раствора вели до полного упаривания воды. Полученный осадок высушивали.

Для подтверждения способности полученных кристаллов к хиральному распознаванию была построена изотерма адсорбции энантиомеров ментола. Как видно из полученных данных, изотермы адсорбции различаются. Ключевым моментом является принципиальное наличие хирального распознавания – адсорбция энантиомеров значимо отличается. Таким образом, даже ахиральные кристаллы могут быть способны к разделению энантиомеров.

[1] Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-73-10079).

Для изучения кинетики адсорбции, в раствор ментолов с концентрацией 1,25 мкг/мл вносили свежепрокаленный α-глицин, нанесенный на силикагель, массой 0.05 г. Раствор с сорбентом ставили на магнитную мешалку и отбирали пробы в герметичные виалы по 0.5 мл каждые 20 секунд в течение 3-х минут. По результатам эксперимента были построены кривые зависимости адсорбции от времени.

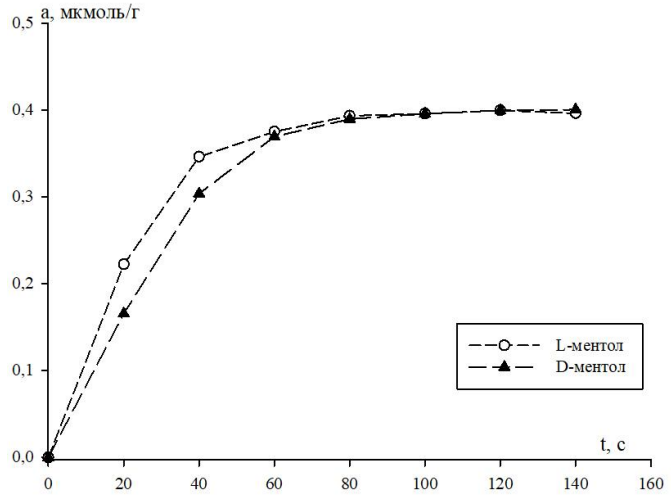


Рис. 1. Кинетическая кривая адсорбции энантиомеров ментола

На рис. 1 приведена кривая адсорбции энантиомеров ментола. Как видно из рисунка, кинетические кривые не совпадают. Отметим, что в равновесной области хирального распознавания нет. Это связано с тем, что искомая концентрация соответствует области Генри, в которой хиральное распознавание за счёт термодинамики отсутствует. Однако заметно, что в кинетической области кривой наблюдается различие величин адсорбции. L-энантиомер адсорбируется быстрее D-ментола. Коэффициент энантиоселективности достигает 1.34.

Для моделирования кинетики адсорбции были использованы модели псевдо-первого порядка Лагергрена, псевдо-второго порядка Хо и Маккея, модели Еловича и Думвальда-Вагнера.

С наибольшим коэффициентом корреляции кинетические кривые энантиомеров ментола описывает модель псевдо--первого порядка Лагергрена. Данная модель может быть использована для описания смешанно-диффузионного процесса. Это уравнение описывает случаи плёночной диффузии, контролирующей скорость адсорбции в течение нескольких первых минут в экспериментах с перемешиванием. Показано, что константа скорости адсорбции для L-ментола составляет 0.06 мин$^{-1}$, для D-ментола - 0,04 мин$^{-1}$.

Таким образом, даже при отсутствии термодинамического хирального распознавания возможно разделить энантиомеры, за счёт различной скорости адсорбции.

УДК 543

МИКРОФЛЮИДНЫЕ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ АНАЛИЗА ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Платонов И.А. [1], **Платонов В.И.** [1], **Ледяев М.Е.** [1], **Платонова Т.В.**

[1] *Самарский университет, Россия 443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34*
e-mail: pia@ssau.ru

В работе рассмотрен планарный микротермодесорбер для концентрирования летучих органических соединений из окружающего воздуха. Применено конечно-элементное моделирование потока газа-носителя через планарные колонки. Изучено распределение температурных полей в планарной колонке для лучшего протекания процесса сорбции-десорбции.

The paper considers a planar microthermodesorber for the concentration of volatile organic compounds from the ambient air. Finite element modeling of the carrier gas flow through planar columns is applied. The distribution of temperature fields in a planar column has been studied for a better sorption-desorption process.

В настоящее время актуальной задачей в области мониторинга окружающей среды является проведение анализе вне лаборатории, т.е. на месте отбора проб. Такой подход исключается большинство нежелательных факторов при отборе, транспортировке пробы и последующей пробоподготовке. Для достижения данный целей используются портативные химические анализаторы, в частности, портативные газовые хроматографы. Однако, предел обнаружения портативных приборов бывает недостаточен для определения следовых количеств летучих органических соединений в окружающем воздухе. В лабораторных условиях для повышения предела обнаружения используются различные методы концентрирования. При газохроматографическом анализе одним из методов концентрирования является термодесорбция, которая обеспечивается применением периферийного устройства – термодесорбер. В проведении анализа на месте такой подход практически никогда не используется, в связи с недостаточной аппаратной базы для реализации портативного термодесорбера с возможностью проведения беспрерывного цикла измерений.

Поэтому целью данной работы являлась разработка планарного микротермодесорбера с возможностью проведения циклических анализов.

Одна из задач данной работы заключалась в изучении потока газа-носителя через планарные газохроматографические колонки, изготовленных с применением технологий микро-электромеханических систем (МЭМС). Данные колонки использовались в качестве

сорбционного патрона. Изучение проводилось на планарных колонках с одинаковой длиной канала, но с разным сечением (1 канал (монокапилляр) и разъединенные на 3 канала (поликапилляр)) при одинаковой суммарной величиной поперечного сечения. Исследования проводилось при помощи конечно-элементного моделирования, что позволило сократить временные и материальные затраты. Решение данной задачи показало, что поликапилляр эффективнее, чем монокапилляр.

Разработанный планарный микротермодесорбер содержит планарную колонку, которая играет роль сорбционного патрона, к которой присоединены два газовых штуцера для входа и выхода анализируемого газа и газа-носителя. Для охлаждения и нагревания планарной колонки используется элемент Пельтье. Для охлаждения элемента Пельтье применен радиатор. А также, электронной платой управления, которая осуществляла температурный используя ПИД-регулятор.

В ходе исследования температура сорбции достигалась до -10^0C, а десорбции составляла $+80^0$C.

В качестве следовых количеств летучих органических соединений для анализа использовалась смесь ПГС пентана и изо-пентана с концентрациями 2,5 ppm и 2,2 ppm соответственно.

На первом этапе термодесорбции происходило охлаждение планарной колонки и стабилизация температуры.

На втором этапе через планарную колонку прокачивался объем анализируемого газа в объеме 300 мл.

Затем происходил нагрев планарной колонки и стабилизация температуры без подвода газовых смеси и с закрытыми газовыми коммуникациями.

На следующем этапе происходил отбор десорбируемой пробы с вводом в портативный газовый хроматограф для проведения газохроматографического анализа. Объем газовой пробы, отбираемой их планарного микротермодесорбера составлял 5 мл.

Весь цикл работы планарного микротермодесорбера, без учета газохроматографического анализа, составил 23 мин. Управление процессом полностью автоматическое, с возможностью настраивания под каждый тип исследуемого вещества. Работа планарного термодесорбера непрерывна, и после процесса отбора пробы, прибор автоматически запускает новый цикл процесса сорбции-десорбции.

В процессе исследования концентрации пентана и изо-пентана концентрация пентана после концентрирования составила 117 ppm, а изо-пентана – 96 ppm. Данный факт свидетельствует о коэффициенте концентрирования равному К = 45.

Литература

1. *Платонов И.А., Платонов В.И., Ледяев М.Е., Ворон С.В.* // Сорбционные и хроматографические процессы. 2022 г. Т.21. № 6. С. 805-811.

УДК 544.034; 550.3

ВЛИЯНИЕ ГАЛАКТИЧЕСКИХ КОСМИЧЕСКИХ ЛУЧЕЙ НА ВОДНУЮ СРЕДУ: РАССМОТРЕНИЕ НА ПРИМЕРЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ

Абатуров М.А., Андреев В.Н.

ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4;
e-mail: abatur@yandex.ru

Рассмотрено явление флуктуаций тока в ячейке с деионизированной водой. Показана их связь с форбуш-спадом космических лучей. Выявлена зависимость годичных вариаций от суточного вращения Земли в анизотропном поле галактических лучей. Сделан вывод об их существенной роли в флуктуациях исследуемой системы.

The phenomenon of current fluctuations in a cell with deionized water is considered. Their connection with the Forbush decay of cosmic rays is shown. The dependence of annual variations on the daily rotation of the Earth in the anisotropic field of galactic rays is revealed. It is concluded that they play a significant role in the observed fluctuations.

Состояние водной среды является одним из основных показателей в экологических исследованиях. Это обусловлено исключительной ролью воды в зарождении и поддержании жизни [1]. Освоение околоземного космического пространства придает особую актуальность этой проблеме и требует дополнительного учета факторов космической погоды.

Первоначально, соответствующие исследования были проведены в ИМБП РАН (лаборатория радиационной безопасности). Особое внимание было уделено флуктуационно-шумовым явлениям в экспериментальной водной ячейке [2]. Дальнейшие физико-химические исследования позволили установить связь таких флуктуаций с формированием нанокластеров из частиц металла электродов [3]. Мониторинг флуктуаций выявил определенные закономерности в их поведении, связанные с различными геокосмическим факторами [2]. Исследование природы таких закономерностей является целью настоящей работы.

В настоящей работе использовалась электрохимическая система, аналогичная описанной в работе [2], с двумя плоскопараллельными платиновыми электродами, помещенными в деионизированную воду. К электродам прикладывалось незначительное напряжение и, несмотря на использование деионизированной воды, регистрировался некий «остаточный» ток. Такая система характеризуется исключительной восприимчивость к различным внешним факторам, приводящим к ионизации и активации среды, что проявлялось в заметных флуктуациях тока.

Измерения на данной системе проводились непрерывно в течении нескольких суток. Результаты характеризуются хаотичностью, но, тем не менее, можно выявить наличие ритмичности суточного хода. Такие

суточные закономерности были зарегистрированы и в работе [2], что дополнительно подтверждает их детерминированный, не случайный характер.

Для выявления геокосмических факторов был выбран период интенсивной геомагнитной бури. Сопоставление кривой вариации тока с кривой геомагнитной активности позволило выявить их корреляцию. В момент магнитной бури происходит резкий спад тока. Это можно объяснить известным в астрофизике эффектом форбуш-спада потока космических лучей, «выдуваемых» из гелиосистемы порывом солнечного ветра. При этом, соответственно, снижается ионизирующий эффект космических лучей, что и может объяснить наблюдаемый спад тока в ячейке.

Предполагаемая роль космических лучей подтверждается, также, и годовыми, сезонными вариациями тока. На протяжении всего года характер регистрируемой суточной кривой, в той или иной мере, сохраняется в виде волны. Но, при этом, фаза волны при переходе с зимнего на летний период «переворачивается» [2]. Это хорошо согласуется с тем, что солнечные сутки при смене сезона, вследствие вращения Земли вокруг Солнца, также меняют фазу по отношению к звездным сутками. В результате можно заключить, что суточный ход вариаций тока синхронен не с солнечными сутками, а со звездными сутками. Причем, подъем волны тока происходит в той фазе, когда точка наблюдения на Земле обращена в сторону центра Галактики (созвездие Стрельца), что соответствует известному свойству анизотропности диффузного распространения галактических лучей. При этом, внегалактические лучи, характеризуются уже другими закономерностями, но их роль незначительна.

В настоящей работе была выявлена существенная роль галактических космических лучей в эффекте флуктуаций тока в ячейке. Следует отметить, что в сейсмологии, также, были выявлены аналогичные закономерные связи с вариациями космических лучей. В целом, такие исследования показывают важную роль факторов космической погоды в проблемах экологии.

Авторы выражают благодарность В.Л. Воейкову за полезные замечания.

Литература

1. Даванков В.А. Закономерности и случайности на пути эволюции материи от Большого взрыва до живой субстанции (с точки зрения физической химии). Сборник тезисов конференции «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях», Севастополь, 27 октября-03 ноября 2021 г., с.33-34.

2. Артамонов А.А., Цетлин В.В.. Суточные вариации физических свойств воды. // Вода: химия и экология. М., 2011, №2, с. 54-59.

3. Касаткин В.Э., Тытик Д.Л., и др. Электрохимический синтех наночастиц железа и платины в деионизованной воде. // Физикохимия поверхности и защита материалов. 2015, Т. 51, № 6, С. 618-627.

УДК 543.054.2/.9

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПЛАНАРНЫХ МИКРОФЛЮИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОРОВ ДЛЯ АНАЛИЗА ГАЗОВЫХ СРЕД

Маргарян А.Э., Платонов И.А., Колесниченко И.Н., Новикова Е.А., Карсункина А.С.

Самарский университет, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д.34, корп. 3;
e-mail: asyaigithanyan@mail.ru

Применение микрофлюидных планарных концентраторов (МФК) целесообразно при анализе газовых сред в связи с возможностью совмещения стадии пробоотбора и концентрирования, а также осуществления пробоподготовки и калибровки в идентичных условиях.

The use of microfluidic planar concentrators (MFCs) is advisable in the analysis of gaseous media due to the possibility of combining the sampling and concentration stages, as well as sample preparation and calibration under identical conditions.

Согласно статистике Всемирной организации здравоохранения численность лиц, страдающих сахарным диабетом, неуклонно растет и на сегодняшний день составляет до 422 миллионов пациентов в мире, которым необходим постоянный контроль за уровнем глюкозы в крови, в этой связи ранняя диагностика сахарного диабета является актуальной задачей [1].

Перспективным направлением ранней медицинской неинвазивной диагностики патологических изменений в организме является анализ выдыхаемого воздуха. Выдыхаемый воздух является многокомпонентной смесью, состоящей из тысячи летучих органических соединений (ЛОС), содержание которых может характеризовать нормальное или патологическое состояние здоровья человека. Около 20 из них используются в качестве биомаркеров различных заболеваний. В число селективных соединений входит ацетон, который образуется в результате окисления жиров. Его повышенное содержание в выдыхаемом воздухе сигнализирует об избыточном уровне глюкозы в крови, что позволяет использовать ацетон в качестве биомаркера сахарного диабета [2].

Ацетон в выдыхаемом воздухе находится на уровне ppm, в связи с чем требуется предварительное концентрирование пробы для увеличения чувствительности и точности определения [3].

В рамках настоящего исследования разработаны МФК на основе Силагерма 8040 с микроканалами, заполненными универсальным сорбентом Порапак-Q.

Установлены оптимальные условия концентрирования ($t_{сорб}$=0^{o}C, $t_{дес}$=70^{o}C, $V_{сорб}$ = 45 мл, $t_{дес}$ = 1 сек) с использованием МФК, при которых

достигнуто максимальное значение коэффициента концентрирования, равное 43.

Оценена возможность использования МФК для пробоотбора и пробоподготовки с учетом периода хранения пробы. Установлено, что характеристика правильности не снижается более, чем на 6-10 % в течение 8 часов и не требуется дополнительных стадий осушения отбираемой пробы выдыхаемого воздуха.

Литература

1. Всемирная организация здравоохранения. Глобальный доклад по диабету. Режим доступа: http://www.whogis.com/diabetes/global-report/ru/ (дата обращения: 07.09.2023).
2. Копылов *Ф.Ю., Сыркин А.Л., Чохамидзе П.Ш.* и др., Перспективы диагностики различных заболеваний по составу выдыхаемого воздуха // Клиническая медицина. 2013. № 10. С.16-21.
3. *Sagnik Das, Mrinal Pal.* Non-Invasive Monitoring of Human Health by Exhaled Breath Analysis: A Comprehensive Review // Journal of The Electrochemical Society. 2020. №167

УДК 54.04 + 543.062

КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ МЕДИ (II) С ПИРОГАЛЛОЛОВЫМ КРАСНЫМ В ПРИСУТСТВИИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Худайбердина Д.Р., Працкова С.Е.

ФГБОУ ВО «ЧелГУ», Россия 454001, г. Челябинск, ул. Братьев Кашириных, 129
e-mail: dkhudaiberdina@gmail.com

В работе представлены результаты исследования реакции комплексообразования ионов меди (II) с пирогаллоловым красным в присутствии поверхностно-активных веществ различной природы. Установлены условия образования комплекса, его стехиометрический состав и константа устойчивости.

The paper presents the results of a study of the reaction of complex formation of copper (II) ions with pyrogallol red in the presence of surfactants of various nature. The conditions for the formation of the complex, its stoichiometric composition and stability constant are established.

Особое значение для количественного химического анализа представляют органические реагенты, они получили широкое применение ввиду высокой чувствительности их реакций, возможности варьирования свойств, высокой селективности. Классические методы анализа практически полностью основаны на применении органических реагентов [1].

Органические комплексообразующие реагенты модифицируют поверхностно-активными веществами. В случае, когда речь идет о катионогенных поверхностно-активных веществах, модификация органических реагентов достигается за счет образования ионных ассоциатов. Сложнее обстоит дело с модификацией неионогенными ПАВ, так как этот процесс основан на солюбилизации в мицеллах [1], он мало изучен и практически не поддается прогнозированию.

В данной работе повышение чувствительности спектрофотометрического определения двухвалентной меди с пирогаллоловым красным достигается путем введения в систему катионных и неионогенных ПАВ. В качестве катионного ПАВ использовался хлорид цетилпиридиния, в качестве неионного – ОП-10.

Экспериментально выяснено, что введение катионного ПАВ смещает длинноволновый максимум батохромно, а наличие в системе неионного ПАВ не влияет на положение максимума, но приводит к более высокой устойчивость образующихся комплексных соединений во времени. Путем построения кинетических кривых удалось убедиться, что комплекс ПК-Cu-

ОП-10-ЦП максимально образуется в течение 50 минут после смешивания реагентов и далее остается стабильным в течение долгого времени.

Для определения стехиометрических коэффициентов компонентов комплекса использовали метод относительного выхода Старика-Барбанеля и метод сдвига равновесия. Оба метода показали, что соотношение компонентов ПК:ЦП в моноядерном комплексе с медью составляет 1:2, то есть одна молекула органического красителя присоединяет две молекулы катионогенного ПАВ.

Для определения кажущегося молярного коэффициента поглощения и константы устойчивости образующегося комплекса использовали графический метод Комаря-Толмачева. С учетом доверительного интервала значение константы устойчивости комплекса составило:

$$\beta_{\text{уст}} = (2{,}48 \pm 0{,}02) \cdot 10^{27}$$

$$\varepsilon_k = \frac{1}{a} = 1{,}1 \cdot 10^4$$

Литература

1. *Саввин С.Б.* Поверхностно-активные вещества. Москва: Наука, 1991.

УДК 543.3

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ НОВОГО МЕТОДА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РАЗМЕРНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ВОЛЖСКОЙ ВОДЫ И ЕГО ИЗМЕНЕНИЯ В РЕЗУЛЬТАТЕ ГИДРОУДАРА

Роговая И.В.[1], Зуев Б.К.[1], Каргаполова Д.С.[2]

[1]*ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии имени В.И. Вернадского РАН, Москва (ГЕОХИ РАН), 119991, г. Москва, ул. Косыгина, д.19*
[2]*Государственный университет "Дубна", Россия, 141980, Московская область, г. Дубна, Университетская, 19*
e-mail: smile_mail@mail.ru

В докладе представлены результаты, полученные комбинированным мембранно-окситермографическим методом на окситермографической установке, работающей исключительно на воздухе. Подобраны оптимальные условия работы прибора, и проведен пробный эксперимент. Результаты согласуются с данными, полученными ранее. Впервые удалось применить мембрану с размером пор 10 кДа.

The report presents the results obtained by the combined membrane-oxythermographic method on an oxythermographic installation operating exclusively in air. Optimal operating conditions for the device were selected and a tested experiment was carried out. The results are consistent with data obtained previously. For the first time, it was possible to use a membrane with a pore size of 10 kDa.

Платину ГЭС можно отнести к искусственному геохимическому барьеру, поскольку при падении воды происходит резкая смена физико-химических условий водной среды. Соответственно, меняются формы нахождения вещества и распределение его по фракциям. Также существенное изменение фракционного распределения вещества происходит в следствие гидроудара при сбросе.

Так, в ранних работах [1, 2] был представлен разработанный нами мембранно-окситермографический метод, который позволил увидеть изменение фракционного распределения органического вещества в р. Волге в районе г. Дубны. В данном месте река представляет собой нижний бьеф Иваньковского водохранилища и химический состав в реке существенно зависит от интенсивности сброса воды через плотину.

Метод окситермографии разработан проф. Зуевым Б.К. и основан на окислении вещества в потоке кислорода в термореакторе, температура которого изменяется по заданному режиму, так называемому профилю нагрева. Почему именно это метод занял место в новом разрабатываемом нами методе? На это есть несколько причин. В-первых, этот метод экспрессен. Время проведения одного анализа в условиях разработанной методики составляет не более пяти минут. Во-вторых, метод довольно

экономичен. Единственным расходным материалом является аргон, который используется в качестве газа-носителя для кислорода. Кислород же поступает в бинарную газовую смесь из воздуха. В-третьих, для определения на окситермографе достаточно всего 10 мкл пробы, что является немалым преимуществом метода, поскольку объем каждой полученной фракции составляет не более 5 мл. Такой малый объем пробы позволяет выполнить статистически верный анализ.

Апробация метода прошла как раз в Дубне во время весеннего сброса воды через плотину ГЭС. В результате мы увидели такую трансформацию: при сбросе фракционное распределение ОВ смещается в сторону увеличения более крупных фракций.

В этом году мы решили проверить возможность определения ФР ОВ на другой версии окситермографа, который является вообще безреагентным — расходуется только кислород из воздуха. Так же происходит окисление вещества при окислении кислородом в термореакторе, температурный режим которого задается исследователем.

По результатам эксперимента можно сделать вывод, что фракционная доминанта заметно меняется при сбросе в сторону увеличения крупных фракций. При этом сброс воды через плотину был уже существенный, порядка 2300 $м^3$/с. Это та фаза весеннего половодья, когда взвешенное вещество еще не поступает с территорий водосбора водохранилища при сбросе, поэтому мы смело можем утверждать, что при падении с высоты за счет гидроудара происходит трансформация вещества в более крупные фракции, что подтверждает выводы, сделанные нами ранее.

Литература

1. *Роговая И.В.* Оценка фракционного распределения органических веществ природных вод. Мембранно-окситермографический метод / ЖАХ, 2018, Т.73, № 6, С. 403-416.

2. *Роговая И.В., Зуев Б.К.* Применение комплекса физико-химических методов и разработка новых для исследования состава волжской воды и его изменения при сбросе через плотину Иваньковской ГЭС/ *Ф*изико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях. Всероссийский симпозиум и школа-конференция молодых ученых, 27 октября – 3 ноября, 2021, Севастополь, Россия. *Сборник трудов симпозиума.* — М.: Издательский дом «Граница», 2021. – 355 с.

УДК 544.478.1

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ РЕДКОЗЕМЕЛЬНОГО МЕТАЛЛА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ МОДИФИЦИРОВАННОГО НИКЕЛЕМ МЕЗОПОРИСТОГО СИЛИКАГЕЛЯ В РЕАКЦИЯХ ГИДРИРОВАНИЯ БЕНЗОЛА И КСИЛОЛОВ

Токранов А.А.[1], Токранова Е.О.[1], Шафигулин Р.В.[1], Буланова А.В.[1]

Самарский национальный исследовательский университет им. Академика С.П. Королева Россия 443086, г. Самара, Академика Платонова, д. 1, корп. 22б
e-mail: fileona@mail.ru

Исследованы каталитические свойства материалов на основе мезопористых силикагелей, допированных диспрозием, тербием, лантаном и модифицированных никелем. Морфология поверхности и текстурные характеристики полученных образцов изучены методами сканирующей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Каталитическая активность полученных катализаторов изучены в реакциях гидрирования бензола, *м-, п-, и о-* ксилолов в температурном интервале 80-170 ^{o}C и давлении водорода 3 атм. Установлено, что допирование редкоземельными металлами ведет к усилению каталитической активности катализатора, модифицированного никелем, в реакции гидрирования ароматических соединений. Показано, что мезопористый силикагель, допированный диспрозием и модифицированный никелем, является эффективным катализатором гидрирования бензола и ксилолов.

The catalytic properties of materials based on mesoporous silica gels doped with dysprosium, terbium, lanthanum and modified with nickel were studied. The surface morphology and textural characteristics of the obtained samples were studied using scanning electron microscopy, X-ray phase analysis, and inductively coupled plasma mass spectrometry. The catalytic activity of the resulting catalysts was studied in the hydrogenation reactions of benzene, m-, p-, and oxyenes in the temperature range of 80-170 ^{o}C and a hydrogen pressure of 3 atm. It has been established that doping with rare earth metals leads to an increase in the catalytic activity of a catalyst modified with nickel in the hydrogenation reaction of benzene derivatives. It has been shown that mesoporous silica gel doped with dysprosium and modified with nickel is an effective catalyst for the hydrogenation of benzene and xylenes.

Благодаря высокой механической и химической стабильности, низкой токсичности и пористой структуре аморфные пористые кремнеземные материалы находят широкое применение в различных направлениях. Пористые кремнеземы широко применяются в роли носителей для катализаторов таких промышленно важных процессов, как окисление органических и неорганических веществ, гидрирование, дегидрирование. Гидрирование бензола, а также других ароматических соединений, имеет промышленное значение для ряда важных этапов нефтепереработки и последующей химической обработки. Качество топлива, а также забота об окружающей среде, по-прежнему налагают

строгие ограничения на содержание ароматических соединений в топливе. Гидрирование бензола является основным процессом при производстве циклогексана, используемого для получения нейлона-6,6, поэтому исследования на модельных поверхностях могут дать ценную информацию, применимую к реальным промышленным процессам.

Методом темплатного синтеза были получены образцы мезопористого силикагеля (МС), модифицированного никелем (Ni/MC) и МС, допированного диспрозием, тербием, лантаном и модифицированного никелем (Dy-Ni/MC, Tb-Ni/MC, La-Ni/MC). При модифицировании никелем образец допированного редкоземельными металлами мезопористого силикагеля помещали в водно-спиртовой раствор хлорида никеля. Для восстановления никеля полученные образцы подвергали температурной обработке при 450^{o}C в токе водорода в течение 2-х часов.

Морфология поверхности и текстурные характеристики полученных образцов изучены методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), рентгенофазового анализа (РФА), масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP). СЭМ исследования показали, что частицы силикагеля неправильной формы, близкой к сферической, на поверхности которых имеются неоднородности. Допирование силикагеля редкоземельными металлами способствует более равномерному распределению наночастиц никеля на поверхности.

Исследование кинетики гидрирования проводили в интервале температур 100 - 170 ^{o}C и давлении водорода 3 атм. Кинетику реакций газофазного гидрирования изучали в статическом режиме на оригинальной установке, позволяющей в *on-line* режиме осуществлять анализ реакционной смеси. Реакцию гидрирования проводили отдельно для бензола и ксилолов.

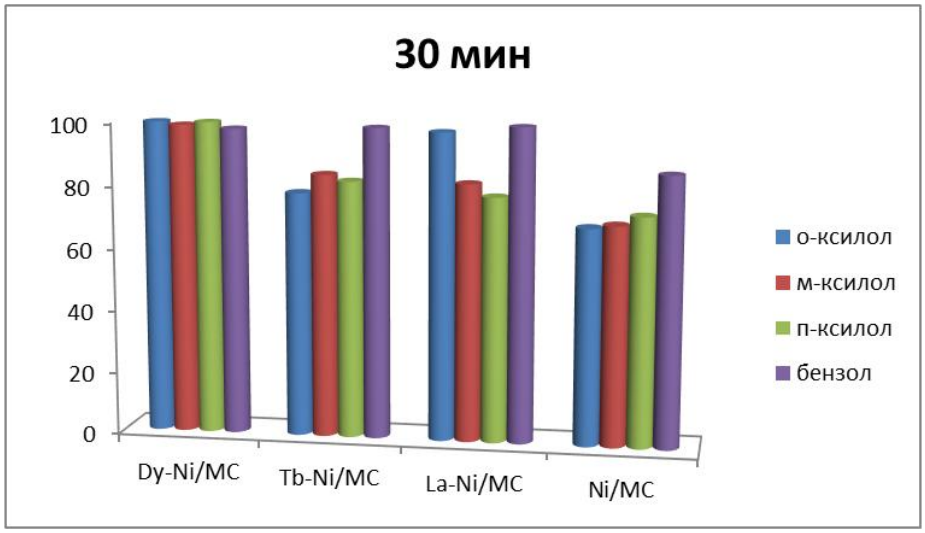


Рис. 1. Зависимости конверсии ароматических углеводородов от времени (150 ^{o}C и 3 атм) через 30 минут от начала реакции на катализаторах Ni/MC, Dy-Ni/MC, Tb-Ni/MC, La-Ni/MC: а) бензол.; б) м-ксилол; в) п-ксилол; г) о-ксилол

Установлено, что допирование диспрозием ведет к усилению каталитической активности катализатора в реакции гидрирования бензола и ксилолов (рис.1). Через 30 минут от начала реакции на всех образцах происходит практически полная конверсия бензола, за это же время конверсия бензола на Ni/MC достигает всего 86%.

Различие в эффективности катализаторов, допированных редкоземельными элементами, может быть связано с электронным строением их атомов. Атомы La имеют незаполненную 4f оболочку, а Tb(4f9) – 3 неспаренных электрона, Dy(4f10) – 4 неспаренных электрона; что может влиять на увеличение как кулоновских, так и обменных взаимодействий электронов при f-d гибридизации. Замещение ионов кремния ионами La, Tb или Dy при встраивании их в решетку силикагеля может привести к зарядовым флуктуациям, сопровождающимися изменением ионного радиуса и к сильному электрон-фононному взаимодействию.

УДК 544.723.2

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ИМИДАЗОЛИЕВЫХ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ УДЕРЖИВАНИЕ НЕКОТОРЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ КИСЛОТ В УСЛОВИЯХ ОФ ВЭЖХ [1]

Разницына В.М. [1], **Шафигулин Р.В.** [1], **Виноградов К.Ю.** [1], **Буланова А.В.** [1]

[1] *ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», Россия 44301, г. Самара, ул. Академика Павлова, д.1, корп. 22б;*
e-mail: v_raznitsyna@mail.ru

В работе рассмотрено влияние добавок ионных жидкостей в элюент на удерживание некоторых ароматических кислот из водно-ацетонитрильных растворов на октадецилсиликагеле методом ОФ ВЭЖХ. Оценена применимость полуэмпирических моделей Снайдера-Сочевинского и Сочевинского-Вахтмейстера для описания процесса сорбции исследуемых кислот.

The influence of ionic liquid additives to the mobile phase on the retention of some aromatic acids from aqueous-acetonitrile solutions on octadecyl silica gel by RP HPLC was considered. The applicability of the semiempirical Snyder-Sochevinsky and Sochevinsky-Wachtmeister retention models to describe the sorption process of the studied acids was evaluated.

Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) является одним из методов качественного и количественного анализа ароматических кислот в сложных многокомпонентных смесях. В обращенно-фазовом режиме ВЭЖХ анализ склонных к диссоциации соединений проводят с добавлением кислот и буферных растворов, уменьшающих pH подвижной фазы и подавляющих диссоциацию аналитов. Альтернативным и перспективным вариантом таких добавок являются ионные жидкости (ИЖ) – низкотемпературные расплавы солей (т.пл < 100°C), состоящие только из ионов [1]. ИЖ обладают рядом уникальных физико-химических свойств и отвечают требованиям зеленой химии [1]. В литературе отмечается, что ИЖ обладают двойственной природой и способны подавлять остаточные силанольные группы модифицированного кремнеземного сорбента, а также взаимодействовать с анализируемыми веществами, образуя с ними ионные пары различной степени гидрофобности [2-3].

Цель работы заключалась в изучении влияния добавок имидазолиевых ИЖ в водно-ацетонитрильные элюенты на удерживание галловой, феруловой, бензойной, салициловой, кофейной, хлорогеновой и п-нитробензойной кислот на октадецилсиликагеле методом ОФ ВЭЖХ. Эксперимент проводили на микроколоночном жидкостном хроматографе

[1] Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-23-00397, https://rscf.ru/project/23-23-00397/.

«Милихром А-02» с УФ-спектрофотометрическим детектором при длинах волн 254, 280 и 300 нм. В качестве сорбента использовали октадецилсиликагель ProntoSil 120-5, C18 (2·75 мм, 5 мкм, 300 м^2/г). Температура хроматографической колонки поддерживалась с помощью твердотельного термостата при 35°C; объемная скорость элюента – 50 мкл/мин.

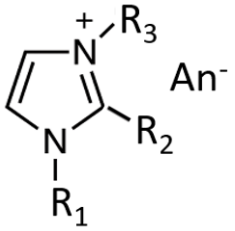


Рис. 1. Строение имидазолиевых ионных жидкостей.

Элюентами являлись водно-ацетонитрильные растворы (содержание ацетонитрила варьировали от 20 до 40 об.%) с добавлением 0,1% трифторуксусной кислоты (ТФУ), содержащие и не содержащие имидазолиевые ИЖ (2,64 ммоль/л): 1-бутил-2,3-диметилимидазолий тетрафторборат [C4dMIM][BF4]; 1-бутил-3-метилимидазолий бромид [C4MIM][Br]; 1-гексил-3-метилимидазолий бромид [C6MIM][Br]; 1-децил-3-метилимидазолий бромид [C10MIM][Br]; 1 метил 3-октилимидазолий бромид [MC8IM][Br].

Установлено, что наименьшим фактором удерживания характеризуется галловая кислота, наибольшим – салициловая.

Показано, что модели Снайдера - Сочевинского и Сочевинского-Вахтмейстера удовлетворительно описывают сорбцию исследуемых ароматических кислот в условиях ОФ ВЭЖХ. Значения угловых коэффициентов n и S, характеризующих количество молекул подвижной фазы, вытесняемых при сорбции одной молекулой анализируемого вещества, в системах с ИЖ оказываются несколько ниже, чем в системе без добавок ИЖ. Это, очевидно, указывает на более слабые дисперсионные взаимодействия сорбатов с сорбентом в системах без добавок ИЖ. Наименьшие значения коэффициентов n и S в уравнениях исследуемых моделей для всех кислот наблюдаются на фазе с добавлением [C4MIM][Br]. В целом, для большинства соединений отмечается тенденция к увеличению угловых коэффициентов с увеличением длины алкильного заместителя в катионе бромидных ИЖ [C4MIM][Br] < [C6MIM][Br] < [C10MIM][Br]. Для тетрафторборатной ИЖ значения угловых коэффициентов n и S сопоставимы с фазой без добавок ИЖ.

Литература

1. *Ali I., Suhail M., Sanagi,M.M., Aboul-Enein H.Y.* // Critical Reviews in Analytical Chemistry. 2017. V. 47. №. 4. P. 332-339.

2. *Wang Y., Tian M., Bi W., Row K.H.* // International journal of molecular sciences. 2009. V. 10. № 6. P. 2591-2610.

3. García-Alvarez-Coque M.C., Ruiz-Angel M.J., Berthod A., Carda-Broch S. // Analytica chimica acta. 2015. V. 883. P. 1-21.

УДК 543.544

АНАЛИЗ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СТОЧНЫХ ВОД ПРЕДПРИЯТИЙ МЕТОДОМ ОБРАЩЁННО-ФАЗОВОЙ ВЭЖХ С ДИОДНО-МАТРИЧНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

Лабаев М.Ю., Платонов И.А.

Самарский университет, 443086 Россия, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34
email: maxlabaev@gmail.com

В сточных водах некоторых предприятий необходимо контролировать содержание синтетических красителей, для того чтобы не наносить урона местной экосистеме. Целью данной работы являлось разработка методики хроматографического анализа количественного состава 18 синтетических красителей в пробах воды. Анализ проводился методом обращённо-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии на неподвижной фазе С18 с диодно-матричным детектированием. В результате работы был подобран оптимальный режим градиентного элюирования для одновременного анализа 18 веществ, пределы детектирования синтетических красителей составили 1 мг/л.

It is necessary to control the content of synthetic dyes in the wastewater of some enterprises in order not to cause damage to the local ecosystem. The purpose of this work was to develop a technique for chromatographic analysis of the quantitative composition of 18 synthetic dyes in water samples. The analysis was carried out using reverse phase high performance liquid chromatography on a C18 stationary phase with diode array detection. As a result of the work, the optimal gradient elution mode was selected for the simultaneous analysis of 18 substances; the detection limits for synthetic dyes were 1 mg/l.

Современная пищевая и текстильно-красильная промышленности используют огромное количество синтетических красителей. Данные вещества в больших количествах попадают в сточные воды предприятий, которые в свою очередь попадают в естественные водоёмы, нанося существенный урон экосистеме данного района [1]. В связи с этим встаёт вопрос контроля за содержанием синтетических красителей в сточных водах пищевых, текстильных и других производств, использующих синтетические красители. Целью данной работы являлось разработка хроматографической методики контроля количественного состава синтетических красителей в используемых средах.

Список определяемых веществ и соответствующий им индекс пищевой добавки Е: Тартразин - Е102, Жёлтый хинолиновый - Е104, 3) Желтый солнечный закат - Е110, Кармуазин - Е122, Понсо 4 R - Е124, Эритрозин – Е127, Красный очаровательный АС - Е129, Патентованный синий - Е131, Индигокармин – Е132, Синий блестящий - Е133, Зелёный S - Е142, Бриллиантовый черный PN - Е151. А также в работе учувствовали

прямые красители для текстиля: Saturn red F3B 200, Saturn orange L7G 180, Saturn yellow L4G 150, Saturn scarlet LB, Логодирект жёлтый, Жёлтый прочный.

Подготовка пробы перед анализом заключалась в фильтрации образцов воды, содержащей все вышеупомянутые красители, последовательно через фильтр «синяя лента» и мембранный шприцевой фильтр с размером пор 0,22 мкм.

Определение синтетических красителей производилось методом ВЭЖХ с диодно-матричным детектором, производства Knauer. В качестве неподвижной фазы использовалась колонка Phenomenex Luna C18 150 мм х 4,6 мм зернением сорбента 5 мкм, в качестве подвижной фазы использовался раствор соли ацетата аммония в комбинации с ацетонитрилом. Хроматографический анализ проводился в режиме градиентного элюирования. Объём дозирующей петли хроматографа составлял 20 мкл.

В результате работы были выявлены спектры поглощения каждого аналита, выбран состав подвижной фазы для оптимального проведения анализа. Использование диодно-матричного детектора позволяет с большей вероятностью определять качественный состав пробы, содержащей красители, так как каждый аналит имеет свой максимум поглощения в видимой области, практически селективный по отношению к другим красителям.

Исходя из уровня флуктуационных шумов и площадей пиков синтетических красителей, были рассчитаны пределы детектирования синтетических красителей для данного хроматографического метода анализа, которые составили 1 мг/л.

Выводы: была разработана методика спектрофотометрического определения качественного и количественного состава 18 синтетических красителей, используемых в пищевой и текстильной промышленностях. Пределы детектирования красителей в водных растворах составили 1 мг/л.

Литература

1. *Vasconcelos M. W.* Textile effluent toxicity trend: A scientometric review / M. W. Vasconcelo, S. Goncalves, E. Celton de Oliveira, S. Rubert, N. C. Ghisi // Journal of Cleaner Production – 2022. – V. 366.

УДК 543.544

СРАВНЕНИЕ АДСОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ЦЕОЛИТА 13X И СИЛИКАГЕЛЯ В УСЛОВИЯХ НФ ВЭЖХ

Лузанова В.Д., Нестеренко П.Н., Рожманова Н.Б.

Химический факультет МГУ имени М.В, Ломоносова,
Россия 119991, г. Москва,ГСП-1, Ленинские горы, д.1, стр.3
e-mail: viktorialuzanova.1998@gmail.ru

Изучены адсорбционные свойства цеолита 13X и силикагеля с помощью метода ВЭЖХ. Проведено сравнение закономерностей адсорбции на цеолите 13X и силикагеле и оценена целесообразность использования силикагеля для определения примесей воды в органических соединениях.

The adsorption properties of silica gel were studied using the HPLC method and acetonitrile and methanol as eluents. The regularities of adsorption on zeolite 13X and silica gel were compared and the feasibility of using silica gel to determine water impurities in organic compounds was evaluated.

В настоящее время наблюдается огромный интерес к использованию микропористых сорбентов в ВЭЖХ, особенное внимание уделяется широкопористым цеолитам, поскольку размер пор таких сорбентов примерно в два раза больше молекул большинства низкомолекулярных соединений (М.м. < 200–300 у.е.), что повышает возможность селективного разделения компонентов смесей благодаря молекулярно-ситовому эффекту. В ЖХ известно применение сорбционных материалов на основе цеолитов, хотя механизмы взаимодействия адсорбатов с поверхностью цеолитов практически не обсуждаются [1]. При изучении сорбционных свойств широкопористого цеолита 13X целесообразно сравнить полученные данные с широко используемым в ЖХ силикагелем. Несмотря на широкое применение силикагеля в ВЭЖХ, в литературе практически нет информации о закономерностях адсорбции воды и других полярных сорбатов на данном сорбенте. Поэтому представляет интерес изучить особенности адсорбции на силикагеле и сравнить полученные результаты со свойствами цеолита 13X.

В настоящей работе использовали колонку Partisil P10 (250×4,6 мм, 10 мкм), а также колонку, заполненную цеолитом 13X со структурой FAU (50×4,6 мм, 5 мкм). В условиях нормально-фазовой ВЭЖХ изучено удерживание ряда модельных соединений на сорбентах в зависимости от их полярности при использовании метанола и ацетонитрила в качестве элюентов. Найдено, что в метаноле колонка, заполненная силикагелем, заметно удерживает только соединения с полярностью (P') выше, чем у метанола, при этом наиболее сильно удерживается вода ($k' = 0.49 \pm 0.01$) и

ДМСО (k' = 0.48 ± 0.01), что не позволяет использовать ее для селективного определения примесей воды в этом растворителе в отличие от цеолита 13X, где в данных условиях селективно удерживается лишь вода (k' = 5.34 ± 0.01) [1]. При использовании ацетонитрила в качестве элюента удерживание сорбатов на цеолите 13X и силикагеле определяется полярностью и их способностью к специфическим и неспецифическим межмолекулярным взаимодействиям. Для обоих сорбентов наблюдали выраженную зависимость удерживания спиртов от длины углеводородного радикала (n_C), характер зависимости соответствует эксклюзионному механизму, однако в случае силикагеля удерживание первых членов гомологического ряда (C_1 - C_4) было более слабым, а вся зависимость удерживания была более пологой и менее выраженной (рис. 1), что связано, скорее всего с крупными порами данного сорбента.

Аналогичные зависимости для кетонов, как и в случае спиртов, соответствует эксклюзионному механизму удерживания для цеолита 13X, тогда как для силикагеля такой зависимости не наблюдали (рис. 2). Однако кетоны слабо удерживаются на изученных сорбентах, что говорит о практически полном отсутствии взаимодействий сорбат-сорбент в данных условиях и исключительном преобладании молекулярно-ситового эффекта.

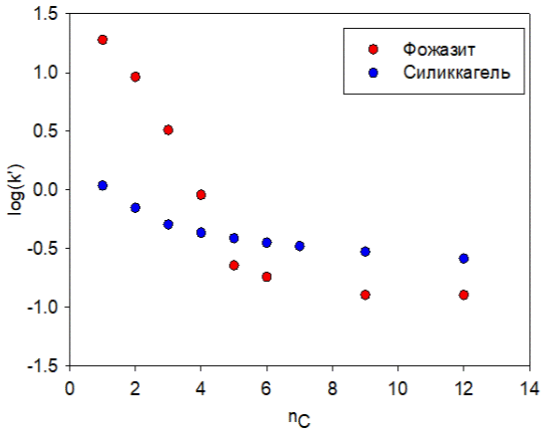


Рис. 1. Зависимость удерживания нормальных спиртов n_C; элюент – ацетонитрил; температура колонки: 35°C, объем пробы: 20 мкл.

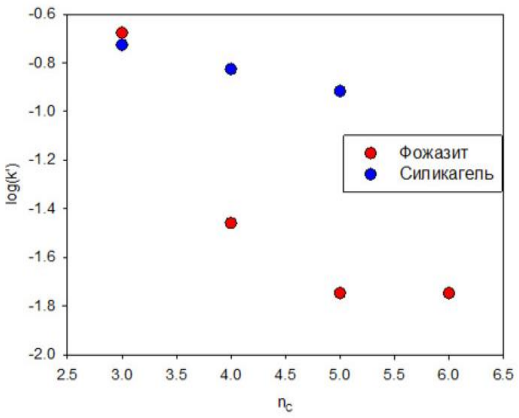


Рис. 2. Зависимость удерживания кетонов от n_C; элюент – ацетонитрил; температура колонки: 35°C, объем пробы: 20 мкл.

Литература

1. *Luzanova V. D., Rozhmanova N.B., Volgin Y.V., Nesterenko P.N.* // The use of zeolite 13X as a stationary phase for direct determination of water in organic solvents by high-performance liquid chromatography. Anal. Chim. Acta. 2023. Vol. 1239, pp. 340697–340705.

УДК 544

КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПЕНИЦИЛЛИНА G [1]

Бочарникова Е.Н. [1], **Чайковская О.Н.** [1,2], **Базыль О.К.** [1], **Майер Г.В.** [1]

[1] *Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36;*
[2] *Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620216, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106*
e-mail: bocharnikova.2010@mail.ru

Методами квантовой химии была получена геометрия молекулы бензилпенициллина натриевой соли (натриевая соль пенициллина G). В наших исследованиях критерием правильности конформации молекулы являлось соответствие рассчитанных квантово-химическими методами спектров поглощения и испускания с экспериментально измеренными соответствующими спектрами растворов. Показано хорошее согласие экспериментальных данных с расчетом при описании спектра поглощения.

The geometry of the benzylpenicillin sodium salt molecule (sodium salt of penicillin G) was obtained by quantum chemistry methods. In our studies, the criterion for the correct conformation of the molecule was the correspondence of the absorption and emission spectra calculated by quantum chemical methods with the experimentally measured corresponding solution spectra. A good agreement of the experimental data with the calculation in describing the absorption spectrum was shown.

Широкое применение в терапии антибиотиков пенициллиновой группы обусловлено отсутствием в клеточных стенках млекопитающих пентидогликана, чем объясняется его малая токсичность даже при высокой концентрации антибиотика. Именно это свойство на ряду с высокой эффективностью при лечении некоторых инфекций, привело к многолетнему использованию бензилпенициллина в терапии.

В качестве объекта исследования была выбрана молекула бензилпенициллина натриевой соли (натриевая соль пенициллина G) (рис. 1). В настоящий момент физико-химические свойства пенициллина G достаточно хорошо изучены экспериментально (методы кристаллографии, масс-спектроскопии, хроматографии, ИК-спектроскопии) и теоретически. Методы квантовой химии используют для оптимизации геометрии молекул антибиотиков, расчете полной энергии антибиотика и его

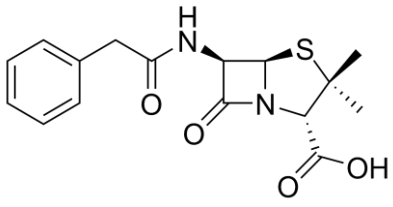


Рис. 1. Структурная формула бензилпенициллина (пенициллина G)

[1] Результаты были получены в рамках выполнения государственного задания Минобрнауки России, проект № FSWM-2020-0033.

активного комплекса с рецепторами клеточной стенки бактерии, расчете некоторых физико-химических свойств, расчете колебательных спектров поглощения. Несмотря на многочисленные работы, посвященные синтезу и фармакологическим свойствам антибиотиков, квантово-химические расчеты электронных спектров поглощения, интерпретации электронных полос спектров поглощения растворов нам не известна, хотя в терапии антибиотики часто применяются именно в виде растворов.

Молекула пенициллина G входит своими главными фрагментами в состав полусинтетических антибиотиков β-лактамной группы, следовательно, участвует в формировании антибактериальных свойств этих соединений, оказывая влияние на биологическую активность.

Полученные результаты расчетов оптимизированной геометрии пенициллина G показали, что структура тиазолидинового цикла не соответствует ни экваториальной, ни аксиальной конформации. В оптимизированной конформации пятичленного цикла из плоскости цикла выходит связь C_2–C_3, тогда как атом серы практически лежит в этой плоскости (рис. 2).

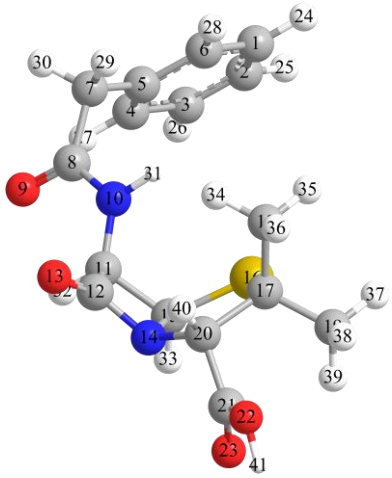


Рис. 2. Оптимизированная геометрия нейтральной формы молекулы пенициллина G

Боковой фрагмент молекулы пенициллина G является ароматической структурой, тогда как пенам-группа, обеспечивающая биологическую активность, является фрагментом не ароматическим и неплоским, что в целом делает молекулу пенициллина G неплоской. При интерпретации электронного спектра поглощения пенициллина G в интервале 200-400 нм нам удалось разделить его на две области, резко отличающиеся по интенсивности. Так, оптическая плотность длинноволнового участка спектра поглощения в области 220-400 нм не превышает $D_{max} \approx 0.006$. Коротковолновая часть – участок спектра поглощения высокой интенсивности с максимумом около $\sim \lambda = 201$ нм ($D_{max} \approx 0.185$) и полушириной, заметно превышающей полуширину полосы поглощения, образованной одним электронным переходом, что свидетельствует о его сложном строении.

УДК 541.138

ЭЛЕКТРОКАТАЛИЗАТОРЫ ОКИСЛЕНИЯ ВОДОРОДА ДЛЯ ЩЕЛОЧНЫХ ТОПЛИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СО СНИЖЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ПЛАТИНЫ [1]

Вернигор И.Е., Богдановская В.А., Радина М.В., Андреев В.Н.

ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4;
e-mail: msnoviinna@gmail.com

Данная работа посвящена синтезу и исследованию биметаллических PtNi катализаторов, синтезированных на УНТ, со сниженным содержанием платины (10 мас.% Pt), эффективно окисляющих H_2 и проявляющих толерантность к примесям CO в H_2.

This work is devoted to the synthesis and study of bimetallic PtNi catalysts synthesized on CNTs with a reduced platinum content (10 wt.% Pt), which effectively oxidize H_2 and exhibit tolerance to CO impurities in H_2.

Водородно-воздушные топливные элементы (ТЭ) это экологически чистые источники тока, поскольку в атмосферу при их работе выделяется только вода [1]. Одним из возможных путей снижения содержания дорогостоящей платины в составе катализаторов является разработка биметаллических систем с использованием переходного металла [2], имеющих высокую стабильность и активность в реакции окисления водорода (РОВ) в щелочном электролите.

Установлено, что важным для эффективного окисления водорода является соотношение металлов в составе катализатора, а также количество Pt. Показано, что биметаллические катализаторы с 10 мас.% Pt превосходят катализаторы с 40 мас.% Pt по активности в РОВ, что вероятно связано со снижением электрохимически

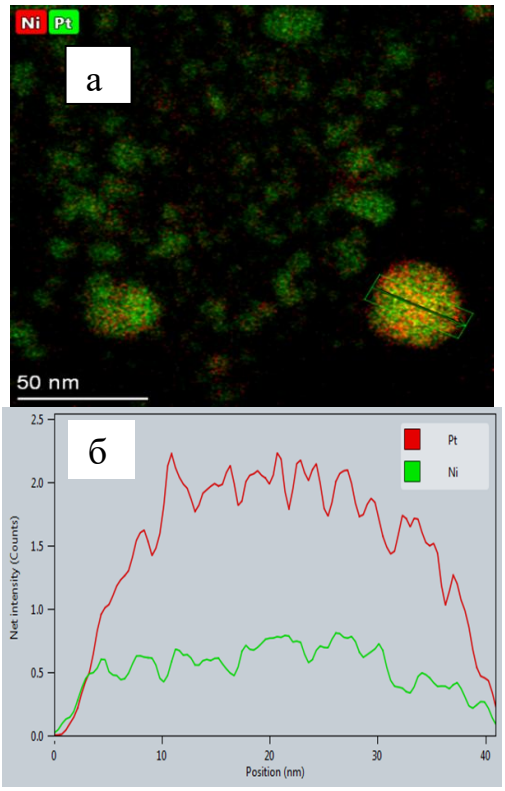


Рис. 1. а – Карта ЭДА для $10PtNi/УНТ_{NaOH}$; б - Профиль энергодисперсионного спектра рентгеновского излучения

[1] Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда № 23-73-00063, https://rscf.ru/project/23-73-00063/.

активной поверхности Pt (S_{Pt}) при увеличении содержания платины. Для 10PtNi/УНТ$_{NaOH}$ S_{Pt} составляет 36.3 м^2/г, для 40PtNi/УНТ$_{NaOH}$ S_{Pt} =18.8 м^2/г.

Катализаторы на основе PtNi характеризуются значительно меньшей электрохимически активной поверхностью Pt (S_{Pt}), чем моноплатиновые системы. Снижение S_{Pt} в случае биметаллических катализаторов связано с частичным перекрыванием Pt оксидом Ni (Ni_2O_3), который также проявляет электрокаталитические свойства. Данные энергодисперсионного анализа (ЭДА) показывают, что частицы (больше 30 нм) в основном являются платиновыми агломератами с небольшим количеством никеля (рисунок 1а). Анализ прямоугольного вектора (рисунок 1б) показывает изменение сигнала от платины и небольшое изменение от никеля говорит нам о том, что эти частицы представляют собой платиновую частицу, неравномерно покрытую никелем.

В РОВ, при расчете удельных характеристик, отнесенных на грамм Pt в составе катализатора (таблица), 10PtNi/УНТ$_{NaOH}$ проявляет наилучшие характеристики. Высокая активность в РОВ может быть связана с большой гидрофильной поверхностью ($S_{уд\ вода}$), необходимой для адсорбции OH^- частиц, принимающих участие в процессе окисления водорода в щелочном электролите.

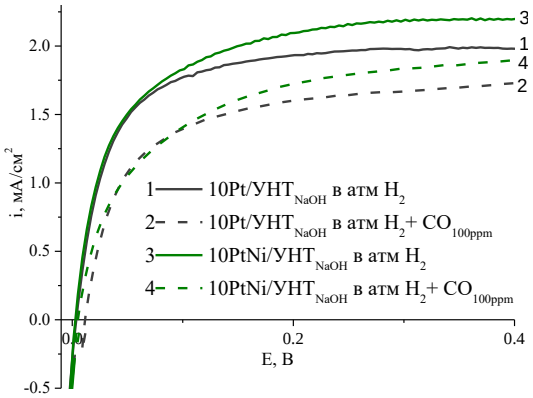


Рис. 2. Поляризационные кривые на исследуемых катализаторах в атм. H_2 и H_2+CO 100 ppm (указано на рисунке) в 0.1M KOH; 5 мВ/с, 1500 об/мин, 20 ^{0}C, 100 мкг кат/см^2

Можно отметить, что PtNi катализатор имеет более высокую активность в РОВ в присутствии CO в концентрации до 100 ppm (рисунок 2), что свидетельствует о его улучшенной толерантности к примесям CO, необходимой для эффективной работы ТЭ.

Таким образом, биметаллический катализатор на основе PtNi проявляет высокую каталитическую активность в РОВ, что делает его перспективным электродным материалом для щелочных ТЭ.

Литература

1. *Felipe S., Victor P., Tuani G., Lanna L., J.C.M. Silva, Mariany S., Isaias D. O., Wladimyr D., Gisele A.-L., Sayuri O., Mauro S.* // Journal of Electroanalytical Chemistry. 2022. V. 922. 116712.
2. *Bakos I., Paszternák A., Zitoun D.* // Electrochimica Acta. 2015. V. 176. P. 1074.

УДК [574.635:546.49](262.5.04)

РАСЧЁТ ПОТОКОВ БИОГЕОХИМИЧЕСКОГО САМООЧИЩЕНИЯ СЕВАСТОПОЛЬСКОЙ БУХТЫ ОТ РТУТИ[1]

Стецюк А.П.

ФГБУН ФИЦ ИнБЮМ,
Республика Крым 299011, г. Севастополь, пр. Нахимова, 2
e-mail: Alex-ra-777@mail.ru

Рассчитаны потоки биогеохимического самоочищения Севастопольской бухты от ртути в 2019-2021 гг. Выявлено, что наиболее уязвимой акваторией в отношение загрязнения ртутью является участок бухты от заградительных молов Севастопольской бухты до Инженерной и Аполлоновой бухт.

Fluxes of biogeochemical self-purification from mercury in 2019-2021 were calculated for Sevastopol Bay. The results indicate that the section of the bay stretching from barrage piers to Engineering and Apollo Bays is the most vulnerable to mercury pollution.

Севастопольская бухта относится к зонам повышенного риска за счёт ограниченного водообмена с внешней акваторией и антропогенного пресса. Важным индикатором загрязнения являются донные осадки, депонирующие ртуть. При максимальном насыщении ртутью донных осадков возможна иммобилизация ртути в водную среду вследствие её биогеохимического цикла, что может привести к риску для здоровья человека. Поэтому целью данной работы был расчёт потоков седиментационного депонирования ртути в донные осадки севастопольской бухты. В данном исследовании потоки рассчитывались с использованием данных по распределению концентрации ртути в верхнем слое профиля донных осадков [1; 2] и данным по геохронологии [3].

Седиментационный удельный поток ($П_{удHg}$, мкг·м$^{-2}$·год$^{-1}$) депонирования ртути в толщу донных осадков рассчитан по формуле [3]:

$$П_{удHg} = MAR \cdot C_{до}, \quad (1)$$

где MAR — абсолютная масса донных осадков (кг·м$^{-2}$год$^{-1}$); $C_{до}$ — концентрация ртути в верхнем слое донных отложений (мкг·кг$^{-1}$ сухой массы).

[1] Работа выполнена по теме государственного задания «Молисмологические и биогеохимические основы гомеостаза морских экосистем» (№ гос. регистрации 121031500515-8).

Расчёт абсолютного потока ртути произведён по ранее проведённому разделению акватории Севастопольской бухты на пять боксов по формуле [3, 4]:

$$П_{бHg} = П_{удHg} \cdot S_б, \quad (2)$$

где $S_б$ ($м^2$) — площадь акватории рассматриваемого бокса.

$П_{удHg}$ и $П_{бHg}$ были рассчитаны для шести станций отбора в Севастопольской бухте, две из которых расположены в первом боксе (акватория Константиновского Равелина и Павловского мыса). Согласно выполненным расчётам, более высокие значения $П_{бHg}$ соответствовали самому большому боксу Севастопольской бухты (№1) и приурочены к 2019-2020 годам.

Относительно низкие потоки, по сравнению с другими боксами, обнаружены в акватории Инкермана. Рассчитанный поток депонирования ртути в донные осадки «Инкерманского ковша», составил 0.6 кг·год$^{-1}$ в 2021 году [2]. Полученные данные хорошо согласуются с ранее проведёнными расчётами [3], когда поток ртути был минимальным в боксе №5, в акватории Инкермана, и составил 1.65 кг·год$^{-1}$ в 2001 г. Судя по полученным данным, в 2021 г. поток ртути в пятом боксе снизился на 63.64 % относительно 2001 г. По данным предыдущих исследований [3], потоки депонирования ртути убывают в ряду боксов по номерам: 1 > 2 > 3 > 4 > 5 (от заградительных молов Севастопольской бухты до акватории Инкермана). В 2019-2021 гг., потоки ртути имели аналогичное ранжирование и в сравнении с данными за 2001 г., потоки депонирования ртути в Севастопольской бухте заметно снизились.

Литература

1. *Стецюк А.П.* Использование антропогенного радионуклида ^{137}Cs для геохронологии распределения ртути в донных осадках севастопольских бухт // Изучение водных и наземных экосистем: история и современность : тез. докл. Междунар. науч. конф., посвящ. 150-летию Севастопольской биологической станции — Института биологии южных морей имени А. О. Ковалевского и 45-летию НИС «Профессор Водяницкий», 13–18 сентября 2021 г., Севастополь, Российская Федерация. Севастополь : ФИЦ ИнБЮМ, 2021. С. 556–557.

2. *Stetsiuk A.P.* Geochronology of mercury distribution in the bottom sediments of Inkerman Bay (Sevastopol Bay) // Limnology and Freshwater Biology. 2022. Vol. 5, no. 3 (SI:Mercury2022). P. 1259–1261. https://doi.org/10.31951/2658-3518-2022-A-3-1259.

3. *Егоров В.Н, Гулин С.Б., Малахова Л.В. и др.* Нормирование качества вод Севастопольской бухты по потокам депонирования загрязняющих веществ в донные отложения // Водные ресурсы. 2018. Т. 45, № 2. С. 188–195. https://doi.org/10.7868/S0321059618020086.

4. *Стокозов Н.А.* Морфометрические характеристики Севастопольской и Балаклавской бухт // Экологическая безопасность прибрежной и шельфовой зон и комплексное использование ресурсов шельфа. 2010. Вып. 23. С. 198–208.

УДК 543.05

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОТБОРА ПРОБЫ АЛЬВЕОЛЯРНОГО ВОЗДУХА ДЛЯ АНАЛИЗА АЦЕТОНА В ВЫДЫХАЕМОМ ВОЗДУХЕ

Платонов И.А., Платонов В.И., Колесниченко И.Н., Фурасьев И.С., Колесниченко Д.Л.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34.
e-mail: pia@ssau.ru

Было разработано и апробировано устройство для отбора пробы альвеолярного воздуха, содержащее нанесенный на инертный носитель селективный осушитель. Показано, что погрешность анализа за счет потери аналита при прохождении через осушитель не превышает аналогичных характеристик для систем без осушителя.

A device for sampling alviolar air has been developed and tested. The device contains a selective desiccant applied to an inert carrier. It is shown that the uncertainty of the analysis does not exceed similar characteristics for systems without a dryer.

Диагностика заболеваний на ранних стадиях и выявление факторов риска возникновения функциональных нарушений жизненно важных органов и систем является первостепенной задачей системы здравоохранения. В настоящее время особенно актуальны неинвазивные методы исследования, которые обеспечивают достоверность результатов при отсутствии необходимости сложного инвазивного отбора биологических материалов, облучения или проникновения во внутренние системы. Перспективным является анализ выдыхаемого воздуха (ВВ) человека, содержащиеся в нем летучие соединения (ЛС) несут информацию о метаболических и биофизических процессах, происходящих в организме человека. Диагностически значимыми являются в настоящее время порядка двадцати биомаркеров, содержание которых коррелирует с клиническими проявлениями заболевания: водород, окись углерода, окись азота, сероводород, аммиак, метан, этан, пентан, изопрен, ацетон и другие.

Основной проблемой при анализе ВВ является низкий уровень обнаружения биомаркеров. В мировой практике для этого используют преимущественно высокочувствительные и селективные аналитические приборы, методы концентрирования и сложную систему пробоотбора [1, 2]. Недостатком такого подхода является высокая себестоимость анализа, что ограничивает доступность его широкому кругу пациентов, и сложность представительного отбора пробы, поскольку для количественного анализа необходима проба альвеолярного воздуха, который составляет 150-200 мл. Чаще всего для этих целей используют

мешки из инертных материалов с двумя клапанами, с последующим концентрированием пробы. При этом отбор пробы осложнен наличием паров воды в ВВ, потерями аналита, при конденсации на стеках пробоотборных устройств и возможностью загрязнения пробы ВВ из других отделов дыхательных путей. Перспективным решением данной проблемы является разработка индивидуальных пробоотборных устройств, которые будут предотвращать попадание паров воды в систему анализа и конденсации влаги на стенках пробоотборного устройства.

Целью работы являлась разработка устройства для отбора пробы альвеолярного воздуха для анализа ацетона в ВВ при диагностике диабета.

Было разработано и апробировано термостатируемое устройство для отбора пробы альвеолярного воздуха, принцип работы которого аналогичен трубке Холдейна, содержащей селективный осушитель для улавливания паров воды. В качестве осушителя был выбран фторид калия [3], нанесенный на инертный носитель. Для количественного анализа использовали портативный газовый хроматограф «ПИА». С использованием модельных смесей с известным содержанием ацетона в диапазоне от 0,9 ppm до 2 ppm, соответствующих уровню нормы для здорового человека и показателю наличия заболевания, показано, что погрешность анализа за счет потери аналита при прохождении через осушитель не превышает аналогичных характеристик для систем без осушителя, а при использовании для отбора пробы мешков «Tedlar» суммарная погрешность анализа составила 30-50%, при этом имеет место конденсация паров воды на стенках мешка и адсорбция аналита. Поскольку диагностический интервал здоровый пациент-наличие заболевания составляет всего 1 ppm, то очевидно преимущество разработанного устройства для применения в клинических испытаниях.

Литература

1. *Sagnik, D.* Non-Invasive Monitoring of Human Health by Exhaled Breath Analysis: A Comprehensive Review [Текст] / D. Sagnik, P. Mrinal P // Journal of The Electrochemical Society. – 2020. – V. 167: 037562.

2. *Платонов, И.А.* Мобильный диагностический комплекс для экспрессного количественного определения ацетона в выдыхаемом воздухе / И. А. Платонов, И. Н. Колесниченко, Л. В. Павлова [и др.] // Сорбционные и хроматографические процессы. – 2022. – Т. 22, № 4. – С. 365-376.

3. *Родинков, О. В.* Повышение эффективности адсорбционного концентрирования полярных органических веществ при анализе влажного воздуха [Текст] / О. В. Родинков, Г. А. Журавлева // Вестник Санкт-Петербургского университета. Физика и химия. – 2011. – № 4. – С. 93-96.

УДК 544.723:544.58

КОМПЛЕКСНОЕ СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ ИЗ МОРСКОЙ ВОДЫ [1]

Бежин Н.А. [1,2], **Шибецкая Ю.Г.** [1], **Разина В.А.** [1], **Козловская О.Н.** [1,2], **Милютин В.В.** [3], **Тананаев И.Г.** [1,3]

[1] СевГУ, Россия 299033, г. Севастополь, ул. Университетская, 33;
[2] МГИ, Россия 299011, г. Севастополь, ул. Капитанская, 2;
[3] ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4
e-mail: nickbezhin@yandex.ru

Выполнена разработка методики комплексного концентрирования широкого спектра радионуклидов из морской воды с использованием наиболее эффективных сорбентов.

A method for complex concentration of a wide range of radionuclides from seawater using the most effective sorbents has been developed.

Широкое распространение в морской радиохимии получили сорбционные методы. При этом поиск эффективных сорбентов, определение степени извлечения радионуклидов или параметров процесса количественного извлечения радионуклидов из морской воды продолжается. Разработки в данной области проводят десятки исследователей, в тоже время необходимо отметить отсутствие единой методологии с учетом специфики использования сорбентов, имеющих различное строение, а также фрагментарность многих исследований, не охватывающих всю специфику изучения процесса сорбции – от разработки сорбентов, изучения их характеристик до их практического применения.

Поэтому нами были проведены исследования различных коммерчески доступных сорбентов и сорбентов собственного производства для концентрирования космогенных (^{7}Be, ^{32}P, ^{33}P), природных (^{210}Pb, ^{210}Po, ^{226}Ra, ^{228}Ra и ^{234}Th) и техногенных (^{137}Cs, ^{90}Sr) радионуклидов из морской воды. Выполнено определение коэффициентов распределения, ДОЕ и ПДОЕ, построены выходные кривые сорбции, проведено исследований физико-химических закономерностей (изотерма и кинетика) сорбции, выполнен выбор наиболее эффективных сорбентов и параметров процесса извлечения.

На основании полученных данных была проведена оценка эффективности извлечения радионуклидов из морской воды и разработана методика комплексного концентрирования широкого спектра радионуклидов с использованием сорбентов, показавших наилучшие параметры извлечения.

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Севастопольского государственного университета, проект № 42-01-09/253/2023-2

УДК 544.723:544.58

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА ВОЛОКНИСТЫХ ФЕРРОЦИАНИДНЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ 137Cs [1]

Шибецкая Ю.Г. [1], **Разина В.А.** [1], **Бежин Н.А.** [1], **Милютин В.В.** [2], **Тананаев И.Г.** [1,2]

[1] СевГУ, Россия 299033, г. Севастополь, ул. Университетская, 33;
[2] ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4
e-mail: iuliia.shibetskaia@gmail.com

На основе волокнистых сорбентов, модифицированных диоксидом марганца или гидроксидом железа(III), получены и исследованы сорбенты для извлечения ^{137}Cs из природных и технологических сред.

Based on fibrous sorbents modified with manganese dioxide or iron(III) hydroxide, sorbents for the ^{137}Cs recovery from natural and technological media have been obtained and studied.

Волокнистые композитные сорбенты, импрегнированные ферроцианидами переходных металлов, благодаря развитой удельной поверхности могут обеспечивать высокую скорость ионообменного процесса, что приводит к более полному извлечению ^{137}Cs, поэтому данный тип материалов может считаться наиболее перспективным. К сожалению, волокнистые сорбенты на текущий момент представлены лишь экспериментальными образцами и недоступны для использования ввиду отсутствия их налаженного промышленного выпуска.

Нами на основе полученных ранее волокнистых сорбентов, модифицированных диоксидом марганца (ПАН-MnO_2) и гидроксидом железа(III) (ПАН-$Fe(OH)_3$), путем пропитки раствором ферроцианида калия с последующей обработкой солями переходных металлов получен ряд сорбентов для извлечения ^{137}Cs из природных и технологических сред. Определены оптимальные компоненты и условия синтеза данных сорбентов.

Проведены испытания по изучению ^{137}Cs полученными сорбентами из модельных растворов ^{137}Cs с pH = 6 и концентрацией $NaNO_3$ 0,1 и 1 моль/л, а также из морской воды. Установлено, что во всех изученных средах наиболее высокими сорбционными характеристиками по отношению к ^{137}Cs среди полученных волокнистых ферроцианидных сорбентов обладает образец на основе ПАН-$Fe(OH)_3$, ферроцианида калия и хлорида кобальта. Он не уступают лучшим промышленным ферроцианидным сорбентам.

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Севастопольского государственного университета, проект № 42-01-09/253/2023-2.

УДК 544.543

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИРАЛЬНОЙ СПОСОБНОСТИ ЦЕОЛИТОПОДОБНОГО МАТЕРИАЛА $LiCu_2[BP_2O_8(OH)_2]$ [1]

Утеева Ж.Д., Мансурова Э. Р., Гуськов В.Ю.

УУНИТ, Республика Башкортостан, 450076, г. Уфа, ул. Заки Валиди 32.,
e-mail: uteeva_zhanna@mail.ru

На сегодняшний представляет большой интерес разработать универсальную методику разделения оптически активных веществ. В данной работе изучены способность хирального распознавания цеолитоподобного материала на основе борофосфата лития.

Today it is of great interest to develop a universal method for separating optically active substances. In this work, the ability of chiral recognition of a zeolite-like material based on lithium borophosphate was studied.

Все живое на планете состоит из хиральных молекул аминокислот и сахаров. В связи с этим организм человека положительно восприимчив только к одной форме оптических изомеров лекарственных препаратов, в то время как другая форма может оказывать негативное влияние на здоровье человека. Несмотря на это большинство лекарственных препаратов выпускаются в виде рацемических смесей, так как разделение таких смесей является трудоемким процессом.

Существует большой ряд хиральных неподвижных фаз, которые способны разделять рацемические смеси, но процесс разделения на большинстве таких фаз основан на молекулярном строении, что затрудняет использовать такие фазы для разделения оптических изомеров в больших концентрациях. В связи с этим большой интерес имеет использование хиральных неподвижных фаз, структура которых имеет надмолекулярное строение. К таким структурам можно отнести энантиоморфные кристаллы, например, металлорганические каркасы и цеолитоподобные материалы. Последние отличаются упорядоченным поровым пространством с высокой удельной поверхностью, их синтез прост при невысокой стоимости исходных веществ.

В статье [1] представлен цеолитоподобный материал $LiCu_2[BP_2O_8(OH)_2]$. Он получен из ахиральных веществ, но при этом его структура обладает надмолекулярной хиральностью. Последняя возникает спонтанно, предположительно по механизму созревания Виедмы. Синтезированный материал имеет хиральную пространственную группу симметрии $P2_12_12_1$. Размер пор хиральной структуры составляет 16 Å. Нами ранее была изучена способность данного цеолита к хиральному

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Фонда, проект № 23-73-00119.

распознаванию энантиомеров пинена. Результаты показали, что данный цеолитоподобный материал способен распознавать оптически активные вещества. Размер молекулы пинена и лимонена отличаются, поэтому представляет интерес также исследовать адсорбционную способность $LiCu_2[BP_2O_8(OH)_2]$ к энантиомерам лимонена. Для этого строились изотермы адсорбции при различных температурах. Изотермы адсорбции измерялись в динамических условиях методом обращённой газовой хроматографии при конечной концентрации.

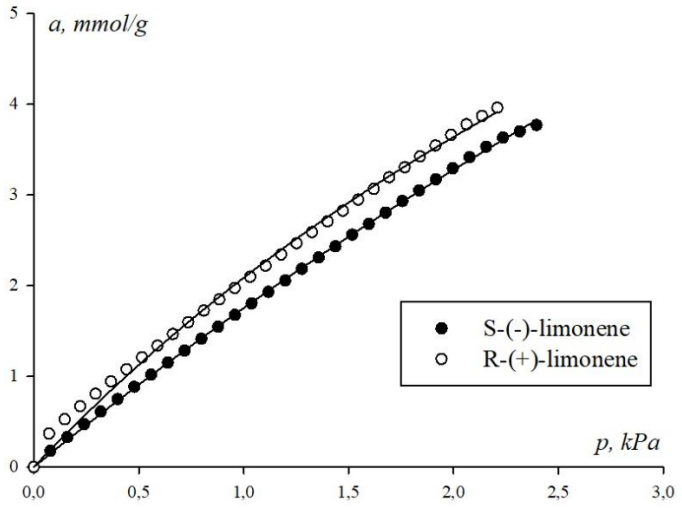


Рис. 1. Изотерма адсорбции энантиомеров лимонена при 130^0C

На рисунке представлена изотерма адсорбции S-(-)лимонена и R-(+)лимонена при 130 °C. Как видно из рисунка изотермы адсорбции для двух энантиомеров различаются. Коэффициент селективность составил 1.15. При всех температурах лучше адсорбировался R-(+)лимонен. Различие изотерм подтверждалось статистическим анализом значений адсорбции с помощью t-критерия. Значение коэффициента селективности при повышении температуры снижалось. Изотермы адсорбции можно отнести к I типу по БЭТ, что позволило рассчитать емкость монослоя. Это значение составляет 18 мкмоль/г для R-(+)лимонена и 27 мкмоль/г для S-(-)лимонена.

Таким образом, нами была создана хиральная неподвижная фаза на основе цеолитоподбного вещества, способная к хиральному распознаванию.

Литература:

1. *MiaoYang, XinjieLi, Jihong Yu, JingranZhu, XiaoxiaLiu, GenfuChene and Yan Yanc.* Dalton Trans., 2013, Т. 42, С. 6298–6301.

УДК 543.544

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ХИРАЛЬНОГО РАСПОЗНАВАНИЯ НА МИКРОПОРИСТОМ MOF НА ОСНОВЕ МЕДИ И ГИДРАТА 3-АМИНО-1Н-1,2,4-ТРИАЗОЛ-5-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ [1]

Шарафутдинова Ю.Ф., Баландина К.С., Суфиярова К.М., Акушев А.Г., Гуськов В.Ю.

УУНиТ, Россия 450076, г. Уфа, ул. З. Валиди, д. 32
e-mail: ms.shaihitdinova94@gmail.com

В работе образец изучена способность к хиральному распознаванию MOF, полученного из ахиральных источников. В своей структуре он имеет правостороннюю одноцепочечную спиральную нанотрубку размером 14 Å и левостороннюю – 4,9 Å. Изучена адсорбция лимоненов, способных адсорбироваться только в одном типе нанотрубок.

In the work, the ability to chiral recognition of MOF obtained from achiral sources was studied. In its structure, it has a right–sided single-stranded spiral nanotube measuring 14 Å and a left-sided one measuring 4.9 Å. The adsorption of limonenes capable of being adsorbed in only one type of nanotubes has been studied.

Оптически активные вещества проявляют разную биологическую активность. Если один энантиомер оказывает лечебный эффект, то второй может вызывать негативное воздействие на организм. Однако проблема выделения оптически чистых веществ их рацемических смесей до конца не решена. Вследствие этого разработка новых хиральных неподвижных остается актуальной задачей в химии.

Существующие на сегодня хиральные неподвижные фазы основываются на молекулярном механизме хирального распознавания по Даванкову. На таких фазах распознавание происходит за счет трехточечного взаимодействия хирального селектора с энантиомером. Такие неподвижные фазы обладают низкой селективностью и низкими рабочими концентрациями, поэтому их применение в препаративной хроматографии ограничено.

Однако хиральность не ограничивается молекулярном уровнем, она существует и на надмолекулярном уровне. Ранее было установлено, что гомохиральные энантиоморфные кристаллы, полученные в режиме созревания Виедмы способны к хиральному распознаванию и разделению. Они показали разделение в области высоких концентраций. Но такие неподвижные фазы обладают низкой удельной поверхностью.

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 19-73-10079.

Поэтому представляет интерес переход к поверхностям, способным образовывать надмолекулярные хиральньные структуры с большой удельной площадью.

Недавно был синтезирован хиральный MOF из ахиральных соединений. Хиральность возникает за счет того, что правые поры имеют размер 14 Å, а левые – 4.9Å, левые поры малы, и молекулы органических веществ неспособны проникнуть в такие поры.

В работе синтезирован и изучен MOF $[Cu_{12}^{I}(trz)_8\}\cdot 4Cl\cdot 8H_2O]_n$. Способность к хиральному распознаванию изучалась методом газовой хроматографии. В качестве тест-сорбатов были использованы энантиомеры лимонена. Показано, что неподвижная фаза способна к хиральному распознаванию энантиомеров лимонена. Наибольшая селективность достигала значения 1.42 при 150 ˚C. Различие подтверждалось статистическим анализом значений адсорбции методом t-критерия. Изотермы аппроксимировались уравнением Дубина-Радушкевича, которое применяется для описания микропористых сорбентов. Однако неподвижная фаза была нестабильна: со временем селективность падала до 1.1, затем селективность исчезла. Такое поведение может быть связано либо с нестабильностью хиральных пор, либо с тем, что энантиомеры лимонена, проникнув глубоко в поры сорбента не могут десорбироваться в режиме газовой хроматографии.

Для того чтобы выяснить причину потери энантиоселективности в процессе измерения изотерм адсорбции, был выполнен эксперимент по элюированию растворителем порошка MOFa после получения изотерм. При десорбции энантиомеров лимонена с поверхности сорбента, были обнаружены пики лимонена. Наличие адсорбированного лимонена подтверждает предположение, что снижение энантиоселективности вызвано необратимой в условиях газовой хроматографии адсорбцией лимонена в порах.

Показано, что изучаемый MOF проявляет энантиоселективность по отношению к энантиомерам лимонена. Энантиомеры лимонена взаимодействовали только с одной из пор, отсутствие адсорбции в другой нанотрубке обеспечило хиральное распознавание. Можно сформулировать следующий механизм адсорбции энантиомеров лимонена на изучаемом образце MOFa. При изучаемых температурах часть молекул энантиомеров необратимо адсорбировалась в поровом пространстве MOFa. Наличие адсорбированных в порах молекул привело к снижению энантиоселективности. После необратимой адсорбции в порах, хиральное распознавание происходило либо на поверхности частицы MOFa, либо в нанотрубке вблизи от поверхности. После измерения изотерм установлено наличие необратимо адсорбированных в нанотрубках молекул лимоненов.

Таким образом, была создана хиральная неподвижная фаза на основе меди, которая показала способность к хиральному распознаванию.

УДК 544.478.1

КАТАЛИТИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК, МОДИФИЦИРОВАННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ МЕТАЛЛАМИ В ORR [1]

Виноградов К.Ю., Давыдов В.М., Шафигулин Р.В., Буланова А.В.

ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» (Самарский университет), Россия 443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34,
e-mail: winyur@yandex.ru

Синтезированы и исследованы катализаторы реакции восстановления кислорода (ORR) на основе углеродных нанотрубок, допированных фталоцианинами металлов и модифицированных серебром и палладием. Полученные материалы охарактеризованы SEM, спектроскопией комбинационного рассеяния и вольтамперометрией.

Oxygen reduction reaction (ORR) catalysts based on carbon nanotubes doped with metal phthalocyanines and modified with silver and palladium were synthesized and studied. The resulting materials were characterized by SEM, Raman spectroscopy and voltammetry.

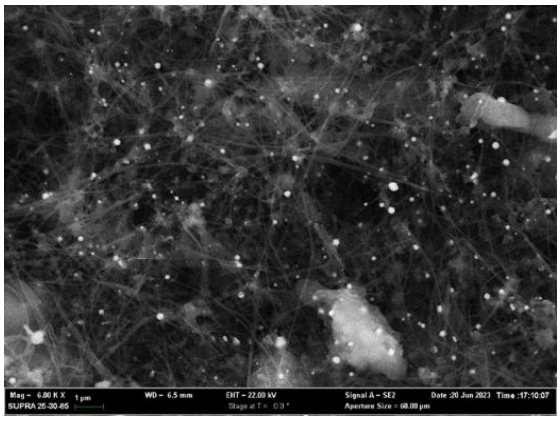


Рис. 1. СЭМ-фотографии MWCNT_CuPc_NiPc

Для получения электроэнергии как для бытовых, так и для промышленных нужд, в последнее время используются экологически безопасные методы, в частности, использование электрохимических процессов, протекающих в топливных элементах (ТЭ). Как показала практика, ТЭ имеют ряд преимуществ по сравнению с другими источниками тока: они высокоэффективны, надежны, экологичны и бесшумны. Однако у современных ТЭ есть и серьезный минус – они дорогостоящие, так как в них используется платиновый катализатор ORR. В настоящее время учеными ведется поиск неплатиновых катализаторов ORR [1, 2]. Наиболее перспективными материалами для катализаторов являются углеродные носители, допированные азотом и модифицированные металлами. Целью настоящего исследования являлось исследование каталитических характеристик многостенных углеродных нанотрубок (MWCNT), допированных фталоцианинами меди, никеля и кобальта и модифицированных нитратом серебра и хлоридом палладия

[1] Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-73-00063, https://rscf.ru/project/23-73-00063/

(MWCNT_CuPc_NiPc, MWCNT_CoPc_NiPc, MWCNT_CoPc_CuPc, MWCNT_CoPc_CuPc_Pd, MWCNT_CoPc_Ag, MWCNT_CuPc_Ag и MWCNT_NiPc_Ag).

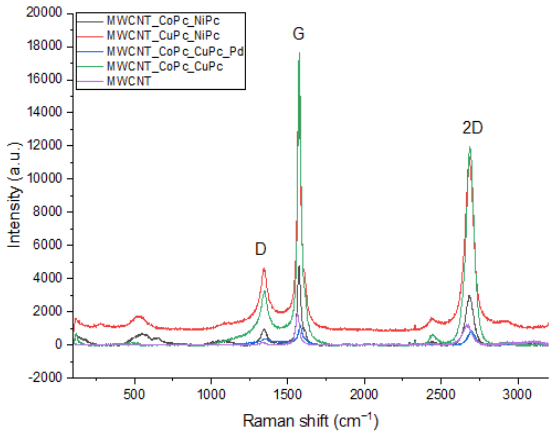


Рис. 2. КР-спектры для ряда синтезированных электрокатализаторов

По SEM-фотографиям (Рис. 1) можно сделать вывод об образовании сферических наночастиц металлов модификатора диаметром 100-200 нм, расположенных на переплетённых УНТ.

Спектры комбинационного рассеяния (Рис. 2) синтезированных катализаторов содержат характерные для углеродных материалов с графитоподобной структурой пики G, D и 2D. Уменьшение соотношения интенсивностей пиков I_G/I_D говорит о снижении упорядоченности синтезированных катализаторов по сравнени с исходными УНТ.

Реакцию электровосстановления кислорода на синтезированных материалах изучали методом вольтамперометрии в линейном режиме на вращающемся дисковом электроде в щелочной среде (Рис. 3). В качестве электрода сравнения использовался оксидно-ртутный электрод.

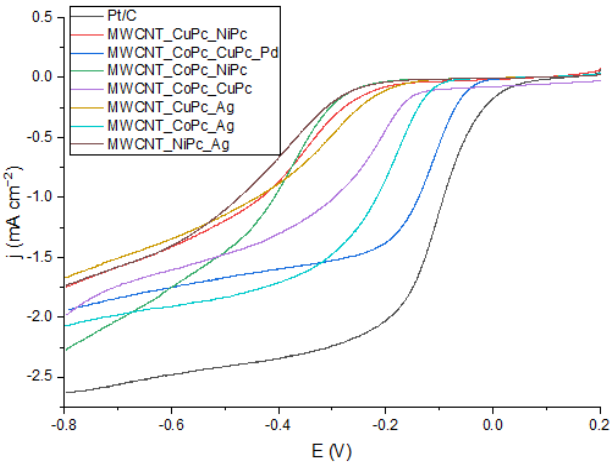


Рис. 3. ЛВА для синтезированных электрокатализаторов в насыщенном кислородом 0,1 н KOH: 1000 об/мин, 5мВ/с

Наилучшие характеристики показал катализатор MWCNT_CoPc_CuPc_Pd, потенциал полуволны которого ($E_{1/2}$=−0,12 В) наиболее приближен к коммерческому платиновому катализатору ($E_{1/2}$=−0,10). Среди катализаторов, не содержащих металлы платиновой группы, наибольшая активность наблюдалась на катализаторе MWCNT_CoPc_Ag ($E_{1/2}$=−0,20 В).

Литература

1. *Wang J.* et al. Design of N-coordinated dual-metal sites: a stable and active Pt-free catalyst for acidic oxygen reduction reaction //Journal of the American Chemical Society. – 2017. – Т. 139. – №. 48. – С. 17281-17284.
2. *Jiang Y.* et al. Enhanced catalytic performance of Pt-free iron phthalocyanine by graphene support for efficient oxygen reduction reaction //Acs Catalysis. – 2013. – Т. 3. – №. 6. – С. 1263-1271.

УДК 543.552.054.1

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВЕ И ОВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

Егорова И.В. [1], **Панова Л.П.** [1], **Родионова Н.А.** [1], **Ромашкина А.А.** [1]

[1] *ФГБОУ ВО «Благовещенский государственный педагогический университет», Россия 675000, г. Благовещенск, ул. Ленина, д. 104;*
e-mail: bgpu.chim.egorova@mail.ru

Вольтамперометрическим методом определено содержание тяжелых металлов в почве и овощах, выращенных в Амурской области. Содержание в почве цинка, кадмия, свинца и меди не превышает фоновые концентрации и ОДК. Овощная продукция не накапливает цинк, кадмий и свинец.

The voltammetric method was used to determine the content of heavy metals in soil and vegetables grown in the Amur region. The content of zinc, cadmium, lead, and copper in the soil does not exceed background and approximately permissible concentrations. Vegetable products do not accumulate zinc, cadmium and lead.

Сельскохозяйственная продукция, выращенная на фермерских полях, подвергается различным негативным воздействиям, таким как внесение удобрений, гербицидов и других средств химизации. Известно, что применение удобрений ведет к увеличению содержания тяжелых металлов (ТМ) в почве.

Важным индикатором экологического состояния является коэффициент биологического поглощения (КБП), который определяет способность биологических организмов поглощать и накапливать ТМ из окружающей среды.

Цель данной работы определение содержания тяжелых металлов в системе почва – растение.

Объектами исследования являются почвы земель сельхозугодий Амурской области и овощная продукция, выращенная на данных землях.

Отбор и анализ проб проводили согласно ГОСТ 17.4.4.02-2017, ГОСТ 34668-2020, МУ 08-47/203, ГОСТ 33824-2016 в течение 2020-2023 годов. Исследования проводили в аналитической лаборатории Благовещенского государственного педагогического университета с использованием прибора СТА-1.

Результаты анализов приведены таблицах 1, 2.

Таблица 1. Содержание тяжелых металлов в образцах почвы и овощах

Объект	Концентрация ТМ, мг/кг (P = 0,95)			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Почва	4.17 ± 0.81	1.4 ± 0.3	1.19 ± 0.23	0.48 ± 0.22
ОДК	220	2.0	130	132

Согласно полученным данным содержание ТМ в почве не превышает фоновые концентрации и ОДК, содержание в почве кадмия близко к предельному значению [1, 2].

Анализ данных таблиц 1, 2 и значения КБП (< 1, таблица 3) позволяют сделать вывод, что овощная продукция не накапливает цинк, кадмий и свинец. Содержание меди в почве не превышает ОДК, однако высокое значение КБП свидетельствует об активном ее поглощении и накоплении.

Таблица 2. Содержание тяжелых металлов в овощах

Объект	Концентрация ТМ, мг/кг (P = 0,95)			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Лук батун «Нежность»	1.0 ± 0.2	**0.031 ± 0.006**	**0.45 ± 0.09**	1.6 ± 0.3
Морковь «Лосино-островская»	0.62 ± 0.12	**0.028 ± 0.006**	0.38 ± 0.08	1.23 ± 0.26
Свекла «Египетская плоская»	0.61 ± 0.14	**0.028 ± 0.006**	0.25 ± 0.05	1.1 ± 0.2
Картофель «Адретта»	0.57 ± 0.11	0.015 ± 0.008	**0.43 ± 0.08**	2.3 ± 0.4
Томаты «Новичок»	0.25 ± 0.05	**0.034 ± 0.006**	0.073 ± 0.015	1.9 ± 0.3
ПДК	10.0	0.03	0.5	5.0

По величине валового накопления в овощной продукции ТМ располагаются в следующий ряд: Cu > Pb > Zn > Cd.

Таблица 3. Значение коэффициента биологического поглощения анализируемых овощей

Объект	КБП			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Лук батун «Нежность»	0.21	0.022	0.38	3.3
Морковь «Лосиноостровская»	0.15	0.020	0.32	2.6
Свекла «Египетская плоская»	0.15	0.020	0.21	2.3
Картофель «Адретта»	0.14	0.011	0.36	4.8
Томаты «Новичок»	0.06	0.024	0.06	4.0

Транслокация ТМ в растениях – сложный процесс, на который влияет ряд факторов: почвенно-климатические условия, свойства загрязняющих веществ, вид и возраст растений.

Литература

1. Ориентировочно допустимые концентрации (ОДК) химических веществ в почве: Гигиенические нормативы. – Москва: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.

2. *Бородина Н.А.* // Международный журнал гуманитарных и строительных наук. 2022. Биологические науки. № 1-1. С. 6.

УДК 539.199

MICRO-THERMAL FIELD-FLOW FRACTIONATION [1]

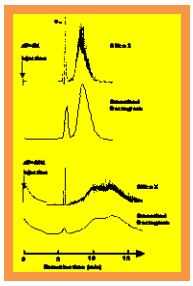
Irina A. Ananieva[1] and Josef Janča [2]

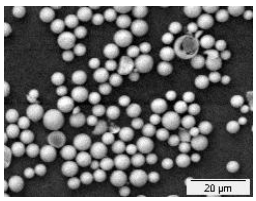
[1] Lomonosov Moscow State University, Chemistry Department, Moscow, Russian Federation;
[2] Watrex Praha, s.r.o., Prague, Czech Republic
e-mail: josef.janca@seznam.cz

This contribution is a short overview of the principles, instrumentation, and applications in the analysis of macromolecules, bio-macromolecules, colloidal particles and particles of the biological origin by Micro-Thermal Field-Flow Fractionation.

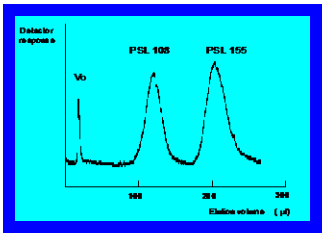
Thermal Field-Flow Fractionation (TFFF) is the oldest of all FFF methods. Its universal applicability for the analysis of various polymers and colloidal particles was demonstrated several times. The miniaturization of the TFFF channel resulted in reduced carrier liquid and energy consumption, and in an extended range of the operational parameters which can be utilized. The main separation mechanisms are polarization, steric and focusing.

Practical use of polarization Micro-TFFF was demonstrated by testing the "homogeneity" of the chromatographic beads [1]. In this case, it was necessary to convince the producer of the beads that Micro-TFFF provided correct results. It was done by simultaneous analysis of the samples by Scanning Electron Microscopy.





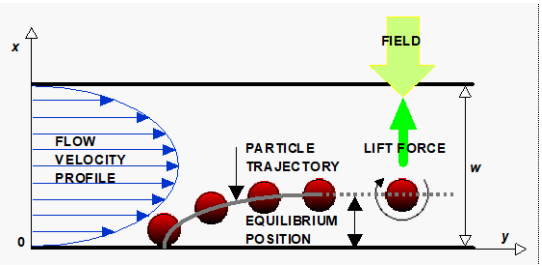
Very interesting high resolution separation of two, 108 and 155 nm, particles was achieved by Micro-TFFF with dominating polarization mechanism [2]. No of the known separation or other analytical methods is competitive.



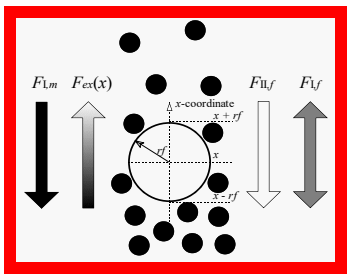
[1] This contribution is aimed to commemorate the 120th anniversary of the invention of chromatography by M. S. Cvet but also a long-lasting collaboration of the scientist in the field of analytical separation methods from Russia, France, and Czechia.

Two mechanisms enabling to separate the macromolecular and particulate species by Focusing Micro-TFFF are described. One exploits the action of the lift force and the other one makes use of the kinetic energy generated by the collisions among the particles in bi-disperse suspension of the particulate species.

Lift force that produces the focusing mechanism is due to the rotation of the focused species in parabolic flow velocity profile formed in separation channel. Spherical particle exposed to the velocity gradient is pushed to the central axis of the channel. The counteracting field generates the focusing of the particle between the lower wall and the central axis of the channel.



Kinetic mechanism of the focusing is based on the formation of the concentration gradient of small particles under the effect of the force of primary field. The gradient of the pressure acts on the larger particles by the expelling force in the direction across the channel. The force of the primary or secondary field counteracts the expelling force and generates the focusing of larger particles.



High-Speed Focusing Micro-TFFF was used for the separations of sub-micrometer and micrometer-sized particles (D_p>300 nm) of various origins with high resolution [3]. Comparison of Transmission Electron Microscopy, Quasi-Elastic Light Scattering, Hydrodynamic Chromatography, and Micro-TFFF, applied to the determination of the particle size distribution, demonstrated specific performances of these methods [4].

The chemical nature of the surface of the particles and the shape of the spherical versus non-spherical particles distinguish their behaviors when exposed to thermal diffusion and to the hydrodynamic stress. Focusing Micro-TFFF is promising method, especially when applied to the separation and analysis of the biological species. Mild operational conditions of Focusing Micro-TFFF permit to perform the required separations without denaturation of the biological cells and other fragile species.

REFERENCES

1. Ananieva, I. A.; Minárik, M.; Boutin, R.; Shpigun, O. A.; Janča, J. *J. Liq. Chromatogr. & Related Technologies*, **2004**, 27, 2313.
2. Janča, J.; Ananieva, I. A.; Sobota, J.; Dupák, J. *Int. J. Polym. Anal. Charact.* **2008**, 13, 232.
3. Ananieva, I.A.; Menshikova, A. Yu.; Evseeva, T. G.; Janča, J. *Coll. Czech. Chem. Commun.*. **2004**, 69, 322.
4. Janča, J.; Ananieva, I. A.; Menshikova, A. Yu.; Evseeva, T. G.; Dupák, J. *J. Chromatogr. A*, **2004**, 1046, 167.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

УДК 544.431.2

РЕАКЦИОННАЯ СПОСОБНОСТЬ ФОРМИЛХЛОРИДА В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Терентьев А.В., Варфоломеева В.В.

Самарский университет, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34
e-mail: varf2@ssau.ru

Показаны возможные реакционные пути разложения формилхлорида HCOCl в открытой и закрытой системах и дана оценка вероятности реализации процесса. Методом B3LYP/aug-cc-pVDZ рассчитаны структурно-энергетические характеристики участников реакции и свободные энергии активации ΔG≠.
Possible reaction paths for the decomposition of formyl chloride HCOCl in open and closed systems are shown and the probability of the process occurring is assessed. Using the B3LYP/aug-cc-pVDZ method, the structural and energetic characteristics of the reaction participants and the free energies of activation ΔG≠ were calculated.

Для очистки почв и грунтов от хлорорганики разработан метод сверхвысокочастотного нагрева [1]. Эта технология предназначена для обезвреживания небольших по объёму загрязнённых грунтов. При обработке загрязнённого грунта неоновыми лампами происходит фотоокисление хлорорганики до HCl, CO2, H2O, и при этом возможно образование HCOCl. Поэтому эффективность метода удовлетворительна для невысоких содержаний хлорированных углеводородов в почве [2].

Имея это в виду, в работе рассмотрены возможные реакции с участием HCOCl. Известно, что простейший ацилхлорид реагирует на воздухе гораздо быстрее других ацилхлоридов. Осуществляется мономолекулярный распад до CO и HCl, причина которого фотолиз. Энергетический барьер реакции 136 кДж/моль преодолевается за счёт энергии УФ лучей. Другие молекулы для реакции не нужны. Относительно других ацилхлоридов у HCOCl переходное состояние отличается единственным атомом водорода, включённым в пятичленный цикл. Это определяет его возможность взаимодействия с H2O. Исследовательский интерес связан с установлением роли молекул H2O в инициировании реакции и оценкой вероятности реализации процесса. В газовой фазе бимолекулярные реакции с молекулами H2O преодолевают барьер до 93 кДж/моль. Реакция возможна при нормальных условиях даже в отсутствии УФ. Также обсуждается возможность взаимодействия HCOCl с HCl.

Литература

1. Watson I. A., Yon A., Oon S. W. et al. // The Review of Laser Engineering, 1996, v. 24, p. 165-173.
2. Гончаров Л. В., Баранова В. И., Егоров Ю. М. и др. // Труды Международной конференции "Эволюция инженерных условий Земли" / Под ред. В. Г. Трофимова, В. А. Королева. – М.: МГУ, 1997, с. 126.

УДК 543.422.3

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСТАНТ ПРОТОЛИЗА АЗОКРАСИТЕЛЕЙ

Хальзова С.А.[1], Зяблов А.Н.[2]

[1] МУП «Очистные сооружения» Борисоглебского городского округа, 397166, г. Борисоглебск, Воронежская область, ул.Привольная, 2;
[2] ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет», 394018, г. Воронеж;Университетская пл., 1; e-mail: ahalzov@mail.ru

Спектрофотометрически определены константы протолиза функциональных групп азокрасителей. Установлено, что при pH < 7 происходит протонирование атома азота азогрупп красителей. В зависимости от pH азокрасители находятся в водном растворе в виде 1 – 4-х зарядных анионов.

The protolysis constants of the functional groups of azo dyes were determined spectrophotometrically. It was found that at pH < 7, the nitrogen atom of the azogroups of the dyes is protonated. Depending on the pH, azo dyes are found in an aqueous solution in the form of 1 – 4 charged anions.

Азокрасители широко применяются в пищевой промышленности, поэтому при определении содержания пищевых красителей в продуктах питания необходимо определить значения pK протолиза, которые используются в различных химических и биохимических исследованиях. В литературе отсутствуют данные по величинам констант протолиза многих синтетических азокрасителей, поэтому их определение является актуальной задачей. Азокрасители имеют азогруппы (– N = N –), которые относятся к хромофорным функциональным группам, поэтому для определения pK протолиза можно использовать спектрофотометрический метод [1, 2].

Целью работы было определение констант протолиза функциональных групп азокрасителей спектрофотометрическим методом.

В работе использовали красители: тартразин Е102, желтый «солнечный закат» Е110, азорубин Е122, амарант Е123, понсо 4R Е124. Для определения спектральных характеристик использовали спектрофотометр «ПЭ-5300В» (г. Санкт-Петербург). Спектрофотометрический анализ водных растворов красителя показал, что при pH < 7 происходит протонирование атома азота азогрупп красителей Е102, Е110, Е122, Е123, Е124, которое практически не влияет на хромофорные свойства светопоглощающих частиц [3, 4]. Ионизация, в результате которой усиливаются донорные свойства электронодонорных заместителей, приводит к смещению полосы поглощения в сторону более коротких волн (гипсохромный сдвиг). Азокрасители в слабощелочной

среде переходят в хинонгидразонную форму. В интервале pH 8,5 – 12 наблюдается переход одной ионной формы в другую. Так, в результате протолиза функциональных групп, молекула красителя Е102 может существовать в четырех равновесных ионных формах, Е110 – в трех ионных формах, а красители Е123 и Е124 – в двух ионных формах.

Экспериментально установлены значения λ_{max} и коэффициент молярного поглощения (ε) синтетических красителей при разных условиях и математически рассчитаны константы протолиза азокрасителей: Е102 (2,42; 4,42; 10,12), Е110 (2,90; 10,60), Е122 (3,88; 8,33), Е123 (11,01), Е124 (12,16). На основании полученных pK построены диаграммы распределения ионных форм красителей. В зависимости от pH азокрасители находятся в водном растворе в виде 1 – 4-х зарядных анионов (H_2R^-; HR^{2-}, R^{3-}, R^{4-}) [5].

На основании проведенного исследования можно сделать вывод, что спектрофотометрия является подходящим методом для определения констант протолиза функциональных групп синтетических красителей.

Литература

1. *Альберт А.* Константы ионизации кислот и оснований. Москва: Химия, 1964.
2. *Зяблов А.Н.* Основы аналитической химии. Практикум. Воронеж: ИПЦ «Научная книга», 2019.
3. *Зяблов А.Н., Хальзова С.А., Селеменев В.Ф.* Сорбция красных пищевых красителей полимерами с молекулярными отпечатками // Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и химическая технология. 2017. Т. 60. № 7. С. 42-47.
4. *Свердлова О.В.* Электронные спектры в органической химии. Ленинград: Химия,1985.
5. *Хальзова С.А., Зяблов А.Н., Дуванова О.В., Селеменев В.Ф., Козлов А.Т.* Сорбция синтетических красителей полимерами с молекулярными отпечатками // Сорбционные и хроматографические процессы. 2017. Т. 17. № 1. С. 156-160.

31

УДК 54.062, 547.327, 547.476.3, 661.746.3, 663.269

О ПРОБЛЕМЕ ТИТРОВАНИЯ НЕРАСТВОРИМЫХ КАЛЬЦИЕВЫХ СОЛЕЙ МНОГООСНОВНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ НА ПРИМЕРЕ ТАРТРАТА КАЛЬЦИЯ

Хромов А.В. [1], **Корчагин В.В.** [1], **Колеснов А.Ю.** [1], **Цимбалаев С.Р.** [1], **Ламердонова Ф.Х.** [1], **Чупрыненко И.В.** [2], **Емалиев Е.Г.** [2]

1-РУДН им. П.Лумумбы 117198, г.Москва, ул. Миклухо-Маклая, 8/2
2 -ООО «Кемикал Лидерс», 123112, Москва, Пресненская набережная, 12
e-mail: arkadiy18@ya.ru

Проведено исследование процесса выделения L(+)-винной кислоты из тартрата кальция тетрагидрата, труднорастворимой соли L(+)-винной кислоты. Выделение производилось действием серной кислоты в макроэксперименте (~1 моль), затем был проведен контрольный эксперимент с титрованием соляной кислотой.

A study was carried out on the process of isolation of L(+)-tartaric acid from calcium tartrate tetrahydrate.. The isolation was carried out by acidification with sulfuric acid in a macro-experiment (~1 mol), then a control experiment with titration with hydrochloric acid.

Известно, что тартрат кальция образует устойчивый кристаллогидрат с четырьмя молекулами воды, при этом его растворимостью в воде - 0,7 г/л. Он образуется при осаждении при переработке отходов виноделия[1]. L(+)-винная кислота обладает очень высокой растворимостью в воде – 139 г в 100 мл воды при комнатной температуре. Это сильно осложняет выделение L(+)-винной кислоты из данного соединения и получение ее в кристаллическом виде. Концентрация L(+)-винной кислоты в растворе определялась методом ВЭЖХ.

Для того, чтобы выделить L(+)-винную кислоту из тартрата кальция, порошкообразный тартрат кальция суспендируют в воде, затем к полученной суспензии при непрерывном перемешивании медленно, порциями добавляют серную кислоту.[2] При этом должен образовываться плохо растворимый сульфат кальция, а L(+)-винная кислота должна перейти в водный раствор: $\mathbf{CaC_4H_4O_6\downarrow + H_2SO_4 = CaSO_4\downarrow + C_4H_6O_6}$ **(1)**

Реакция полностью идет в гетерофазе, что сильно осложняет ее проведение. При этом процессе выделения винной кислоты из тартрата кальция при действии сильных неорганических кислот образуется суспензионный тартратно-гидротартратный буфер, мешающий выделению L(+)-винной кислоты из тартрата кальция. При этом гидротартрат кальция тоже слабо растворим в воде. Это сильно осложняет определение конца реакции и количества необходимой для выделения серной кислоты, так как приходится ориентироваться только на значение pH среды, которая является буферным раствором при значениях pH среды в районе 2 -1,5 ед.

В данном случае скорость реакции определяется скоростью диффузии серной кислоты в суспензионные частицы тартрата кальция.

Так как реакция идет в гетерофазных условиях то, это приводит к медленному установлению равновесия в растворе. Поэтому титрование проводилось вручную, в большем объеме и загрузкой тартрата кальция около 1 моля, добавление серной кислоты производилось порциями по 1-2 мл с выдержкой в течение 5- 10 минут для установления равновесия и избегания лишних скачков pH среды. В результате была получена кривая титрования с несколькими буферными площадками, рис.1. Такой характер кривой титрования говорит о наличии нескольких промежуточных соединений, образующихся в процессе действия серной кислоты на тартрат кальция. При этом для прохождения буферной зоны требуется избыток серной кислоты, что говорит о том, что конечным продуктом реакции является не чистый сульфат кальция, а его смесь с бисульфатом кальция, который связывает избыточную серную кислоту, пошедшую на выделение. В тех же условиях был проведен контрольный опыт, но с соляной кислотой, рис.2. На кривой титрования наблюдается плавное падение значения pH среды и имеется всего одна буферная площадка тартратно-гидротартратного буфера. Это связано с основностью соляной кислоты и более однозначным ходом реакции. Расход соляной кислоты составил 2 Моля на один моль тартрата кальция, что соответствует теории:

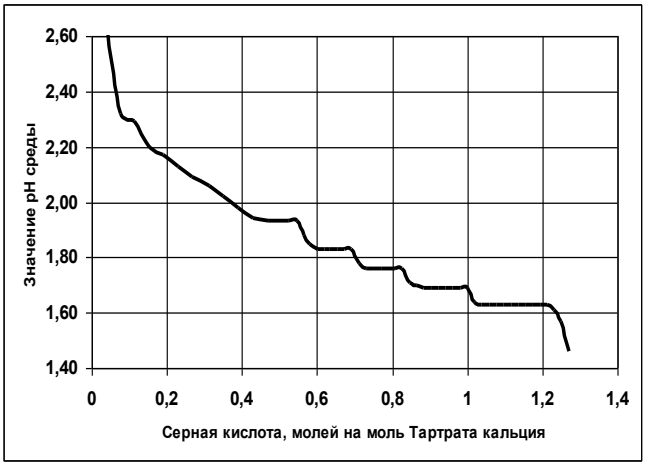


Рис.1 Кривая титрования тартрата кальция серной кислотой

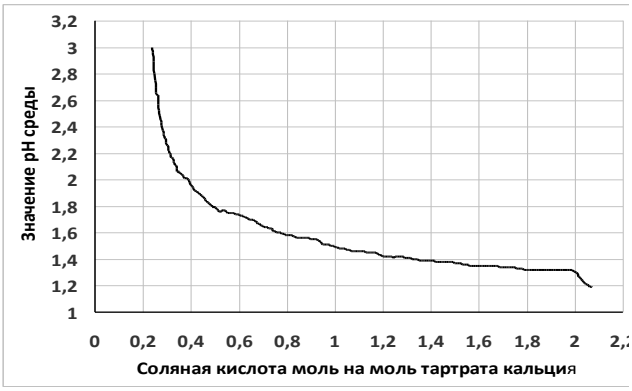


Рис.2 Кривая титрования тартрата кальция

$$CaC_4H_4O_6 + 2HCl = CaCl_2 + C_4H_6O_6 \quad (2).$$

Литература

1. ГлазуновА.И., ЦарануИ.Н.Технология вин и коньяков//М:Агропромиздат,1988 с.342.
2. А. Гуляницкий. Реакции кислот и оснований в аналитической химии// Мир, М, 1975.

УДК 543.544

ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ульянов А.В., Полунина И.А., Буряк А.К.

ИФХЭ РАН, 119071 Москва, Ленинский проспект, 31
e-mail: akburyak@mail.ru

Методом термодесорбционной масс-спектрометрии исследованы образцы морозостойкого бетона и акрилового камня, содержащие модификаторы. Установлены области температур, при которых из строительных материалов выделяются токсичные соединения. Дана оценка энергетики десорбционных процессов.

Thermal desorption mass spectrometry is used to study products of heat treatment of both winter concrete and acrylic stone containing modified additives. The heat treatment of concretes and stones is accompanied by the release of different toxic products. The energy of these processes is estimated.

Для улучшения качества строительных материалов и придания им специфических физико-химических и эксплуатационных свойств в их производстве широко используются различные добавки и модификаторы. Однако присутствие органических компонентов в строительных материалах имеет и отрицательные последствия – при нагревании материалов возможно выделение в газовую или жидкую среду продуктов их деструкции и трансформации, других токсичных компонентов.

Комплексное применение органических противоморозных добавок (например, карбамида) с одновременным термическим прогревом бетона способствовало совершенствованию технологии зимнего бетонирования. До настоящего времени ГОСТ допускает добавление карбамида в строительный бетон. Однако его использование может иметь долговременные последствия, в частности, приводить к неконтролируемой эмиссии аммиака и появлению зданий, непригодных для эксплуатации. Первостепенное значение для решения проблемы нейтрализации аммиака из уже загрязненного бетона имеет определение остаточного содержания карбамида в объёме бетонных конструкций, так как аммиак является конечным продуктом деструкции карбамида, имеющей долговременные последствия. Кроме того, возможна эмиссия формальдегида и других опасных соединений при разложении пигментов и пластификаторов.

Методом термодесорбционной масс-спектрометрии исследованы продукты термообработки образцов бетона, содержащих карбамид и пластификатор СП-3. Обнаружено, что при нагревании около 100^{o}C из бетона с карбамидом выделяется аммиак, а из бетона с пластификатором – формальдегид. Максимальное выделение продуктов десорбции и деструкции модификаторов наблюдается при 250^{o}C, что выше

температуры кипения и разложения чистого карбамида. Дана оценка области температур наблюдаемых процессов термодеструкции. Рассчитаны кинетические параметры процессов десорбции токсикантов.

Акриловый камень, используемый в производстве мебели, содержит полиметилметакрилат, наполненный оксидом алюминия, а также различные красители и модификаторы, состав которых редко бывает известен. Использование акрилового камня для производства кухонных столешниц предполагает возможность его нагревания. Методом термодесорбционной масс-спектрометрии установлено выделение диэтил- и диэтилгексилфталатов при нагревании некоторых образцов акрилового камня от 50 до 100°С (рис.).

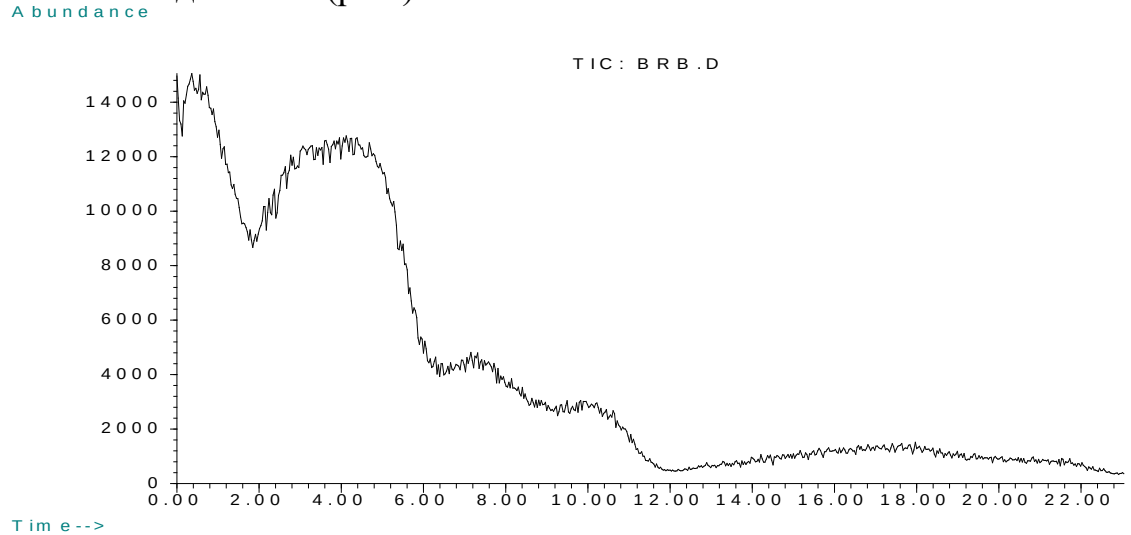


Рис. Масс-термограмма выделения (по полному ионному току) продуктов десорбции и деструкции из образца акрилового камня при его нагревании от 30 до 300°С со скоростью 20 град/мин. Масс-спектрометр JMS-D300 (Jeol, Япония).

Фталаты – токсичные соединения, широко применяемые в нашей стране и за рубежом в качестве пластификаторов полимерных материалов. ПДК различных фталатов в воде 0.1 – 2 мг/л, в воздухе 0.1 – 0.02 мг/м^3. Фталаты – сложный для анализа объект, в первую очередь из-за их широкой распространенности, приводящей к загрязнению анализируемых образцов непосредственно в процессе пробоподготовки и анализа. Метод термодесорбционной масс-спектрометрии благодаря упрощенной пробоподготовке практически не подвержен мешающему влиянию загрязнителей. Это позволяет перед применением предварительно исследовать сложные композиционные материалы на предмет их термостойкости и композиционной устойчивости. Из нескольких исследованных образцов акрилового камня в результате анализов удалось выбрать несколько материалов, пригодных для заявленной эксплуатации в жилых помещениях.

Наблюдаемые десорбционные процессы токсичных соединений накладывают ограничения на применение добавок различного типа для композиционных материалов, используемых в жилых и производственных помещениях, требуют постоянного контроля за их содержанием.

УДК 543.54

ХАРАКТЕРИСТИКА КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩЕГО СОРБЕНТА, НАСЫЩЕННОГО ИОНАМИ МЕТАЛЛОВ, ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Лаптев А.Ю., Рожманова Н.Б., Нестеренко П.Н.

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Химический факультет,119991 Москва, Россия,
e-mail: andrey.u.l@mail.ru

Проведена оценка хроматографической колонки с комплексообразующим сорбентом на основе силикагеля с привитыми группами 2-гидроксиэтилиминодиуксусной кислоты (ГИДК) в свободной форме (H^+- форме) и в форме комплексов с ионами металла (Pb^{2+} и La^{3+}) с точки зрения гидрофильности, селективности к гидрофильным и гидрофобным заместителям, стереоселективности, катионо- и анионообменной селективности и кислотно-основной природы поверхности с применением теста Танака.

The chromatographic column packed with the complexing sorbent based on silica gel with grafted groups of 2-hydroxyethyliminodiacetic acid (HEIDA) groups in bare and saturated with Pb^{2+} and La^{3+} form was characterized in terms of the degree of hydrophilicity, the selectivity for hydrophilic and hydrophobic substituents, the selectivity for molecular shapes, and the evaluation of anion- and cation-exchange parameters and the acidic–basic nature of the stationary phases using the Tanaka test.

В настоящее время гидрофильная ВЭЖХ является широко используемым методом, позволяющим решать различные аналитические задачи по разделению и определению разнообразных полярных и ионных соединений. Механизм удерживания сорбатов в гидрофильной хроматографии достаточно сложен и все еще недостаточно хорошо изучен. Механизм взаимодействия сорбатов с сорбентами в гидрофильной хроматографии включает комбинацию различных взаимодействий: донорно-акцепторных, ван-дер-ваальсовых, гидрофобных, диполь-дипольных, электростатических, образования водородных связей и других. Для описания свойств сорбента и правильного выбора условий разделения в гидрофильной хроматографии появилась необходимость разработки способов их описания.

Наиболее наглядный способ характеристики неподвижных фаз (НФ) для гидрофильной хроматографии был предложен в работе [1]. Разработана совокупность испытаний, позволяющая оценить свойства сорбента путем изучения удерживания модельных веществ, отвечающих за определенный тип взаимодействий, что отражается с помощью зонтичных диаграмм. Так, для оценки гидрофильных-гидрофобных взаимодействий сорбата и сорбента используют относительное удерживание уридина, 5-

метилуридина и 2`-деоксиуридина. Количественно это отражается посредством параметров, таких как гидрофильность *k'*U, метиленовая α(CH_2) и гидроксильная α(OH) селективности. Стереоселективность α(V/A) устанавливается по паре аденозин и видарабин. Установление катионо- и анионообменной селективностей α(CX), α(AX) проводят по факторам удерживания *N,N,N*-триметилфениламмония и *пара*-толуолсульфоната. Для оценки кислотно-основной природы поверхности сорбента α(Tb/Tp) используют факторы удерживания теофилина и теобромина.

В данной работе проведена характеристика комплексообразующего сорбента на основе силикагеля с привитыми группами 2-гидроксиэтилиминодиуксусной кислоты (ГИДК) в свободной форме (H^+ - форме) [2] и в форме комплексов с ионами металла (Pb^{2+} и La^{3+} формы) с использованием теста Танака для гидрофильных фаз.

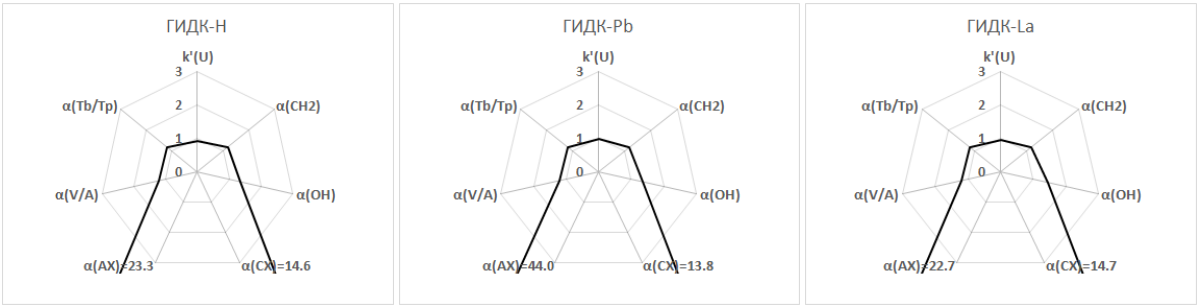


Рис. 1. Результаты теста Танака для силикагеля с привитой ГИДК и насыщенной различными металлами.

Согласно результатам теста Танака (рис.1), насыщение комплексообразующего сорбента ионами металлов Pb(II) и La(III) увеличивает гидрофильность *k'*U поверхности неподвижных фаз. Также, сорбент в форме комплексов с ионами металла La (III) показал более высокую гидроксильную селективность α(OH) по сравнению с сорбентом как в свободной, так и в форме комплекса с ионами Pb (II). Кроме того, на модифицированном ионами Pb(II) сорбенте наблюдали увеличение анионообменной селективности α(AX) и уменьшение катионообменной селективности α(CX) по сравнению с сорбентом в свободной и в форме комплексов с ионами La (III).

Таким образом показано, что насыщение комплексообразующего сорбента различными ионами металлов заметно влияет на свойства сорбентов в гидрофильной хроматографии.

Литература

1. *Kawachi Y., Ikegami T., Takubo H., Ikegami Y., Miyamoto M., Tanaka N.* Chromatographic characterization of hydrophilic interaction liquid chromatography stationary phases: Hydrophilicity, charge effects, structural selectivity, and separation efficiency // J. Chromatogr. A. 2011. Vol. 1218. P. 5903-5919.

2. *Нестеренко П.Н., Шпигун О.А.* Высокоэффективная комплексообразовательная хроматография ионов металлов на сорбентах с привитой иминодиуксусной кислотой. // Координационная химия. 2002. Т.28. № 10. С.772-782.

УДК 544.032.65

ИССЛЕДОВАНИЕ КЛАСТЕРНОГО СОСТАВА ОБРАЗЦОВ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ, ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ И ОКСИДА ОЛОВА (IV) МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИОННОЙ ИОНИЗАЦИИ [1]

Сухоруков Д.О., Пыцкий И.С., Буряк А.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук, 119071 Россия, г. Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 4,
e-mail: suhorukov1010@mail.ru

Методами лазерной десорбционной ионизации (ЛДИ) и электронной микроскопии исследованы образцы монокристаллических кремния (в виде пластины и высокодисперсных отходов) и германия, пористого кремния и оксида олова (IV). Особое внимание в исследовании уделено кластерному составу перечисленных образцов при воздействии лазера (азотный ультрафиолетовый с длиной волны 337 нм).

The patterns of single-crystal silicon (in the form of wafer and highly dispersed tailings) and germanium, porous silicon and stannic oxide by laser desorption ionization (LDI) and electron microscopy are searched. Especially cluster content of listed above patterns by laser impact (wavelength 337 nm nitrogen ultraviolet laser) is noted.

Метод лазерной десорбционной ионизации (ЛДИ) широко применяется в исследованиях свойств различных веществ, проявляющихся на границах раздела фаз. В частности, данный метод способен дать новые данные о свойствах монокристаллических кремния и германия при энергетическом воздействии азотного ультрафиолетового (УФ) лазера. В настоящем исследовании были проведены эксперименты по такому воздействию на образцы монолитной монокристаллической пластины кремния, монокристаллического кремния высокой дисперсности (отходы, полученные в процессе резки, шлифовки и полировки слитков монокристаллического кремния в рамках стандартного технологического процесса), пористого кремния (полученного в результате электрохимического травления стандартной монокристаллической кремниевой пластины) и порошка монокристаллического германия “средней” дисперсности (50–80 мкм), а также на образцы оксида олова (IV). С практической точки зрения исследование обусловлено необходимостью поиска кластерных структур [1], способных выполнять функции квантовых состояний, которые могут появляться в т.ч. в стандартных материалах микроэлектроники при переходе к наноразмерам, характерным для кластерных структур.

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования России.

Было показано, что энергетическое воздействие (азотный УФ-лазер с длиной волны 337 нм, максимальной энергией 110 мкДж/импульс серийного прибора Bruker Daltonics Ultraflex) способно при достаточной дисперсности исходного образца обособлять от монолитной фазы кластерные частицы определённого фиксированного состава. Причём уровень дисперсности образца влияет как на принципиальную способность появления таких частиц, так и, при их появлении, – на кластерный состав.

Количество (*n*) атомов кремния	m/z, а.е.м.	Состав частицы
1	28	Si
2	56	Si_2
3	84	Si_3
4	112	Si_4
5	140	Si_5
6	168	Si_6
7	196	Si_7
8	224	Si_8
9	252	Si_9
10	280	Si_{10}
11	308	Si_{11}
12	336	Si_{12}
13	364	Si_{13}
14	392	Si_{14}
15	420	Si_{15}
16	448	Si_{16}
17	476	Si_{17}
18	504	Si_{18}
–		
39	1092	Si_{39}
островок стабильности, состоит из нескольких частиц с *n* ~ 36–39, среди которых *n* = 39 наиболее интенсивная		

Количество (*n*) атомов германия	Состав частицы
1	Ge
2	Ge_2
3	Ge_3
4	Ge_4
5	Ge_5
6	Ge_6

Табл. 1. Пики, обнаруженные в масс-спектрах лазерной десорбционной ионизации пористого кремния и высокодисперсных отходов (порошка) кремния, относящиеся к частицам, состоящим из атомов кремния, а также в масс-спектрах порошка германия.

В работе приведены результаты электронно-микроскопического исследования образцов высокодисперсных суспензий монокристаллического кремния в смеси с карбидом кремния (абразив при резке, шлифовке, полировке кремния) и полиэтиленгликолем (ПЭГ, охлаждающая жидкость в операциях резки, шлифовки, полировки кремния) в сочетании с результатами ЛДИ для образцов высокодисперсных суспензий монокристаллического кремния, пористого кремния (табл. 1), монолитной пластины монокристаллического кремния и порошка монокристаллического германия.

Также представлены результаты исследования методом ЛДИ оксида олова (IV) [2], в том числе при различных величинах pH исходной суспензии оксида олова (IV) в воде, а также при нанесении образца на мишень ЛДИ в сухом виде, из водной суспензии и в смеси с углями разных марок.

Для ряда образцов масс-спектры ЛДИ сняты в режиме регистрации положительных ионов, для ряда – в режиме регистрации отрицательных ионов, для ряда – в обоих режимах, т.к.

некоторые пики проявляются только в одном из режимов, например, кластер Si_2^+.

Представлены визуализированные по результатам ЛДИ картины состояния поверхности пластины пористого кремния.

Показано, что молекулярно-массовое распределение кластеров в масс-спектрах ЛДИ сильно зависит от величины pH суспензии оксида олова (IV), из которой были нанесены образцы на мишень ЛДИ, с последующим высушиванием на воздухе. При этом в масс-спектрах электрораспылительной ионизации (ESI) для фильтрата суспензии оксида олова (IV) в воде при отсутствии подкисления и подщелачивания раствора каких-либо соединений, частиц или кластеров олова обнаружено не было.

Исследование позволяет приблизиться к разработке технологий более рационального и экологичного использования ресурсов – кремния и германия – в микроэлектронике, в частности за счёт более глубокой переработки отходов, а также за счёт технологий лазерного нанесения материала на подложку, требующих для нанесения единицы массы меньшего количества вещества-прекурсора [3].

Литература

1. *Bouhadiche A., Bouridah H., Boutaoui N.* Kinetic Monte Carlo Simulation of Low-Pressure Chemical Vapor Deposition of Silicon Nitride: Impact of Gas Flow Rate and Temperature on Silicon Cluster Size and Density // Materials Science in Semiconductor Processing. 2014. V. 26. P. 555–560.

2. *Пыцкий И.С., Буряк А.К., Сухоруков Д.О., Ревельский И.А.* Изучение состава кластерных ионов для систем нитрата серебра со станнатом натрия с использованием метода матрично-активированной лазерной десорбции/ионизации // Сорбционные и хроматографические процессы. 2009. Т. 9. Вып. 6. С. 789–795.

3. *Matt H.* Saving Money with Laser Processing // Photonics Spectra. 2008. V. 42. № 3. P. 34–36.

УДК 541.183

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ВОДАХ

Подолина Е.А. [1], **Ханина М.А.** [2], **Лежнина М.Г.** [2]

[1]*Московский политехнический университет (филиал в г. Электросталь), 144000, г. Электросталь, Московской области, ул. Первомайская, д.7*
[2]*Государственный гуманитарно-технологический университет, 142605, г. Орехово-Зуево, ул. Зеленая, д.22*
e-mail: podolina70@mail.ru

Фенолы синтетического и природного происхождения проявляют антиоксидантные свойства и применяются как лекарственные или биологически активные вещества (БАВ). Очищенные сточные воды фармацевтических и косметических производств содержат значительное количество фенолов, поэтому необходима разработка методик определения природных фенолов в очищенных сточных водах на уровне ПДК.

Phenols of synthetic and natural origin exhibit antioxidant properties and are used as medicinal or biologically active substances (BAS). Treated wastewater from pharmaceutical and cosmetic industries contains a significant amount of phenols, so it is necessary to develop methods for determining natural phenols in treated wastewater at the MPC level.

Целью данного исследования является разработка сорбционно-спектрометрической методики определения танина и рутина в очищенных сточных водах.

Объекты исследования: рутин, кверцетин, галовая кислота и танин. Сорбцию природных фенолов осуществляли на активном угле МеКС-О (изготовленный по ТУ на НПО «Неорганика» г. Электросталь).

Адсорбцию природных фенолов (ПФ) осуществляли из стандартных растворов на активном угле МеКС-О в стационарных условиях при турбулентном перемешивании (смеситель типа Vortex) в течение 3-6 мин. Экспериментальные изотермы сорбции ПФ на активном угле МеКС-О принадлежит к L-типу (физический механизм сорбции). Десорбцию ПФ осуществляли в динамических условиях, элюат – метанол, бинарные растворители: вода – этанол (φ_2=0.5), вода – ацетонитрил (φ_2=0.5), время элюирования 90 мин. Спектрометрическое определение осуществляли на спектрофотометре UNICO, модель 2800.

Разработанная методика сорбционно-спектрометрического определения ПФ позволяет определять суммарное содержание в пересчете на рутин или танин. Время проведения единичного анализа составляет 1,5 часа, предел обнаружения ПФ составляет 0,1 ПДК, правильность получаемых результатов проверена методом «введено-найдено», суммарная погрешность определения не превышает 5 %.

ПУБЛИКАЦИЯ В МАТЕРИАЛАХ КОНФЕРЕНЦИИ

УДК 547.1

ВАДИМ АЛЕКСАНДРОВИЧ ДАВАНКОВ. ПУТЬ К ВЕРШИНАМ НАУКИ

Цюрупа М.П.

ИНЭОС РАН, Россия 1193341, г. Москва, ул. Вавилова, д. 28;
e-mail: mts@ineos.ac.ru

В сообщении рассказывается об основных направлениях научной деятельности ученого с мировым именем В.А. Даванкова, включающих лигаднообменную хроматографию, разработку сверхсшитого полистирола и создание гемосорбентов нового типа. Рассказывается о его научно-организационной деятельности, наградах и увлечениях [1].

The communication describes the basic scientific fields of the famous scientist V.A. Davankov related to the ligand exchange chromatography, hypercrosslinked polystyrene and a new type of hemosorbents, his organizational activities, awards and interests [1].

Вадим Александрович Даванков родился 20 ноября 1937 года в семье химиков. И не удивительно, что он выбрал химию основным делом своей жизни. Высшее образование он получил в Дрезденском университете (ГДР), а после его окончания вернулся в Москву и летом 1962 года поступил на работу в ИНЭОС АН СССР. После первых двух неудачных предложений его руководителя В.В. Коршака он все-таки начал разрабатывать собственную идею хроматографического разделения энантиомеров аминокислот. В качестве матрицы он использовал обычный сополимер стирола с ДВБ с присоединенными группировками L-пролина. Элюирование через нее рацемической миндальной кислоты сопровождалось лишь частичным разделением изомеров. Однако настоящий триумф пришел к В.А. Даванкову, когда он ввел в хроматографическую систему ионы меди. Простой метод позволил количественно разделить изомеры многих аминокислот и оксикислот. И в настоящее время метод используется во всем мире для разделения изомеров разнообразных соединений.

Не меньшую популярность нашел сверхсшитый полистирол. Полученный согласно идее В.А. Даванкова путем сшивания сольватированных полистирольных цепей жесткими длинными мостиками-распорками, однофазный, но пористый сверхсшитый полимер оказался принципиально новым сетчатым материалом с неизвестными ранее свойствами, в частности, он обладает великолепной совместимостью с кровью, что позволяет лечить больных сепсисом и другими заболеваниями.

Литература

1. *Цюрупа М.П., Павлова Л.А.* и др. Вадим Александрович Даванков. Путь к вершинам науки. М.: РАН, 2023. 98с.

37

УДК 54(092)

ШТРИХИ К ПОРТРЕТАМ К.В. ЧМУТОВА И О.Г. ЛАРИОНОВА

Сенченкова Е.М.

Институт истории естествознания и техники им. С. И. Вавилова РАН, Россия 25315, г. Москва, ул.Балтийская, д.14;
e-mail: emsench@yandex.ru

В докладе представлены воспоминания автора о совместной работе с двумя выдающимися учеными-физико-химиками и хроматографистами Константином Васильевичем Чмутовым (1902-1979) и Олегом Григорьевичем Ларионовым (1932-2013), оказавшими существенную поддержку и внимание историко-научным изысканиям автора в области истории хроматографии.

The report presents the author's memories of his joint work with two outstanding physical chemists and chromatographers Konstantin Chmutov (1902-1979) and Oleg Larionov (1932-2013), who provided significant support and attention to the author’s historical and scientific research in the field of the history of chromatography.

К моему недавнему юбилею был издан очерк Е.В. Рыбаковой «От фотосинтеза к хроматографии» [1]., где обстоятельно прослежена весьма значимая часть моей научной жизни, когда мне пришлось из хорошо известной мне истории биологии переключиться через физиологию и биохимию растений на изучение истории хроматографии и связанных с нею разделов химии. В этом моем выступлении я хочу вспомнить добрым словом тех двух основных моих наставников и навигаторов в хроматографии К.В. Чмутова и О.Г. Ларионова, которые способствовали моему успешному повороту историко-научных изысканий. Первые шаги в новом направлении были сделаны мною случайно полвека назад, а точнее – в 1971 г . Я тогда передала в биологическую редакцию издательства «Наука» рукопись моей первой монографии о Михаиле Семеновиче Цвете для ее публикации к 100-летию со дня его рождения. Там же я узнала, что в соседней химической редакции к той же дате готовится сборник об успехах хроматографии, с которым мне захотелось познакомиться, чтобы сослаться на него в своей рукописи. Но зав редакции Орлов предложил мне вначале получить согласие на то главного редактора сборника председателя Научного совета по хроматографии АН СССР К.В. Чмутова. Таким образом я впервые не только переступила порог Института физической химии АН СССР, но и вообще впервые воочию соприкоснулась с научным сообществом химиков. Ранее я иногда контактировала с историками химии, но никак не предполагала стать когда-нибудь равноправным членом научно химического социума.

С первой встречи К.В. Чмутов запомнился мне доброжелательным и весьма добродушным человеком. Дав письменно разрешение на знакомство с рукописью сборника, он заинтересовался моей работой вообще и сбором материалов о М.С. Цвете, а потом, вероятно, решил меня удивить и спросил: «А Вы знаете, каким образом Цвет был связан с Козьмой Прутковым?». Я пояснила, что эта связь относится не столько к Цвету, сколько к детским годам его матушки, что описано в переданной мною рукописи книги. Тогда удивился Чмутов и поинтересовался, откуда у меня эти сведения. Ведь только вчера ему звонил его коллега и уверял, что они известны только ему. А когда Чмутов узнал, что эти сведения тому коллеге передала я по телефону позавчера, то шутливо заметил: «Как же мир тесен, и как хорошо работает наша телефонная связь».

Тогда же Константин Васильевич сообщил мне о предстоящем Международном симпозиуме по хроматографии, посвященный вековому юбилею Цвета, и предложил участвовать в нем, подав в Научный совет заявку на доклад. Вскоре я это сделала, но никакого ответа на заявку не было. Случайно я узнала от племянницы Цвета Е.А. Ляшенко о начале юбилейных торжеств через два дня в Ленинграде. Срочно оформила командировку для работы в ленинградских архивах и прямо с поезда утром 16 мая 1972 г. была у Таврического дворца, где собирались участники симпозиума. Однако ввиду отсутствия у мня пригласительного билета я оставалась стоять на улице, не видя никого из знакомых лиц. Невольно возникала досада на парадоксальность ситуации, ведь никто из входивших во дворец не знал о Цвете больше, чем я, а меня не пускают. Когда уже вроде бы все приглашенные прошли, заседание началось и надо уходить, я вижу Чмутова, идущего вместе с директором Ленинградского технологического института, который отвечал за это мероприятие во дворце. Я бегу к ним, полагаю, что без них заседание не начнется, и объясняю ситуацию. Чмутов лукаво сокрушается: «Надо же, а ведь у меня тоже нет пригласительного билета» и, обращаясь к спутнику, спрашивает: «Как же нам быть?». Тот в том же тоне интересуется: «А стоит ли ей давать билет?». Получив утвердительный ответ, он извлекает из кармана пиджака пачку билетов и один из них дает мне. Позже с помощью Чмутова я выяснила, каким образом тема моей заявки была искажена, доклад не попал в программу юбилейных торжеств, а я изолирована от них. Но все же, попав в Таврический дворец, я с удовлетворением отметила, что найденные и переданные мною в Научный совет по хроматографии фотоматериалы о Цвете были использованы как в материалах Международного симпозиума, так и в оформлении связанных с ним помещений. Если ранее был известен лишь один портрет ученого и притом в молодом возрасте, то с 1972 г. уже весь мир знал его внешность в разные годы жизни. К сожалению, не будучи членном симпозиума, я не получила эти материалы, но мне их показала Е.А. Лященко.

О преемнике К.В. Чмутова О.Г. Ларионове как председателе Научного совета по хроматографии мне вспоминается значительно больше, так как мое общение и сотрудничество с ним было дольше и шире. Ларионов был главным редактором самого полного издания моей книги о Цвете [2]. Он давал советы по ее сокращению для перевода на английский язык, содействовал выбору переводчика, оплате перевода и изданию книги [3], был соавтором некоторых моих публикаций, связанных с юбилеем хроматографии [4] и с заслугами ушедших коллег [5] О его порядочности говорит хотя бы тот факт, что после своего выступления где-то в связи с тем же юбилеем, Ларионов передал текст в печать с моим соавторством [6], хотя я ничего не знала о том выступлении. Мне он объяснил, что сделал так потому, что пользовался моими материалами. Так же поступил и В.А. Даванков, будучи основным докладчиком при открытии торжественного заседания Международного симпозиума, посвящённого 100-летию хроматографии [7].

Более всего запомнилось то участие, которое Олег Георгиевич проявил в приеме на защиту и проведении самой защиты моей докторской диссертации. Однако это и многое другое заслуживает особого освещения. Надеюсь, в будущем такое станет возможным. Кстати, Ларионову в прошлом году исполнилось 90 лет со дня рождения.

Литература

1. *Рыбакова Е.В.* От фотосинтеза к хроматографии (к юбилею историка науки д.х.н Е.М. Сенченковой) // Историко-биологические исследования. 2021, № 1. С. 159-172.
2. *2. Сенченкова Е.М.* М.С. Цвет – создатель хроматографии. М.: Янус-К. 1997. 440 с.
3. *3. Senchenkova E.M.* Michael Tswett – the creator of chromatography. Moscow. 2003. 336 p.
4. *Ларионов О.Г., Сенченкова ЕМ.* 100 лет хроматографии: история развития // Заводская лаборатория. 2003. Т. 69, № 3. С. 3-9.
5. *5. Ларионов О.Г., Коломиец Л.Н., Сенченкова ЕМ.* Они были первыми в отечественной хроматографии // Сб.: 100 лет [1] хроматографии. М.: Наука. 2003. С. 21-31.
6. *6. Ларионов О.Г., Сенченкова ЕМ.* 100 лет хроматографии (историческая справка) // Приборы. 2003, № 8. С. 4-5.
7. *7 Davankov V., Senchenkova E.M.* Mikhail Tswett, Creator of chromatography // 100 years of chromatography. 3rd Int. Symposium in BioSciencies SBS 2003 (Moscow, 13-18 May, 2003). Abstracts. Program. M., 2003. P. 4.

УДК 541.183

СЕЛЕКТИВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОВ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ СЕНСОРАМИ[1]

Шапошник А.В. [1], Звягин А.А. [1], Аль-Хабиб А.А.К. [2], Рябцев С.В. [2]

[1] ВГАУ, Россия 394087, г. Воронеж, ул. Мичурина, д.1;
[2] ВГУ, Россия, 394018, г. Воронеж, Университетская пл., д. 1
e-mail: a.v.shaposhnik@gmail.com

Полупроводниковые сенсоры позволяют проводить определение сероводорода в труднодоступных местах, приборы на их основе просты, дешевы и компактны. Повышение селективности полупроводниковых сенсоров позволит значительно расширить область их применения.

Semiconductor sensors allow environmental monitoring of hydrogen sulfide a in hard-to-reach places, and devices based on them are simple, cheap and compact. Increasing the selectivity of semiconductor sensors will significantly expand the scope of their application.

Сероводород является токсичным газом, который встречается на газовых месторождениях, при хранении и переработке техногенных отходов, а также в некоторых металлургических производствах.

В результате сорбции сероводорода на поверхности полупроводника протекает окислительно-восстановительный процесс:

$$H_2S + 3O^- \longrightarrow SO_2 + H_2O + 3e^- \quad (1)$$

Электроны переходят в полупроводник n-типа и снижают его электрическое сопротивление, формируя донорный отклик. Для селективного определения сероводорода сероводорода полупроводниковыми газовыми сенсорами можно использовать два подхода.

Первый подход состоит в использовании малоселективного сенсора, работающего в нестационарном температурном режиме. В нашей работе впервые были решены задачи качественного и количественного анализа условно однокомпонентных систем, а также определения состава смеси в широких непрерывных диапазонах концентраций с помощью единичного малоселективного сенсора [1]. К преимуществам данного подхода следует отнести принципиальную возможность определения нескольких компонентов с помощью единичного сенсора.

Второй подход состоит в создании высокоселективных сенсоров. Сочетание газочувствительного слоя (SnO_2-Ag) с нестационарным температурным режимом позволило проводить селективное определение

[1] Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта № 23-23-00329.

сероводорода в воздухе. Перекрестная чувствительность по отношению к другим восстановителям (водород, угарный газ, аммиак) составила 5-6 порядков. Использование высокоселективных сенсоров позволяет создавать газоанализаторы, не требующие длительной и сложной калибровки.

Повышение селективности при добавлении оксида серебра к диоксиду олова связано с тем, что образующийся в реакции (2) сульфид серебра имеет существенно более низкое электрическое сопротивление по сравнению с оксидом серебра, и его образование приводит к значительному донорному отклику за счет увеличения концентрации носителей заряда в полупроводнике.

$$Ag_2O + H_2S \leftrightarrow Ag_2S + H_2O \qquad (2)$$

В нашей работе [1] было показано, что использование температурной модуляции позволяет увеличивать чувствительность сенсора. Сочетание температурной модуляции с подбором состава газочувствительного материала позволяет получить высокоселективный сенсор [2].

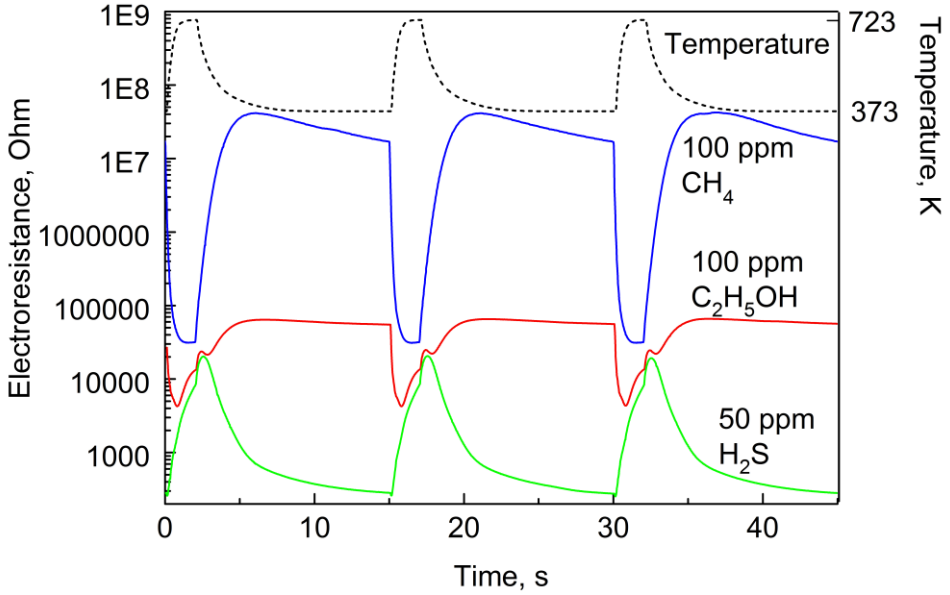


Рис. 1. Зависимость электрического сопротивления сенсора SnO_2-PdO от времени на протяжении трех циклов измерений.

Полученные результаты позволяют создать газоанализаторы нового поколения, сочетающие высокую чувствительность, селективность и длительное время автономной работы с низкой стоимость прибора, компактностью и простотой эксплуатации.

Литература

8. *A. V. Shaposhnik, D. A. Shaposhnik et al* / Beilstein Journal of Nanotechnology. 2019, V. 10, P. 1380–1390. https://doi.org/10.3762/bjnano.10.136

9. *Shaposhnik A.V., Moskalev P.V. et al //* Chemosensors. 2021, 9, 203. https://doi.org/10.3390/chemosensors9080203.

УДК 543

ИССЛЕДОВАНИЕ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНОГО ПРЕПАРАТА НА ОСНОВЕ ПЛАЗМЫ КРОВИ ЗДОРОВЫХ ДОНОРОВ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Платонов И.А., Брыксина М.А.

ФГФОУВО «Самарский университет», Россия 443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34, e-mail: anikina.ma@ssau.ru

В работе представлены результаты исследования основного состава и физико-химических свойств биологически активного препарата, изготовленного из побочного продукта фракционирования плазмы крови здоровых доноров, представляющего собой аналог лекарственного препарата на основе депротеинизированной плазмы крови телят «Актовегин».

The paper presents the results of a study of the main composition and physicochemical properties of a biologically active drug made from a by-product of fractionation of the blood plasma of healthy donors, which is an analogue of the drug based on deproteinized blood plasma of calves «Actovegin».

Препараты плазмы крови традиционно входят в число фармацевтических препаратов, находящихся в дефиците, по причине того, что спрос на препараты крови в медицине превосходит предложение. В настоящее время потребность в препаратах, изготавливаемых на базе плазмы крови человека, удовлетворена лишь на 10% [1]. В условиях дефицита донорской крови, отягощающегося несовершенностью существующих методик обработки такой сложной матрицы, как плазма крови, не способных обеспечить полное выделение биологически активных веществ и жизненно важных белков, выходом из проблемы стало производство лекарственных препаратов на основе крови животных, а именно крупного рогатого скота (например, «Актовегин», «Солкосерил») [2, 3]. Главным недостатком данных препаратов является их ксеногенность по отношению к организму человека, что повышает риск возникновения негативных последствий в виде аллергических реакций у принимающих терапию пациентов. В связи с чем, поиск новых способов получения биологически активных препаратов из плазмы крови доноров, а также всестороннее исследование их состава и свойств является на сегодняшний день актуальной задачей.

В основе данной работы лежит изучение состава и некоторых физико-химических свойств нового биологически активного препарата, изготовленного из ранее не используемого побочного продукта низкотемпературного спиртового фракционирования плазмы крови

здоровых доноров и выделения из нее нативных белков [4]. Результаты анализа трех серий изучаемого препарата представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты исследования биологически активного препарата на основе побочного продукта фракционирования плазмы крови здоровых доноров

Показатель	**Метод**	**Результат**
Пептиды	Качественная биуретовая реакция, возникновение сине-фиолетового окрашивания	Наблюдалось сине-фиолетовое окрашивание раствора
Рибозид мочевой кислоты	Качественный анализ методом ВЭЖХ	Положительный результат
Аминокислоты	Качественный анализ методом ВЭЖХ	Содержит аспарагин, глицин, аргинин, серин, аланин, тирозин, лизин
Прозрачность	Визуальное сравнение с эталонным раствором и водой в соответствии с Государственной Фармакопеей РФ XIV	Прозрачность в пределах нормы
pH	Потенциометрический в соответствии с Государственной Фармакопеей РФ XIV	5,01±1,2
Плотность, г/см^3	Пикнометрический в соответствии с Государственной Фармакопеей РФ XIV	1,009±0,0005
Абсорбция (оптическая плотность)	Спектрофотометрический при длине волны 420 нм	0,990±0,001
Протеины	Капиллярный гель-электрофорез	Отрицательный результат
Тяжелые металлы, мкг/мл	Спектральный с использованием спектрометра с индуктивно-связанной плазмой	0
Натрий, мг/мл		4,5
Калий, мг/мл		0,2

Таким образом, состав исследуемого препарата на основе плазмы крови здоровых доноров представлен незаменимыми для человека аминокислотами, рибозидом мочевой кислоты и пептидами.

Литература

1. *Волкова, Л.В.* Перспективы использования побочных продуктов фракционирования донорской плазмы [Текст] / Л.В. Волкова, Е.В. Шульц // Химическая технология и биотехнология. – 2015. – № 4. – С. 49-63.

2. Патент ЕА № 000633B1, Способ получения из крови эмбрионов коров биологически активного препарата и фармацевтическая композиция на его основе с радиопротекторной, антигипоксической, иммуномоделирующей, ранозаживляющей и противогерпетической активностью / Пленина Л.В., Хлюстов С.В., Федорова Н.И., Бабук Л.В., Федулов А.С., Марченко Л.Н., патентообладатель Предприятие диагностических и лекарственных препаратов «Диалек», опубл. 29.12.1999.

3. *Machicao, F.* Pleiotropic neuroprotective and metabolic effects of Actovegin's mode of action [Текст] / F. Machicao, D.F. Muresanu, H. Hundsberger [et al.] // Journal of the Neurological Sciences. – 2012. – V. 322. – P. 222-227.

4. Патент РФ № 2799637C1, Способ получения биологически активного пептидо-аминокислотного препарата на основе плазмы крови человека / Платонов И.А., Кузнецов С.И., Аникина М.А., Кудряшова А.А., опубл. 07.07.2023.

УДК 543.544

ОСОБЕННОСТИ УДЕРЖИВАНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОЛИНА НА ОКТАДЕЦИЛСИЛИКАГЕЛЕ

Рыжкин С.А., Курбатова С.В.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Россия, 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34
e-mail: ryzhckin.sem@yandex.ru

Исследованы закономерности сорбции некоторых производных хинолина в условиях обращенно-фазовой высокоэффективной хроматографии на октадецилсиликагеле. Проанализировано влияние строения сорбатов на величины факторов удерживания.

This study examines specifics of sorption of quinoline derivatives on octodecyl-functionalized silica gel under conditions of reverse-phase high performance liquid chromatography. The correlation between sorbates' structure and retention factors is analyzed.

Хинолиновое ядро представляет собой фармакофор с ярко выраженной биологической активностью, широко применяющийся в современном синтезе лекарственных препаратов [1]. Вариативность структур производных хинолина делает возможным создание соединений с заданными свойствами путем внедрения различных функциональных групп в разные положения ароматического цикла. Одним из наиболее эффективных методов анализа, позволяющих установить взаимосвязь между структурой соединения и характером проявляемых им межмолекулярных взаимодействий, является высокоэффективная жидкостная хроматография.

В настоящем исследовании изучено хроматографическое удерживание производных хинолина, алкоксихинолина, тетрагидрохинолина и пиридазинохинолина на октадецилсиликагеле из водно-ацетонитрильных растворов. Полученные факторы удерживания свидетельствовали о том, что сорбция изучаемых соединений в целом соответствует основным закономерностям ОФ ВЭЖХ, усиливаясь с ростом ван-дер-ваальсового объема, поляризуемости и липофильности. Однако, для некоторых соединений наблюдались отклонения от указанной тенденции. Так, для сорбатов, содержащих в структуре гидроксильные группы и, таким образом, способных к образованию водородных связей с молекулами подвижной фазы, характерно существенное уменьшение значений фактора удерживания. Присутствие эфирных и сложноэфирных групп оказывает двойственное влияние, увеличивая, с одной стороны, геометрические размеры молекул, но проявляя повышенное сродство к элюенту, с другой [2]. Результирующим эффектом оказывался рост фактора удерживания для соединений с данными функциональными

группами, однако, на меньшую величину по сравнению с рассчитаной с помощью линейной аппроксимации.

Производные пиридазинохинолина, несмотря на максимальные среди исследуемой выборки значения площади поверхности и молекулярного объема, характеризовались наименьшими величинами фактора удерживания. В качестве одной из основных причин подобного несоответствия можно предположить наличие сразу четырех активных центров в структуре сорбатов, способных к проявлению специфических взаимодействий с молекулами подвижной фазы. Косвенным подтверждением данного предположения являются низкие значения коэффициента *n,* рассчитанного из уравнения Снейдера-Сочевинского, свидетельствующие о невыгодной ориентации данных сорбатов относительно поверхности неподвижной фазы.

При сопоставлении удерживания производных хинолина с их восстановленными производными было установлено, что увеличение конформационной подвижности тетрагидрохинолинов не оказывает значительного влияния на характер сорбции. В свою очередь изменение размера сопряженной π-системы может приводить к существенному изменению дипольного момента за счет перераспределения электронной плотности. Так, при переходе от 2-(4-фторфенил)хинолина к его восстановленному производному наблюдается уменьшение дипольного момента с 2.85D до 0.56D, что приводит к закономерному увеличению фактора удерживания практически в два раза.

На основании полученных результатов можно сделать вывод, что на хроматографическое поведение производных хинолина значительное влияние оказывают как природа и число функциональных групп, так и их положением в структуре молекулы сорбата.

Литература

1. *Yadav P., Shah K.* // Bioorg. Chem. 2021. Т. 109. С. 104639
2. *Ryzhkin S.A., Kurbatova S.V., Zemtsova M.N.* // Russian Journal of Physical Chemistry A. 2022. Т. 96. № 10. С. 2246-2251

УДК 544

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРИИ ФУНКЦИОНАЛА ПЛОТНОСТИ ПРИ ИЗУЧЕНИИ АДСОРБЦИИ НЕКОТОРЫХ АЗОЛОВ НА ГРАФЕНЕ[1]

Гриневич О.И.

ИФХЭ РАН, Россия 119071, г. Москва, Ленинский проспект, д.31, корп. 4;
e-mail: oksigrinevich@gmail.com

Теория функционала плотности была впервые применена для изучения адсорбции 1Н-пиразола, 1Н-имидазола и 1Н-1,2,4-триазола на поверхности графена. Показано, что неодинаковый характер распределения электронной плотности при сорбции ввиду особенностей строения обуславливает различия в удерживании.

Density functional theory was first applied to study the adsorption of 1H-pyrazole, 1H-imidazole, and 1H-1,2,4-triazole on the graphene surface. It is shown that the unequal character of electron density distribution during sorption due to the structure peculiarities causes differences in retention.

При изучении адсорбции пятичленных гетероциклических молекул (азолов) на различных поверхностях основным критерием для объяснения механизма удерживания обычно являются физико-химические свойства индивидуальных сорбатов [1,2]. Тем не менее, для более глубокого понимания сорбционного поведения необходим учет особенностей межмолекулярных взаимодействий между сорбатом и сорбентом, который можно провести с помощью современных квантовохимических подходов, таких как метод теории функционала плотности (ТФП). Графен, будучи перспективным углеродным материалом, может являться хорошим модельным объектом для исследования сорбционного поведения азолов.

В настоящей работе с помощью ТФП впервые была изучена адсорбция на поверхность графена 1Н-пиразола, 1Н-имидазола и 1Н-1,2,4-триазола. С помощью метода атомных заселенностей по Малликену были рассчитаны атомные заряды индивидуальных молекул и оценены их дипольные моменты. Энергетические эффекты при адсорбции на графене были оценены с помощью энтальпий адсорбции, полученных из потенциалов Леннард-Джонса. Метод оценки электронных возмущений был использован для исследования изменений в распределении электронной плотности при сорбции. Согласно полученным результатам, 1Н-имидазол имеет наибольший дипольный момент и, соответственно, наибольший энергетический выигрыш при адсорбции на графене, в то

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 22-13-00266

время как структура 1H-1,2,4-триазола является наименее благоприятной, и он будет демонстрировать наименьшее удерживание среди трех рассматриваемых азолов.

По результатам работы была подготовлена статья для публикации в «Журнале физической химии».

Литература

10. *Киселев А.В., Пошкус Д.П., Щербакова К.Д.* Хроматография и Структура Молекул // Журнал Физической Химии. 1986. Т. 60. № 6. С. 1329–1343.

11. *Golovnya R.V., Kuz'menko T.E., Zhuravleva I.L.* Gas Chromatographic Indicator of the Ability of Five- and Six-Membered Heterocyclic Nitrogen-Containing Compounds for Self-Association in Pure Liquids // Russian Chemical Bulletin. 1999. V. 48. № 4. P. 726–729.

УДК 543.544

ОСОБЕННОСТИ СОРБЦИИ АЗОТИСТЫХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ В УСЛОВИЯХ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Дудукин А.А., Финкельштейн Е.Е., Колосова Е.А., Курбатова С.В.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Россия, 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34
e-mail: ryzhckin.sem@yandex.ru

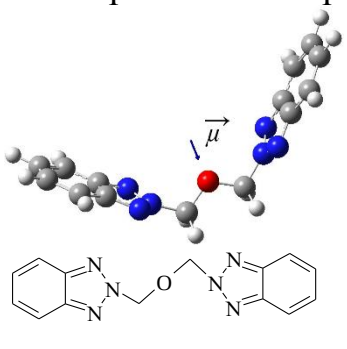
Проведен сравнительный анализ сорбции азотистых гетероциклов различного строения в условиях обращенно-фазовой высокоэффективной хроматографии на октадецилсиликагеле. Показано влияние размера гетероцикла, числа гетероатомов в молекуле на характеристики удерживания.

A comparative analysis of the various structures nitrogenous heterocycles sorption was carried out under the conditions of reverse-phase high-performance chromatography on octadecyl silica gel. The influence of the heterocycle size and the number of heteroatoms in a molecule on the retention characteristics is shown.

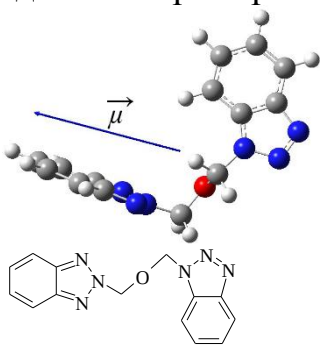
Азотистые гетероциклические соединения привлекают большое внимание представителей различных отраслей науки в связи с их полезными практическими свойствами и, прежде всего, исключительно важным их значением для современной фармацевтической отрасли. Другие полезные практические свойства азотистых гетероциклов позволяют применять их при создании органических светодиодов, высокоселективных лигандов для очистки отработанного радиоактивного топлива, в качестве гербицидов и т.п. Исследованию данного класса соединений в настоящее время посвящено значительное число публикаций, иллюстрирующих особенности хроматографического поведения этих соединений в зависимости от их строения [1, 2]. В нашей работе на основании полученных экспериментальных данных проведен сравнительный анализ хроматографического удерживания производных индола, имидазола, бензимидазола, триазола, бензотриазола, 1,2,4-триазина и тетразола. Циклическая природа основного структурного фрагмента, участие электронов атомов азота в системе сопряженных связей приводят к достаточно высокой степени делокализации π-электронов, что оказывает существенное влияние на физико-химические свойства и, следовательно, хроматографическое удерживание данных соединений. Таким образом особенности строения исследованных соединений обусловлены, прежде всего присутствием двух или трех атомов азота в молекулах и наличием или отсутствием бензоконденсированных фрагментов.

На основании проведенного анализа можно констатировать, что в целом сорбция исследованных гетероциклов из водноацетонитрильных

растворов подчиняется основным закономерностям обращеннофазового варианта жидкостной хроматографии. При этом установлено, что увеличение числа атомов азота в основном структурном фрагменте молекул приводит к существенному снижению удерживания (примерно в 10 раз) вне зависимости от характера заместителя или радикала, с которым связан гетероцикл. В частности, введение, например, в молекулу тетразола высоколипофильного фенила, не сконденсированного с гетероциклом, практически не увеличивает удерживания по сравнению с сорбатами, содержащими меньшее число атомов азота, несмотря на значительное увеличение молекулярного объема и липофильности фенилпроизводного. Можно предположить, что определенную роль в этом случае играет изменение величины дипольного момента соединений, приводящее к усилению их взаимодействия с компонентами полярного элюента. Так, при переходе от производных индола к производным тетразола значения дипольного момента соединений существенно возрастают, результатом чего является соответствующее уменьшение значений удерживания, несмотря на возрастание в некоторых случаях объема молекул, их липофильности и поляризуемости. Среди соединений с одинаковым числом атомов азота в молекуле (производные индола, имидазола и т.д.) на величину дипольного момента влияет присутствие и природа заместителей в молекуле, а также их положение, особенно по отношению к гетероатому, что иллюстрирует приведенный ниже пример для производных бензотриазола. Из приведенного примера следует, что для *1H*-замещенных



μ =0.85 D; k=8.62



μ =5.90 D; k=6.61

бензотриазола величина дипольного момента, определяемая в данном случае геометрией молекулы, оказывается больше, чем для 2*H*-производных, что соответствующим образом изменяет величину фактора удерживания. И в целом при общей симбатности в изменении фактора удерживания и физико-химических параметров, ответственных за дисперсионные взаимодействия, реализуемые в основном при удерживании в условиях обращенно-фазовой жидкостной хроматографии, на соответствующих графиках наблюдаются значительные отклонения от линейной зависимости, которые могут быть связаны с внутримолекулярными взаимодействиями и непостоянством индукционных и резонансных констант заместителей, приводящими к нарушению принципа линейной зависимости свободных энергий.

Литература

1. *Ram V.J., Sethi A., Nath M., Pratap R.* Five-Membered Heterocycles / The Chemistry of Heterocycles. Chapter 5. Elsevier. 2019. 478 p.

УДК 631.412

МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПОЛИДИСПЕРСНЫХ ПОЧВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ К ИЗМЕРЕНИЮ КРАЕВОГО УГЛА СМАЧИВАНИЯ

Матвеева Н.В. [1], Милановский Е.Ю. [2], Рогова О.Б. [1]

[1] ФГБНУ ФИЦ «Почвенный институт им. В.В. Докучаева»,
Nataliy_Matveeva@list.ru
[2] Институт физико-химических и биологических проблем почвоведения Российской академии наук

Предложена методика подготовки образцов для измерения краевого угла смачивания (КУС) поверхности твердой фазы почв с использованием мембранных фильтров уменьшающая более чем в два раза погрешность измерения КУС, дает возможность использовать этот показатель как индикатор изменения состава почв при разной антропогенной нагрузке.

The method of soil samples preparation for measuring the (wetting) contact angle (CA) of the soil solid phase surface using membrane filters which reduces more than twice the error of CA measurement, has been proposed; it makes it possible to use this index as an indicator of changes in soil composition under different anthropogenic load.

Изменение химического состава находит свое отражение в изменении физических свойств поверхности вещества. В настоящее время особую актуальность имеют исследования по изучению смачиваемости почв, т.к. поведение воды в почве определяет условия жизни растений и биоты и в тоже время зависит от происходящих изменений в химическом составе почв, обусловленных видом и интенсивностью антропогенной нагрузки. Мониторинг происходящих в почвах, особенно занятых сельским хозяйством, изменений крайне важен не только для выращивания нужного количества пригодной сельскохозяйственной продукции, но и для устойчивого экологического развития. Существует большое количество методов определения смачиваемости веществ, однако для почв - сложной полидисперсной системы, они малоприменимы из-за сложностей получения достоверных и воспроизводимых результатов. В нашей работе мы предлагаем применять усовершенствованную методику подготовки полидисперсных почвенных и минеральных образцов к измерению краевого угла смачивания (КУС) методом сидячей капли. В отличие от традиционного способа нанесения сухого растертого образца почвы на двухстороннюю клейкую ленту, мы предлагаем осаждать предварительно озвученную суспензию с определенной концентрацией, просеянную через сито 0,1мм (с целью избавления от крупнозернистых частиц), на мембранный фильтр Владипор типа МФАС – ОС2 – микропористый пленочный материал, изготовленный на основе смеси ацетатов целлюлозы с размером пор 0,45 мкм и общей пористостью 80 – 85 %. Предложенная

методика нуждалась в подборе оптимальной концентрации суспензии для конкретного типа образцов. Определение концентрации суспензии пробы, обеспечивающей полное покрытие поверхности мембранного фильтра, проведено на образцах каолиновой глины (из набора для определения pF 2.0 – 2.7, Eijkelkamp, Голландия), стандартном образце чернозема (СП-1 № 901-90) и агрокаштановой почвы (ФГБНУ ВНИИОЗ, Волгоградская обл.). Для этого суспензии с различными концентрациями осаждались на мембранный фильтр с получением диапазона объемных плотностей от 0 до 2 мг/см^2. В диапазоне от 0 до 0,32-0,64 мг/см^2 происходит покрытие гидрофобной (111° - 114°) поверхности фильтра частицами пробы и снижение величины КУС. В интервале от 0,64 до 2,0 мг/см^2 величины КУС выходят на плато.

Анализируя каолинит и почвенные образцы, нам удалось определить оптимальную концентрацию вещества, необходимую для исследования. Результаты представлены на рисунке 1. Отчетливо видно, что в случае каолинита вклад свойств поверхности самого фильтра в величину КУС исчезает при меньших концентрациях (от 0,32 мг/см^2) по сравнению с образцами почв. Ввиду однородности и малого размера частиц минерала, даже при низких концентрациях осаждаемой суспензии на фильтр, мы получили значения, соответствующие литературным данным – 27,8º.

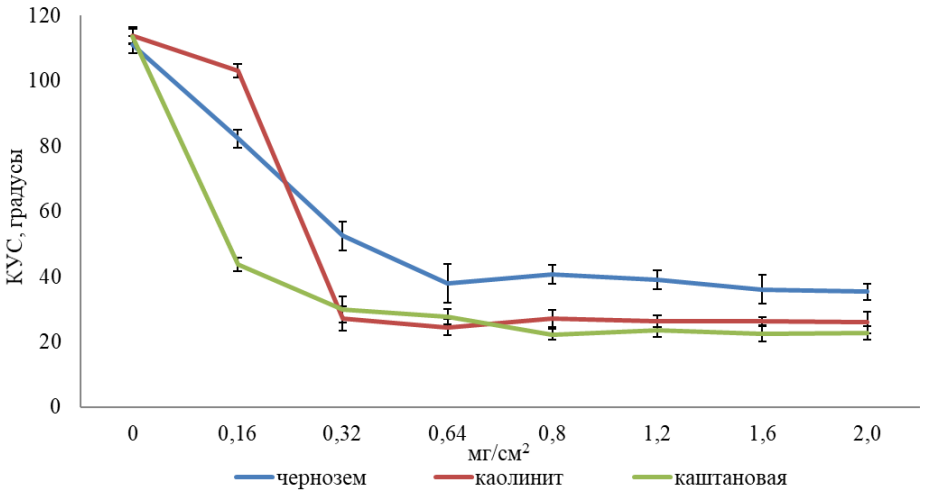


Рисунок 1. Краевой угол смачивания при разных концентрациях суспензий каолинита, чернозема и агрокаштановой почвы на мембранном фильтре Указано среднее значение и стандартное отклонение (n=18)

Достаточная объемная плотность на мембранном фильтре для воспроизводимых результатов и подтверждаемая критерием Крускала – Уоллиса составляет 0,8 мг/см^2. Т-критерий позволил определить оптимальный диапазон для определения КУС исследуемых образцов – от 0,8 до 1,6 мг/см^2. Стандартное отклонение величины КУС для единичного образца не превышало 1,8 градусов, что оказалось более чем в два раза ниже стандартного отклонения того же образца, подготовленного традиционным способом.

УДК 543.544

ОЦЕНКА ВКЛАДА ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ В УДЕРЖИВАНИЕ ПОЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА СИЛИКАГЕЛЕ И АМИНОФАЗЕ В ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ [1]

Шемякина А.О., Максимов Г.С., Байтемиров М.М., Смагина М.А., Чернобровкина А.В.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Россия 119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, с. 3
e-mail: a.o.shemyakina@yandex.ru

Разработан подход для оценки вклада электростатических взаимодействий в удерживание различных веществ в гидрофильной хроматографии. На силикагеле и 3-аминопропилсиликагеле показано его изменение в зависимости от концентрации буферного раствора и pH элюента. Предложены рекомендации селективного разделения многокомпонентных смесей, оценена стабильность сорбентов в рассматриваемых условиях.

An approach for evaluating the contribution of electrostatic interactions to retention of various analytes was developed using mobile phases with varying pH, concentration of the buffer solution, and aminopropyl and unmodified silica. Conditions for the selective separation of multicomponent mixtures were optimized and stability of the phases in working conditions was estimated.

Режим гидрофильной хроматографии (ГИХ) предполагает использование подвижных фаз с высоким содержанием органического растворителя (обычно ацетонитрила) и сорбентов с различными полярными функциональными слоями для разделения широкого круга аналитов, многие из которых содержат кислотные или основные группы. Большинство коммерческих и создаваемых в лабораториях неподвижных фаз для ГИХ характеризуются наличием заряженных в определенном диапазоне pH центров, обусловленном структурой поверхностного слоя или остаточными группами матрицы. Присутствие таких центров обеспечивает реализацию электростатических взаимодействий с ионизированными соединениями. Вклад данного механизма в удерживание вещества зависит от его природы, структуры сорбента и состава подвижной фазы (доли ацетонитрила, концентрации, природы и pH буферного раствора). Подробное изучение описанных процессов в хроматографической системе является необходимым для понимания

[1] Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, грант № 20-13-00140, в рамках Программы развития Междисциплинарной научно-образовательной школы Московского университета "Будущее планеты и глобальные изменения окружающей среды".

способов управления селективностью разделения сложных смесей веществ различной природы.

В данной работе для оценки вклада электростатических взаимодействий в различных условиях предложили подход, позволяющий независимо оценивать влияние кислотности и концентрации элюирующего иона в подвижной фазе на удерживание модельных веществ и на свойства самого сорбента. Учитывали изменение pH среды при переходе от водной составляющей ($^{w}_{w}$pH) к водно-органической смеси элюента с высоким содержанием ацетонитрила ($^{s}_{w}$pH). В отличие от применяемых в научных работах приёмов, в данном исследовании использовали буферные системы на основе разных карбоновых кислот и их натриевых солей вблизи pK_a, что позволило варьировать pH в диапазоне $^{w}_{w}$pH 3-5 ($^{s}_{w}$pH 5-9 при использовании элюента, содержащего 90 об.% ацетонитрила). В группу модельных аналитов были включены вещества разных классов и гидрофильности: органические катионы (N,N,N-триметилфениламмоний, тиамин), анион (п-толуолсульфонат), слабые кислоты (бензойная кислота, ксантин) и нейтральные соединения (урацил, уридин, цитозин). Такой приём позволил не только фиксировать концентрацию элюирующего иона при переходе от одного pH к другому, но и точнее её контролировать.

Предложенный подход был применён для двух неподвижных фаз: немодифицированного силикагеля и 3-аминопропилсиликагеля, представляющих собой популярные матрицы для создания новых сорбентов разнообразной функциональности. По удерживанию органических ионов был установлен диапазон pH, соответствующий наибольшей ионообменной селективности каждой матрицы. В случае аминофазы показано, что при $^{s}_{w}$pH порядка 8 и ниже электростатические взаимодействия ионов с сорбентом вносят существенный вклад в их удерживание, для силикагеля – при $^{s}_{w}$pH порядка 8,5 и выше. С увеличением pH на сорбентах наблюдали возрастание факторов удерживания слабых кислот, что связано с их собственной диссоциацией и, как следствие, ростом вклада распределительного механизма в удерживание. Было установлено, что подобное варьирование состава элюента вызывает деградацию 3-аминопропилсиликагеля, приводящую к ухудшению гидрофильных и анионообменных свойств фазы.

Регулирование вклада электростатических взаимодействий в удерживание путём изменения кислотности элюента и концентрации буферного раствора позволило существенно воздействовать на эффективность и селективность разделения смеси модельных аналитов различного заряда и гидрофильности (уридина, цитозина, ксантина, бензойной кислоты, п-толуолсульфоната, N,N,N-триметилфениламмония, тиамина). Удалось добиться её полного разрешения на силикагеле в условиях, соответствующих высокой катионообменной ёмкости сорбента – при $^{s}_{w}$pH 8,7, 10 мМ концентрации пропионатного буферного раствора и 90 об.% ацетонитрила в элюенте.

УДК 543.544

ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЗМОВ УДЕРЖИВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ ЦВИТТЕР-ИОННЫХ СОРБЕНТОВ НА ИХ РАЗДЕЛЕНИЕ В РЕЖИМЕ ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ [1]

Максимов Г.С., Шемякина А.О., Крыжановская Д.С., Ужель А.С., Чернобровкина А.В.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Россия 119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, с. 3
e-mail: grigorii.maksimov@chemistry.msu.ru

Изучен комплексный механизм удерживания органических кислот различной гидрофильности в режиме гидрофильной хроматографии на новых сорбентах на основе силикагеля с ковалентно привитыми цвиттер-ионными функциональными слоями разной структуры. Установлен доминирующий вклад электростатических взаимодействий в удерживание карбоновых кислот на полученных сорбентах. Установлено влияние расположения и структуры цвиттер-иона на хроматографические параметры разделения отрицательно заряженных гидрофильных соединений. Предложен способ компенсации эффективности при создании гиперразветвленных цвиттер-ионных слоев.

The complex retention mechanism for organic acids of different hydrophilicity in HILIC mode on the novel adsorbents based on silica with covalently grafted zwitterionic functional layers of different structures was studied. The dominant contribution of electrostatic interactions to the retention of carboxylic acids on the obtained phases has been established. The effect of the location and structure of the zwitterion on the chromatographic parameters of the separation of negatively charged hydrophilic compounds has been revealed. A method for compensating the efficiency in creating hyperbranched zwitterionic layers is proposed.

Структура неподвижных фаз является ключевым фактором, определяющим селективность разделения и эффективность определения веществ в различных видах жидкостной хроматографии. Все более комплексные практические задачи диктуют необходимость повышения селективности сорбентов к различным аналитам и зачастую использования нескольких хроматографических методов. Создание универсального сорбента, позволяющего работать в разных режимах ВЭЖХ, позволило бы заместить несколько традиционных колонок, предназначенных для индивидуального режима, и таким образом повысить экономичность и доступность анализов.

[1] Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, грант № 23-73-01145, в рамках Программы развития Междисциплинарной научно-образовательной школы Московского университета "Будущее планеты и глобальные изменения окружающей среды".

В данной работе предложены новые селективные сорбенты, применимые в режиме гидрофильной ВЭЖХ, которые также пригодны для разделения отрицательно заряженных полярных веществ. Такой подход позволит обходиться без дополнительного дорогостоящего ионохроматографического оборудования, традиционно использующегося для определения веществ анионного характера.

Цвиттер-ионные неподвижные фазы, содержащие в функциональном слое положительно и отрицательно заряженные фрагменты, обладают высокой гидрофильностью и позволяют реализовывать распределительный и адсорбционный механизмы удерживания полярных веществ. При варьировании доли органического модификатора и ионной силы элюента можно регулировать электростатические взаимодействия аналитов с заряженными функциональными группами таких неподвижных фаз. Таким образом, комбинация механизмов позволяет управлять удерживанием полярных анионов, а выбор архитектуры функционального слоя сорбента - влиять на хроматографические характеристики создаваемых материалов.

На свойства цвиттер-ионных неподвижных фаз оказывают влияние не только природа цвиттер-иона, но и его положение в функциональном слое. Гиперразветвленная структура слоя позволяет создать высокую анионообменную селективность путем внедрения цвиттер-ионов с различными кислотными группами во внутренней и внешней части таких покрытий. Снижение эффективности с увеличением толщины функционального слоя необходимо компенсировать, что предположительно может быть достигнуто с помощью определенных цвиттер-ионов.

В работе использовали 1,4-бутандиолдиглицидиловый эфир как наиболее распространенный бифункциональный реагент для получения гиперразветвленных сорбентов, а в качестве цвиттер-ионов использовали аминокислоты, содержащие карбоновые, дикарбоновые и сульфогруппы.

Оценено влияние структуры сорбентов на эффективность и селективность разделения органических кислот. При увеличении силы кислотной группы цвиттер-иона как во внутренней, так и во внешней части функционального слоя сорбентов удалось скомпенсировать потерю в эффективности, наблюдаемую при формировании гиперразветвленной структуры слоя. Использование дикарбоновой иминодиуксусной кислоты во внешней части слоя обеспечило лучшую разделяющую способность для модельной смеси кислот среди ряда полученных фаз, что позволило разделить 10 карбоновых кислот за 25 мин с эффективностью до 18000 тт/м.

Для лучшего сорбента проведена оценка вклада распределительного, адсорбционного механизмов и электростатических взаимодействий в удерживание карбоновых кислот, установлен доминирующий вклад электростатических взаимодействий. Полученные данные способствуют направленному контролю над мультифункциональными свойствами при создании универсальных неподвижных фаз.

УДК 544

МОДЕЛИ УДЕРЖИВАНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ХИНОЛИНА ИЗ ВОДНО-АЦЕТОНИТРИЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Капитонов А.В., Рыжкин С.А., Курбатова С.В.

[1] Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева 443011, г. Самара, у. Акад Павлова, 1;
e-mail: curbatsv@gmail.com

Исследована сорбция производных хинолина в условиях обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии на сверхсшитом полистироле и октадецилсиликагеле из водноацетонитрильных растворов. Рассмотрены возможности применения моделей конкурентной сорбции зависимости сорбционных характеристик от строения и физико-химических свойств сорбатов.

Sorption of quinoline derivatives under conditions of reversed-phase high-performance liquid chromatography on supercrosslinked polystyrene and octadecylsilica gel from water-acetonitrile solutions has been studied. The possibilities of application of competitive sorption models of dependence of sorption characteristics on the structure and physicochemical properties of sorbates are considered.

Одной из основных проблем при моделировании хроматографического процесса и прогнозировании удерживания в условиях высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) является необходимость учета широкого спектра межмолекулярных взаимодействий в хроматографической системе. Существенную роль в подобных взаимодействиях, особенно в условиях обращеннофазового варианта ВЭЖХ, как известно, играет присутствие полярного элюента, склонного к подобного рода взаимодействиям как с поверхностью сорбента, так и с молекулами сорбатов. В то же время варьирование состава элюента позволяет оценить вклады различных взаимодействий в сорбцию в зависимости от строения молекул сорбатов [1].

В настоящей работе исследована возможность применения моделей Снайдера-Сочевинского и Скотта-Кучеры для установления влияния состава элюента на сорбцию производных хинолина в условиях ВЭЖХ из водноацетонитильных растворов. В качестве сорбентов использованы сверхсшитый полистирол (ССПС) и октадецилсиликагель (ОДС). На основании полученных результатов установлено, что в целом с увеличением концентрации ацетонитрила в элюенте величины фактора удерживания исследованных производных хинолина уменьшаются и для сверхсшитого полистирола, и для октадецилсиликагеля, что позволяет аппроксимировать удерживание моделью Снайдера – Сочевинского. Однако, присутствие таких функциональных групп и заместителей, как

гидроксил, тиенил, пиридил и др., способных к специфическим взаимодействиям с компонентами подвижной фазы, приводит к существенным отклонениям от линейной зависимости, характеризующей данную модель. Интересно отметить при этом, что для галогенпроизводных хинолина возрастание концентрации ацетонитрила в элюенте увеличивает энтальпию сорбции на ССПС, что, вероятно, связано с возможной модификацией поверхности сорбента молекулами элюента, результатом чего является отклонение от конкурентного механизма сорбции [2]. Кроме того, некоторые отклонения от модели можно также интерпретировать различиями в площади контакта сорбируемых молекул производных хинолина разного строения с поверхностью сорбента, определяемой, в свою очередь, энергетически более выгодной ориентацией молекулы относительно этой поверхности. При этом следует иметь ввиду, что увеличение площади контакта и уменьшение расстояния сорбат – сорбент при такой ориентации может и не сопровождаться выигрышем в энергии в результате возможных внутренних напряжений в молекулах производных хинолина. При переходе от ОДС к ССПС наблюдается существенный рост удерживания практически для всех исследованных вещества вне зависимости от состава элюента. При этом наиболее заметно это возрастание для соединений с заместителями, неспособными к специфическим взаимодействиям с подвижной фазой, что свидетельствует о значительной роли специфических взаимоействий производных хинолина с поверхностью ССПС.

Модель Скотта-Кучеры аналогично в целом хорошо аппроксимирует зависимость удерживания производных хинолина на сверхсшитом полистироле и октадецилсиликагеле от состава элюента с коэффициентами аппроксимации, близкими к 1. Некоторые отклонения от данной модели для производных хинолина, содержащих в структуре сложноэфирную группу, тиенил или пиридил, вероятно, также являются результатом сильных межмолекулярных взаимодействий этих веществ с элюентом, которые не учитывает модель Скотта-Кучеры. Можно надеяться, что предполагаемое нами в дальнейших исследованиях моделирование образующихся в хроматографической системе сорбционных комплексов, а также расчет энергии адсорбции и сольватации позволит выявить предпочтительные ориентации молекул сорбатов относительно сорбента, а также более подробно описать механизм сорбции полифункциональных производных хинолина.

Литература

1. *Nekrasova N.A., Kurbatova S.V.* // Journal of Chromatography A. 2017. Vol. 1492. P. 55–60.

2. *Рыжкин С. А., Курбатова С. В., Земцова М. Н.* // Журн. физич. химии. 2022. Т. 96, № 10. С. 1506–1512.

УДК 543.552

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕДНИЗОНА НА ГРАФИТОВОМ ЭЛЕКТРОДЕ

Липских М.В., Короткова Е.И.

ТПУ, Россия 634059, г. Томск, пр. Ленина, 30
e-mail: mvl20@tpu.ru

Работа посвящена разработке вольтамперометрического способа определения гормона преднизона в сыворотке крови. В качестве аналитического сигнала используется пик электровосстановления преднизона на графитовом электроде в буферном растворе Бриттона-Робинсона при потенциале -1,32В. Разработанный метод применен для количественного определения преднизона в сыворотке крови методом введено-найдено.

The work is devoted to the development of a voltammetric method for prednisone determination in blood serum. Electroreduction peak on a graphite electrode in Britton-Robinson buffer solution at a potential of -1.32V was used as an analytical signal. The developed method was applied for quantitative determination of prednisone in blood serum by the standard addition method method.

Кортикостероиды обладают важными физиологическими свойствами, такими как противовоспалительное и антистрессовое действие и считаются наиболее эффективным средством лечения актуальных заболеваний [1]. Преднизон является синтетическим кортикостероидом широкого спектра действия, назначаемым при лечение таких заболеваний как бронхиальная астма, ревматоидный артрит, различные заболевания почек и т.д. [2]. Для количественной оценки содержания преднизона применяются различные физико-химические методыь анализа, в том числе электрохимические.

В работе предлагается применение метода вольтамперометрии для контроля содержания преднизона в сыворотке крови. Исследование электрохимических свойств преднизона проводили на графитовом электроде в буферном растворе Бриттона-Робинсона при различных значения pH. В качестве вспомогательного и электрода сравнения применяли хлоридсеребряные электроды. Перед каждым определением проводили предварительное барботирование фонового электролита газообразным азотом для удаления растворенного кислорода.

Преднизон электрохимически активен в катодной области потенциалов. Были подобраны рабочие условия определения преднизона, а именно: буферный раствор Бриттона-Робинсона pH 7,0±0,4, $E_{нак}$=0,8В, $t_{нак}$=20с, w=80 мВ/с. Линейная зависимость тока электровосстановления преднизона от концентрации наблюдалась в диапазоне $0{,}5\cdot10^{-6}$-$3{,}0\cdot10^{-6}$ М с

уравнением регрессии I=42,703·C+0,2939 (R^2=0,9985) и пределом обнаружения $0,43 \cdot 10^{-6}$ М.

Для определения преднизона в сыворотке крови в электрохимическую ячейку вносили аликвоту сыворотки крови и регистрировали вольтамперограмму в диапазоне потенциалов от -0,5 до -1,7В. Как видно из рисунка 1, в сыворотке крови отсутствуют компоненты, дающие электрохимический сигнал в данной области потенциалов. Далее в ячейку вводили сыворотку крови, содержащую стандартную добавку преднизона и наблюдали появление электрохимического сигнала. После этого вносили еще две стандартные добавки преднизона, при добавлении которых происходило увеличение интенсивности сигнала.

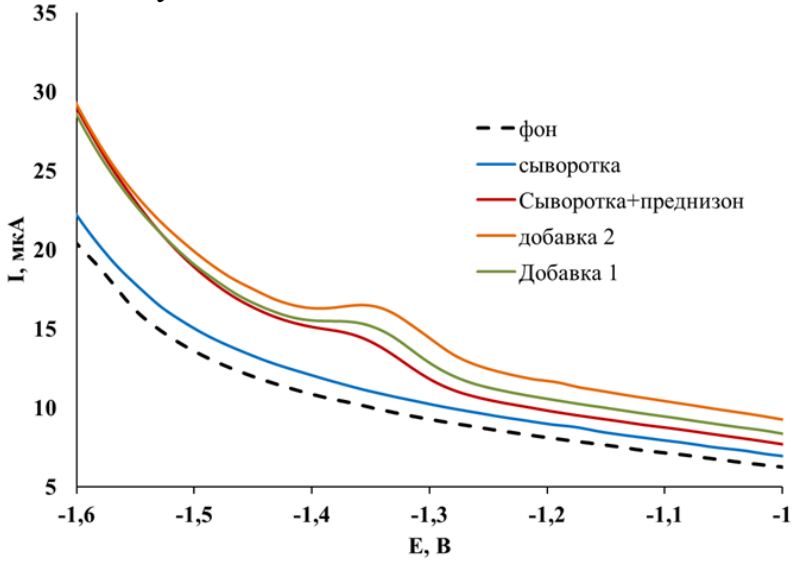


Рис. 1. Вольтамперограммы электровосстановления гормона преднизона в буферном растворе Бриттона-Робинсона pH 7,0

С помощью предложенного способа методом стандартных добавок была определена концентрация преднизона в сыворотке крови человека (Табл. 1).

Таблица 1 - Результаты определения содержания преднизона в сыворотке крови методом «введено-найдено» (n=6, P=0,95)

$C_{предн.}$ в пробе, μM	Введено, μM	Найдено, μM
-	0,7	0,71±0,12
	0,5	1,19±0,21
	0,5	1,70±0,33

Литература

1. *Goyal R.N., Bishnoi S. //* Talanta. 2009. № 79. P. 768-774.
2. *Sahoo S., Satpati A.K. //* Biosensors and Bioelectronics: X. 2022. № 10. P. 100119.

УДК 541.12

ИССЛЕДОВАНИЕ АДСОРБЦИИ D-ГИСТИДИНА УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Ле Динь Туан

[1] *ВГУ,Россия 394018, г. Воронеж,Университетская площадь, 1;*
e-mail: ledinhtuan@hpu2.edu.vn

В работе были построены изотермы адсорбции D-гистидина углеродными нанотрубками при разных температурах. Установлено уравнение регрессии, представляющее изменение максимальной величины адсорбции D-гистидина в зависимости от температуры.

In this work, adsorption isotherms of D-histidine by carbon nanotubes were plotted at different temperatures. A regression equation was established representing the change in the maximum adsorption value of D-histidine as a function of temperature.

Как один из материалов со многими уникальными физическими и химическими свойствами, УНТ стали перспективным материалом для многих технологических областей, таких как нанотехнологии [1-3]. Чтобы использовать УНТ в приложений в биомедицинской, необходимо понять природу взаимодействия между УНТ и биологическими молекулами, простейшими из которых являются аминокислоты. Поэтому в данной работе мы исследовали взаимодействие D-гистидина с УНТ в водном растворе при различных температурах (25, 35, 45, 55, 65 и 80°C).

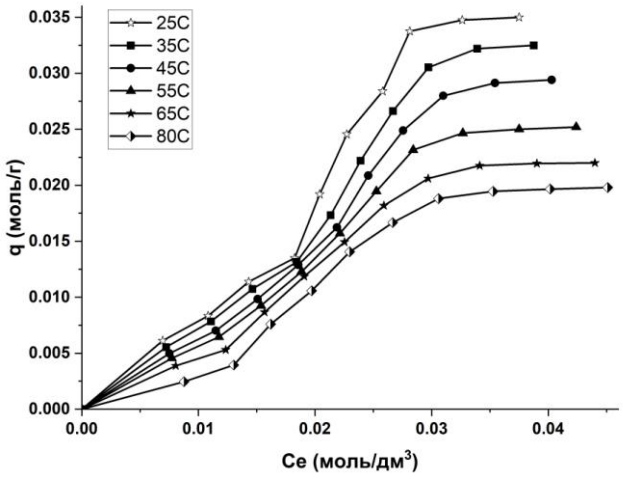


Рис. 1. Изотермы адсорбции D-гистидина на УНТ при 25, 35, 45, 55, 65 и 80°C.

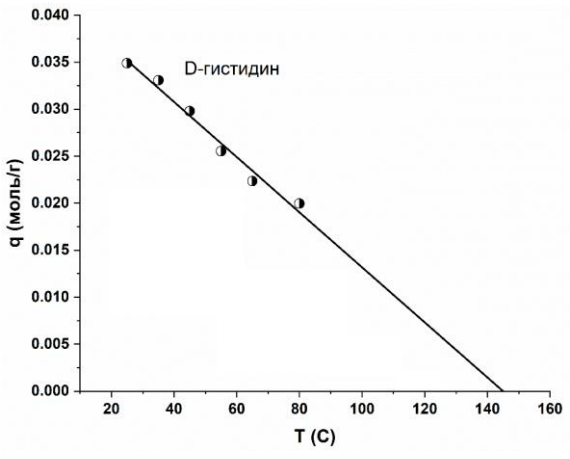


Рис. 2. Зависимость величины максимальной адсорбции от температуры.

Объектами исследования являлись D-гистидин производства Sigma-Aldrich и одностенные углеродные нанотрубки mkNANO MKN-SWCNT S1

(Канада). Для построения изотерм углеродные нанотрубки заливались водным раствором аминокислот различных концентраций. Полученные суспензии подвергались воздействию ультразвука, перемешивались в шейкер-инкубаторе при 25, 35, 45, 55, 65, и 80°C в течение определенного времени, исходя из результатов кинетических исследований, до достижения равновесия. Полученный раствор был центрифугировались. Определение концентрации аминокислоты в супернатанте проводилось методом спектрофотометрии.

Полученные результаты представлены на рисунке. 1 в форме изотермы адсорбции. Относительное стандартное отклонение в экспериментах составило 6%. Очевидно, что при температуре 25°C изотерма имеет два плато и относится к IV типу, а при остальных температурах они имеют сигмовидную форму и относятся к V типу по классификации ИЮПАК. С ростом температуры, величина адсорбции D-гистидина на УНТ снижается. Это обусловлено ослаблением адсорбционной связи между УНТ и аминокислотой, приводящем к увеличению десорбции с ростом Т. Наклоны начального участка изотерм уменьшаются с ростом температуры, что свидетельствует об экзотермичности процесса. Согласно принципу Ле Шателье при увеличении температуры равновесие смещается в сторону эндотермичности. Это приводит к увеличению десорбции и снижению величины адсорбции с ростом температуры.

На рис. 2 представлены зависимости величины максимальной адсорбции D изомера на УНТ от температуры, полученные из экспериментальных изотерм. Уравнение регрессии имеет вид: q_{max} (T) = -0.2920*10^{-3}T + 0.0426, R^2= 0.980. Из этого уравнения можно найти температуру, при которой гипотетически возможна 100% десорбция аминокислоты во внешний раствор. Полученный значение для D-гистидина составляют соответственно Т ~146°C. Хотя данные температуры превышают температуру кипения водного раствора, результаты позволяют сделать вывод, что адсорбционная способность гистидина значительно зависит от температуры, поэтому ее можно использовать для регенерации УНТ.

Таким образом, экспериментально доказано, что величина адсорбционной способности D-гистидина углеродными нанотрубками снижается с ростом температуры.

Литература

1. *Раков Е.Г.* // Успехи химии. 2013. Т. 82. №1. С. 27-47.
2. *Zhai P., Isaacs J.A., Eckelman M.J.* // Appl. Energy. 2016. V. 173. P. 624-634.
3. *Kumar S., Rani R., Dilbaghi N.,* et al. // Chem. Soc. Rev. 2017. V. 46. P. 158-196.

УДК 543.552.054.1

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВЕ И ОВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

Егорова И.В. [1], Панова Л.П. [1], Родионова Н.А. [1], Ромашкина А.А. [1]

[1] *ФГБОУ ВО «Благовещенский государственный педагогический университет», Россия 675000, г. Благовещенск, ул. Ленина, д. 104;*
e-mail: bgpu.chim.egorova@mail.ru

Вольтамперометрическим методом определено содержание тяжелых металлов в почве и овощах, выращенных в Амурской области. Содержание в почве цинка, кадмия, свинца и меди не превышает фоновые концентрации и ОДК. Овощная продукция не накапливает цинк, кадмий и свинец.

The voltammetric method was used to determine the content of heavy metals in soil and vegetables grown in the Amur region. The content of zinc, cadmium, lead, and copper in the soil does not exceed background and approximately permissible concentrations. Vegetable products do not accumulate zinc, cadmium and lead.

Сельскохозяйственная продукция, выращенная на фермерских полях, подвергается различным негативным воздействиям, таким как внесение удобрений, гербицидов и других средств химизации. Известно, что применение удобрений ведет к увеличению содержания тяжелых металлов (ТМ) в почве.

Важным индикатором экологического состояния является коэффициент биологического поглощения (КБП), который определяет способность биологических организмов поглощать и накапливать ТМ из окружающей среды.

Цель данной работы определение содержания тяжелых металлов в системе почва – растение.

Объектами исследования являются почвы земель сельхозугодий Амурской области и овощная продукция, выращенная на данных землях.

Отбор и анализ проб проводили согласно ГОСТ 17.4.4.02-2017, ГОСТ 34668-2020, МУ 08-47/203, ГОСТ 33824-2016 в течение 2020-2023 годов. Исследования проводили в аналитической лаборатории Благовещенского государственного педагогического университета с использованием прибора СТА-1.

Результаты анализов приведены таблицах 1, 2.

Таблица 1. Содержание тяжелых металлов в образцах почвы и овощах

Объект	Концентрация ТМ, мг/кг (P = 0,95)			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Почва	4.17 ± 0.81	1.4 ± 0.3	1.19 ± 0.23	0.48 ± 0.22
ОДК	220	2.0	130	132

Согласно полученным данным содержание ТМ в почве не превышает фоновые концентрации и ОДК, содержание в почве кадмия близко к предельному значению [1, 2].

Анализ данных таблиц 1, 2 и значения КБП (< 1, таблица 3) позволяют сделать вывод, что овощная продукция не накапливает цинк, кадмий и свинец. Содержание меди в почве не превышает ОДК, однако высокое значение КБП свидетельствует об активном ее поглощении и накоплении.

Таблица 2. Содержание тяжелых металлов в овощах

Объект	Концентрация ТМ, мг/кг (P = 0,95)			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Лук батун «Нежность»	1.0 ± 0.2	**0.031 ± 0.006**	**0.45 ± 0.09**	1.6 ± 0.3
Морковь «Лосино-островская»	0.62 ± 0.12	**0.028 ± 0.006**	0.38 ± 0.08	1.23 ± 0.26
Свекла «Египетская плоская»	0.61 ± 0.14	**0.028 ± 0.006**	0.25 ± 0.05	1.1 ± 0.2
Картофель «Адретта»	0.57 ± 0.11	0.015 ± 0.008	**0.43 ± 0.08**	2.3 ± 0.4
Томаты «Новичок»	0.25 ± 0.05	**0.034 ± 0.006**	0.073 ± 0.015	1.9 ± 0.3
ПДК	10.0	0.03	0.5	5.0

По величине валового накопления в овощной продукции ТМ располагаются в следующий ряд: Cu > Pb > Zn > Cd.

Таблица 3. Значение коэффициента биологического поглощения анализируемых овощей

Объект	КБП			
	Цинк	Кадмий	Свинец	Медь
Лук батун «Нежность»	0.21	0.022	0.38	3.3
Морковь «Лосиноостровская»	0.15	0.020	0.32	2.6
Свекла «Египетская плоская»	0.15	0.020	0.21	2.3
Картофель «Адретта»	0.14	0.011	0.36	4.8
Томаты «Новичок»	0.06	0.024	0.06	4.0

Транслокация ТМ в растениях – сложный процесс, на который влияет ряд факторов: почвенно-климатические условия, свойства загрязняющих веществ, вид и возраст растений.

Литература

1. Ориентировочно допустимые концентрации (ОДК) химических веществ в почве: Гигиенические нормативы. – Москва: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.

2. *Бородина Н.А*. // Международный журнал гуманитарных и строительных наук. 2022. Биологические науки. № 1-1. С. 6.

УДК 543.054

СРАВНЕНИЕ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ БЛОЧНО-ПОРОЗНЫХ СОРБЦИОННЫХ СИСТЕМ

Карсункина А.С. [1], Платонов И.А., Новикова Е.А., Маргарян А.Э.

Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П. Королева, Россия 443086, г. Самара, Московское ш., д.34а, корп. 3;
e-mail: karsunkina.alesya@mail.ru

В представленной работе показано изучение возможности получения блочно-порозных сорбционных систем с различным сорбционно-активным материалом на примере активного угля БАУ, Полисорба-1, диоксида кремния для концентрирования и десорбции летучих органических веществ из газовых сред и сравнение их сорбционных свойств.

The presented work shows the study of the possibility of obtaining block-porous sorption systems with various sorption-active materials using the example of BAU active carbon, Polysorb-1, silicon dioxide for the concentration and desorption of volatile organic substances from gaseous environs and a comparison of their sorption properties.

В настоящее время создание сорбционных систем, в которых мелкодисперсный сорбционно-активный материал нанесен на поверхность инертного носителя, является актуальной задачей в аналитической практике, т.к. открывает большие возможности в анализе различных сред [1]. В качестве материала-основы может быть использован блочно-порозный материал, позволяющий снизить сопротивление массопередаче и повысить его эффективность за счет модифицирования поверхности различными сорбционно-активными материалами [2].

Исходя из этого, целью представленной работы является создание блочно-порозных сорбционных систем для определения летучих органических соединений в газовых средах и сравнение их сорбционных свойств.

В ходе экспериментальной работы были изготовлены образцы сорбционных систем из проволочной спирали, полученных в виде блоков диаметром 8 мм и высотой 28 мм на основе стали и алюминия с неокисдированной и оксидированной поверхностью, порозность которых составляет 0,6. В качестве сорбционно-активных материалов (САМ) для сравнения были использованы активный уголь БАУ, Полисорб-1 и диоксид кремния. Для нанесения САМ применяется суспензионный метод. Для некоторых образцов применен полиметилсилоксан (ПМС) в качестве связующего компонента. Перед дальнейшим исследованием каждый образец подвергается кондиционированию для удаления остаточных примесей.

Оценка сорбционных свойств основывается на сравнении степени извлечения на стадиях концентрирования и десорбции микропримесей гексана. Исследование всех газовых смесей, полученных в ходе эксперимента, оценивается газохроматографическим методом. Извлечение гексана проводится термодесорбцией.

При изучении сорбционно-десорбционных свойств полученных образцов на основе диоксида кремния установлено, что максимальное значение степени извлечения при сорбции составляет 95%, однако при повторном использовании систем степень извлечения составляет 30-40%, что недостаточно для проведения эффективного концентрирования. Степень извлечения при концентрировании для образцов на основе активного угля БАУ и Полисорба-1 сопоставимы и составляют около 97%. Наибольшая степень извлечения при десорбции достигнута у образца на основе Полисорба-1 и ПМС в качестве связующего.

Установлено, что несмотря на то, что масса нанесенного диоксида кремния больше по сравнению с Полисорбом-1 и активным углем БАУ, степень извлечения при сорбции в два раза меньше. Это может быть связанно с тем, что сорбционная активность диоксида кремния по отношению к гексану значительно ниже по сравнению с Полисорбом-1 и активным углем БАУ, поэтому даже увеличение массы сорбента не привели к значительному увеличению сорбированного компонента.

Во-вторых, при создании блочно-порозных систем на основе Полисорба-1 и активного угля БАУ по данным микроскопии было установлено, что образуется большое количество участков с агломератами сорбента, т.е. наблюдается практически равномерное нанесение САМ. В случае создания блочно-порозных систем на основе диоксида кремния предполагается образование крупных агломератов с ограниченной поверхностью для реализации сорбционно-десорбционных процессов.

Таким образом, в ходе работы установлено, что наибольшие степени извлечения при сорбции и десорбции были достигнуты для образца на основе Полисорба-1 и ПМС в качестве связующего и составляют 97% и 67%, соответственно, что позволяет использовать их для исследования летучих органических соединений в газовых средах.

Литература

1. *Родинков О.В., Москвин Л.Н* // Журнал аналитической химии. 2012. Т.67. № 10. С. 908-916.

2. *Платонов И.А., Карсункина А.С., Новикова Е.А.* // Сорбционные и хроматографические процессы. 2021. Т.21. № 4. С. 478-485.

УДК 543

ГРАДИЕНТНОЕ ЭЛЮИРОВАНИЕ ГИДРОФИЛЬНЫХ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ НА УГЛЕРОДНОМ СОРБЕНТЕ HYPERCARB ВОДНЫМИ РАСТВОРАМИ МУРАВЬИНОЙ КИСЛОТЫ[1]

Гутенев К.С., Статкус М.А., Цизин Г.И.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии; г.Москва, Ленинские горы 1с3.
e-mail: g-5676@yandex.ru

Для изучения удерживания аналитов применяли изократическое и градиентное элюирование водным раствором муравьиной кислоты и варьировали состав подвижной фазы перед инжекцией раствора образца. Показано, что вытеснительный «квази-ионнообменный» механизм удерживания аналитов является наиболее вероятным.

To investigate the retention of analytes, isocratic and gradient elution with an formic acid aqueous solution was used and the composition of the mobile phase was varied before sample solution injection. It is shown that the displacing "quasi-ion exchange" retention mechanism of analytes is the most probable.

Из-за высокой опасности и токсичности продуктов трансформации отравляющих веществ – алкилфосфоновых кислот; а также гидрофильных фосфорорганических пестицидов необходима разработка простых и эффективных методов их определения в объектах окружающей среды. Известно, что Hypercarb значительно лучше удерживает подобные полярные соединения в сравнении с наиболее встречающийся в ОФ ВЭЖХ силикагель С18.

Установлено, что применение градиента муравьиной кислоты увеличивает время удерживания аналитов и улучшает их разделение в сравнении с изократическим режимом на колонке Hypercarb. На примере фосфорорганических пестицидов было показано, что градиентное элюирование влияет на аналиты, находящиеся в нейтральной среде в форме анионов, в то время как удерживание аналитов-катионов не изменяется. Показано, что наличие гидрокарбоната в промывочной фазе перед инжекцией образца действует на поверхность сорбента аналогично наличию формиата в промывочной фазе.

Выдвинуто предположение, что особенности удерживания аналитов на сорбенте Hypercarb в этих условиях можно объяснить вытеснительным «квази-ионнообменным» механизмом элюирования, влиянием добавки анионов в составе подвижной фазы на взаимодействие аналитов кислотной природы с поверхностью сорбента.

[1] Работа выполнена рамках работ по теме госзадания № АААА-А21-121011990021-7.

УДК 543

ПОЛУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ ОРГАНИЧЕСКИХ СРЕД С ИЗВЕСТНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ОРГАНОРАСТВОРИМЫХ АНАЛИТОВ В ПРОЦЕССЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ МОНОЛИТНЫХ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫХ СИСТЕМ

Платонов И.А., Брыксин А.С.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34
e-mail: pia@ssau.ru

В работе представлены результаты исследования монолитных хромато-десорбционных систем (МХДС), с использованием которых представляется возможным получать растворы органических растворителей с известным содержанием целевого вещества динамическим способом.

The paper presents the results of a study of monolithic chromato-desorption systems (MCDS), with the use of which it seems possible to obtain solutions of organic solvents with a known content of the target substance in a dynamic method.

Хромато-десорбционный способ получения газовых смесей основан на равновесном насыщении летучими органическими соединениями потока инертного газа при его прохождении через трубчатую проточную систему, заполненную сорбентом с нанесенной на него летучей жидкостью, содержащей известное количество целевых веществ.

Сегодня особенно актуальна проблема создания жидких сред известного состава [1], и для её решения на основе принципов и закономерностей хромато-десорбционного способа получения газовых смесей были разработаны МХДС, состоящие из полимерной монолитной матрицы и адсорбента, на который сорбировали аналит [2]. Монолиты представляют собой разделительную среду, состоящую из непрерывного, единого блока вещества, изготовленного с помощью полимеризации, перенос вещества в котором происходит за счет конвективного потока внутри пор полимерной матрицы [3].

Изготовленные экспериментальные образцы исследовались в динамическом режиме экстракции с использованием специально разработанной экстракционной установки при температурах 25, 50 и 80°С и скорости потока элюента 3 $см^3$/мин, в качестве которого использовали *н*-октан.

По результатам хроматографического анализа октановых растворов органорастворимых аналитов можно заключить, что для получения

квазистационарных концентраций в режиме динамической экстракции необходимо обеспечить прохождение через исследуемые образцы 500-600 $см^3$ экстрагента при скорости потока 3 $см^3$/мин. Погрешность поддержания постоянных концентраций не превышает 10%.

Проведена сравнительная оценка степени извлечения органорастворимых аналитов из МХДС при различных температурах в динамическом режиме экстракции. Установлено, что увеличение температуры экстракции приводит к увеличению содержания исследуемых органорастворимых аналитов в *н*-октане.

В результате проведенного эксперимента был сделан вывод о том, что использование МХДС, состоящих из эпоксидной смолы и нанодисперсного адсорбента с нанесенными аналитами, позволяют получать растворы *н*-октана с известным содержанием аналитов в режиме динамической экстракции при 25, 50 и 80°С.

Полученные результаты могут быть использованы для создания растворов с известным содержанием органорастворимого аналита динамическим способом.

Литература

1. Платонов, И.А. Методы и средства приготовления стандартных газовых смесей / И.А. Платонов [и др.] // Журнал аналитической химии. – 2018. – Т. 73, № 2. – С. 83-105.
2. Пат. 202679 Российская Федерация, МПКG01N30/06. Устройство для получения концентраций аналита в малолетучих и нелетучих органических средах / Платонов И.А., Марилов С.В., Никишин И.А., Арутюнов Ю.И., Минахметов Р.А., Ефимов Е.Г., Брыксин А.С., Лабаев М.Ю.; заявитель и патентообладатель ООО «Планима Трассерс». – № 2020133259; заявл. 08.10.2020; опубл. 02.03.2021; Бюл. № 7. – 6 с.
Svec, F. Monolithic columns: A historical overview / F. Svec // Electrophoresis. – 2017. – V. 38. – № 22-23. – P. 2810–2820.

УДК 543.61, 543.631

ПАРОФАЗНЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЛЕТУЧИХ И СРЕДНЕЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ МЕЛИССЫ ЛЕКАРСТВЕННОЙ

Толочилин Н.А., Салманидина О.В., Онучак Л.А.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара
e-mail: nitol98@mail.ru

Проведено исследование состава летучих компонентов промышленного и ботанического образцов растения семейства яснотковые «Мелисса лекарственная» методом парофазного газохроматографического анализа. Определены индексы удерживания Ван-ден-Доола и Кратца и относительные площади пиков летучих компонентов.

The composition of the volatile components of the plant of the Lamiaceae family «Melissa officinalis» was determined using the method of headspace gas chromatographic analysis. The Van den Dool and Kratz retention indices and the relative peak areas of volatile components were determined. Headspace-spectra of chromatographic profiles were constructed.

Суть метода статического парофазного газохроматографического анализа (ПФА) заключается в получении газового экстракта исследуемого образца и дальнейшее его исследование на газовом хроматографе. Этот метод, несмотря на очевидные преимущества, в числе которых простота пробоподготовки, экспрессность и точность анализа, а также отсутствие негативного влияния жидких растворителей, практически не рассматривается в научной литературе для анализа лекарственного растительного сырья (ЛРС). С его помощью можно быстро определить состав равновесной паровой фазы (РПФ) ЛРС и представить его в виде headspace-спектра растения, т.н. «отпечатка пальца» – специфичного диагностического параметра, который можно использовать для определения подлинности ЛРС [1].

Целью данной работы являлось определение летучих и среднелетучих соединений в РПФ лекарственного растения семейства яснотковые «Мелисса лекарственная», собранной на территории Ботанического сада г. Самара, а также «Мелисса лекарственная» производства Фитофарм (Краснодарский край).

Газовую экстракцию проводили следующим образом. Высушенный образец ЛРС помещали в герметичный сосуд, который выдерживали в термостате в течение 20 минут при температуре 80°С. Эксперимент проводили на газовом хроматографе «Кристалл 5000.2», с использованием кварцевой капиллярной колонки «RTX-5» с малополярной 5%-дифенил 95%-диметилполисилоксановой неподвижной фазой (30м×0,32мм, d_f = 0,25

мкм) и ПИД. Использовали стандартный режим линейного программирования температуры (изотерма 40°С 2 мин, нагрев 4°С/мин до 160°С), рекомендуемый для определения индексов удерживания при программировании температуры (I_i^T) и идентификации компонентов на их основе. Из полученных экспериментальных данных рассчитывали индексы удерживания (I_i^T) и относительные площади пиков ($A_{отн,i}$) летучих компонентов ЛРС. Идентификация проводилась при помощи литературных данных и библиотеки *NIST 2.0* по величинам I_i^T.

В РПФ образца «Мелисса лекарственная» (Бот. сад) зарегистрировано 28 компонентов в интервале индексов удерживания I_i^T = 293±2 – 1417±2. Доминирующим по содержания является терпеноид борнеол (1149; 17,96%). В РПФ образца «Мелисса лекарственная» (Фитофарм) также зарегистрировано 28 компонентов в интервале индексов удерживания I_i^T = 316±2 – 1417±2. Доминирующим по содержанию, предположительно, является сложный эфир геранилацетат (1370; 19,80%).

Суммарно, в двух образцах обнаружено 19 общих компонентов, среди которых, идентифицированы: гексаналь (801), 6-метил-5-гептен-2-он (982), β-мирцен (990), фенилметанол (1032), е-β-оцимен (1046), линалоол (1098), куминальдегид (1246), тимохинон (1250), гераниол (1264), кариофиллен (1417). Эти результаты согласуются с литературными данными о компонентном составе, полученными при анализе эфирного масла мелиссы лекарственной.

На рис. 1 представлена диаграмма «относительная площадь пика – индекс удерживания» (headspace-спектр) образца «Мелисса лекарственная» (Бот. сад). Особенный набор входящих в ее состав летучих соединений и соотношение их концентраций формируют ее специфичный вид, что позволяет применять данный спектр для экспрессной идентификации и определения подлинности этого ЛРС при проведении дальнейших исследований. Иными словами, имея обширный набор подобных спектров в виде базы данных различных видов лекарственных растений, можно значительно облегчить проведение контроля подлинности ЛРС.



Рис. 1. Диаграмма «относительная площадь пика – индекс удерживания» (headspace-спектр) образца ЛРС «Мелисса лекарственная» (Бот. сад).

Литература

1. *Ермакова Н.В., Арутюнов Ю.И., Онучак Л.А., Афанасьева П.В., Куркина А.В.,* Газохроматографические профили летучих компонентов равновесной паровой фазы лекарственных растений «календула лекарственная», «зверобой продырявленный», «пижма обыкновенная» // Сорбционные и хроматографические процессы. 2016. Т. 16. № 1. С 17-28.

УДК 543.6

ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА D_3 В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ И ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

Драморецкая Я.С.[1], Бреннер А.А.[2], Дёрина К.В.[1]

[1] ФГАОУ ВО НИ ТПУ, Россия 634040, г. Томск, проспект Ленина, д.30;
[2] ООО «СЦДС», 630007, г. Новосибирск, ул. Коммунистическая, 35, офис 344
e-mail: yana230101@gmail.com

Проблема гиповитаминоза D_3 является актуальной и представляет угрозу для здоровья людей. Для коррекции недостатка витамина используются определенные добавки, их избыточное применение способствует гипервитаминозу D_3. В статье представлен вольтамперометрический метод контроля содержания холекальциферола в биологически активных добавках и пищевых продуктах.

The problem of hypovitaminosis D_3 is urgent and poses a threat to human health. Special supplements are used to correct the vitamin deficiency; their excessive use contributes to hypervitaminosis D_3. The article presents a voltammetric method of control of cholecalciferol content in biologically active supplements and food.

Витамин D_3 играет важную роль в организме человека, поскольку активно участвует в фосфорно-кальциевом гомеостазе. Холекальциферол является жирорастворимым витамином, который присутствует в продуктах питания. В организме человека он вырабатывается при попадании ультрафиолетовых солнечных лучей на кожу. Витамин D_3 поступает в организм в неактивной форме и только за счет двухступенчатого метаболизма превращается в активную гормональную форму – кальцитриол [1]. Этот витамин-гормон выполняет регуляционную, защитную, структурную функции в организме.

Дефицит витамина D_3 признан серьезной проблемой с большим количеством негативных последствий для здоровья. Для коррекции недостатка витамина D_3 применяются различные биологически активные добавки к пище и фортифицированные продукты. Тем не менее, избыток витамина данной группы способствует отложению кальция в органах и тканях, нарушению работы ЖКТ и др. Таким образом, актуальной является задача количественного определения и контроля содержания холекальциферола в продуктах питаниях и пищевых добавках.

Наиболее часто для определения содержания витамина D_3 в различных объектах применяют хроматографические методы анализа. Несмотря на свои достоинства: высокую точность и селективность определения, они также обладают рядом недостатков таких, как стоимость оборудования, необходимость наличия высококвалифицированного персонала и сложность миниатюризации оборудования. По этим причинам

существует необходимость в разработке селективных и недорогих способов детектирования. В данной работе представлен способ вольтамперометрической оценки содержания холекальциферола.

Метод состоит из двух процессов – дегидратации аналита и вольтамперометрического детектирования [2].

В работе использовалась трехэлектродная ячейка. В качестве рабочего электрода применялся углеродсодержащий композитный электрод, в качестве вспомогательного и электрода сравнения – хлоридсеребряные электроды. Фоновым электролитом являлась смесь ацетонитрила, хлорной кислоты и воды, которая применялась для дегидратации холекальциферола. В результате обработки аналита хлорной кислотой был получен электрохимический сигнал при потенциале +0,5 В. При отсутствии исследуемого образца в системе, сигнал не наблюдается.

Содержание холекальциферола в исследуемых биологически активных добавках представлено в таблице 1. Согласно полученным данным, содержание витамина D_3, полученное вольтамперометрически, соотносится с количеством, заявленным производителем.

Таблица 1 – Содержание холекальциферола в биологически активных добавках к пище.

Объект исследования	Содержание холекальциферола, мг/мл	
	определенное вольтамперометрически	указанное производителем
Витамин D3 в капсулах, производства Solgar Inc (США)	0,070 ± 0,010	0,080
Витамин D3 в капсулах, производства Healthy Origins (США)	0,030 ± 0,003	0,040
Витамин D3 в капсулах, производства Country Life (США)	0,025 ± 0,003	0,020
Витамин D3 в каплях, производства ChildLife Essentials (США)	0,035 ± 0,004	0,040
Витамин D3 в таблетках, производства DaVinci Laboratories of Vermont (США)	0,200 ± 0,030	0,250
Витамин D3 в каплях, производства Now Foods (США)	0,095 ± 0,050	1,000

Также проводилась оценка содержания витамина D_3 в пищевых продуктах.

Таким образом, данный метод может применяться для оценки содержания холекальциферола в пищевых добавках и продуктах питания с целью контроля качества продукции.

Литература

1. *Holick, M.* Vitamin D: extraskeletal health // Rheumatic Disease Clinics of North America. 2012, p. 95–105.

2. *Klouda, J., Nesmerak, K., Kocovsky, P., Barek, J., Kocovsky, P., Schwarzova-Peckova, K.* A novel voltammetric approach to the detection of primary bile acids in serum samples // Bioelectrochemistry. 2020, p. 1–11.

УДК 544.723.2

СОРБЦИЯ САПОНИНА *TRIBULUS TERRESTRIS* НА ХИТОЗАНЕ В РАВНОВЕСНЫХ УСЛОВИЯХ[1]

Ищенко У.С., Мироненко Н.В., Селеменев В.Ф., Крысанова Т.А.

ВГУ, Россия 394006, г. Воронеж, Университетская пл., д.1
e-mail: ulia28ischenko@gmail.com

Стероидные сапонины обладают широким спектром фармакологического действия и поэтому находят весьма широкое применение в фармакологической практике. Биосовместимость, биодеградируемость, нетоксичность хитозана, а также катионная природа раскрывают потенциал данного биополимера в качестве носителей ЛС для их адресной доставки. В работе проведено исследование сорбционного поглощения сапонинов хитозаном в равновесных условиях. Проведен анализ равновесных кривых сорбции сапонина Tribulus Terrestris на хитозане. Установлено, что ход кривых изотермы сорбции сапонина определяется конкурирующими процессами ассоциации в растворе и на поверхности хитозана.

Steroid saponins have a wide spectrum of pharmacological action and therefore find very wide application in pharmacological practice. Biocompatibility, biodegradability, non-toxicity chitosan, as well as its cationic nature reveal the potential of this biopolymer as drug carriers for their targeted delivery. The study of sorption absorption of saponins by chitosan under equilibrium conditions was carried out. Equilibrium sorption curves of Tribulus Terrestris saponin on chitosan have been analyzed. It is established that the course of the saponin sorption isotherm curves is determined by competing association processes in solution and on the chitosan surface.

Стероидные сапонины, выделенные из лекарственного растения Tribulus Terrestris находят применение в медицине и косметологии, но из-за гемолитической активности и сильного раздражающего действия их используют ограниченно [1-2]. Снизить порог токсичности вещества при сохранении фармакологического эффекта позволяет инновационное направление в технологии изготовления лекарственных средств - сорбционное связывание с использованием матриц-энтеросорбентов [2].

Объектом исследования являлась суммарная фракция сапонинов, выделенных из лекарственного растения Tribulus Terrestris. В качестве сорбента выступал хитозан, используемый как биологически активная добавка к пище. Сорбционное равновесие в системе «сапонин – хитозан» изучали при температуре 298±2 К в статических условиях методом переменных концентраций.

[1] Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ВУЗам в сфере научной деятельности на 2023-2025 годы, проект FZGU-2023-0009.

Вид изотерм сорбции приведен на рис. 1 (1, 2).

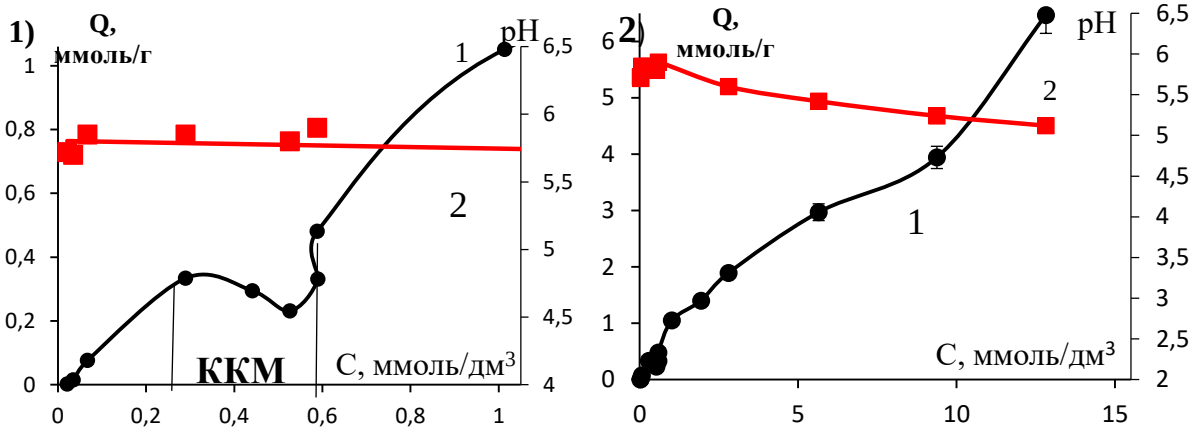


Рис.1. 1) 1 - изотерма сорбции сапонина, 2 – изменение pH в ходе сорбции сапонина хитозаном (С=0,02 ÷ 1 ммоль/дм^3); 2) 1 - изотерма сорбции сапонина, 2 – изменение pH в ходе сорбции сапонина хитозаном (С=0,02 ÷ 13 ммоль/дм^3)

При низких концентрациях равновесного раствора (С = 0,02 – 0,29 ммоль/дм^3) изотерма линейна. В области, соответствующей процессам мицеллобразования в растворе (0,3-0,6 ммоль/дм^3), на кривой наблюдается локальный минимум (рис. 1-1), затем сорбционный параметр возрастает. Можно полагать, что резкое уменьшение величины поглощения обусловлено возникновением конкурирующего процесса ассоциации в растворе и в фазе сорбента. Из рис. 1 видно, что показатель кислотности раствора не изменяется, это свидетельствует об отсутствии ионного взаимодействия с участием протонированной аминогруппы хитозана. Второй участок изотермы имеет выпуклый вид. Установлено, что увеличение поглощения в данном диапазоне концентраций возможно в результате как адсорбции мицелл, существующих в растворе ПАВ при концентрации выше ККМ, так и ассоциации молекул в фазе сорбента [4].

Литература

1. *Roner M., Sprayberry J., Spinks M., Dhanji S.* Antiviral activity obtained from aqueous extracts of the Chilean soapbark tree (Quillaja saponaria Molina) // Journal of General Virology. 2007. № 88. P. 275-285. doi 10.1099/vir.0.82321-0
2. *Кузнецов В.А. Сливкин А.И., Лапенко В.Л., Болгов А.А.* Хитозан и дезоксикрахмал в качестве полимерных матриц для иммобилизации биологически активных компонентов // Вестник МИТХТ. 2009. № 3. С. 97-102.4.
3. *Селеменев В.Ф., Славинская Г.В., Хохлов В.Ю., Чикин Г.А.* Практикум по ионному обмену. Воронеж: Изд-во Воронеж. ун-та, 1999, 173 с.
4. *Когановский А.М., Клименко Н.А.* Физико-химические основы извлечения поверхностно-активных веществ из водных растворов и сточных вод. Киев: Наукова думка, 1978, 174 с.

УДК 665.613.24

РАЗРАБОТКА УНИФИЦИРОВАННОЙ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРУППОВОГО УГЛЕВОДОРОДНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ЖАХ

Нечаева С.А., Бабинцева М.В., Волкова Н.Е., Занозин И.Ю., Занозина И.И.

АО «Средневолжский научно-исследовательский институт по нефтепереработке», 446200, г. Новокуйбышевск, ул. Научная, 1;
e-mail: babintsevamv@sni.rosneft.ru

Разработана и апробирована унифицированная методика определения группового углеводородного состава фракций, выделенных из тяжелых высоковязких нефтей методом жидкостно-адсорбционной хроматографии, проведена статистическая оценка полученных результатов.

The new unified method of hydrocarbon composition determination in high-viscosity heavy oil fractions by liquid adsorption chromatography was created and approbated. The statistical evaluation of obtained results is also performed.

Истощение традиционных запасов нефти приводит к увеличению добычи аномальных – тяжелых высоковязких нефтей (ТВВН), запасы которых значительно превышают запасы стандартных нефтей. Аномальные нефти отличаются от традиционных своим специфическим углеводородным составом, потенциальным составом различных фракций, содержанием ароматических и нафтеновых углеводородов в бензиновых фракциях, ароматических углеводородов в средних дистиллятных фракциях, а также неуглеводородными соединениями, характеризуются повышенными значениями плотности и вязкости, малым выходом светлых фракций [1]. Следовательно, качество полученных фракций будет значительно уступать дистиллятам, выделенным из традиционных нефтей. Для четкого и слаженного ведения процессов, и предотвращения различных нештатных ситуаций, необходимо осуществлять постоянный контроль за качеством сырья процессов нефтепереработки [2]. Поэтому, изучение углеводородного состава является актуальной задачей при применения этих нефтяных фракций в качестве сырья или компонентов сырья каталитических и термических процессов [3].

Как известно, метод жидкостной хроматографии, который в обычном колоночном оформлении считается медленным, имеет свои преимущества – позволяет установить группы углеводородов: метано-нафтеновых, ароматических и смолистых соединений. Ускорение анализа достигается использованием колонок малого сечения.

Методика определения углеводородного состава основана на хроматографическом разделении раствора дистиллята в гексане, на стационарном слое силикагеля марки АСК, с последующим выделением адсорбированных групп углеводородов растворителями с возрастающей полярностью.

Для проведения разделения методом жидкостно-адсорбционной хроматографией (ЖАХ) был выбран тип стеклянных колонок с мини-размерами (длина 550 мм, диаметр 10±1,0 мм) и силикагель АСК в качестве адсорбента. Экспериментально установили оптимальное соотношение навески разделяемого продукта и количества сорбента, что потребовало неоднократного проведения ЖАХ разделения контрольного образца (Образец контроля – ОК). В результате было установлено оптимальное соотношение навески к адсорбенту, которым заполняли разделительную колонку – 1:10 (из опыта – 3 грамм продукта на 30 грамм силикагеля).

В ходе «отработки» процедуры определения состава дистиллятов при условии проведения опытов с ОК был составлен порядок введения в колонку элюентов (с увеличением полярности): н-гексан, смесь н-гексана и бензола, бензол, смесь спирта и бензола. В таблице приведен состав смесевых компонентов – «сложных» элюентов.

Таблица. Соотношение компонентов в «сложных» элюентах (% мас.)

Смесь 1		**Смесь 2**		**Смесь 3**	
Н-гексан	Бензол	Н-гексан	Бензол	Спирт этиловый	Бензол
50	50	15	75	50	50

Для подтверждения правильности выбора параметров колонки, количественного соотношения навески испытуемого образца и адсорбента, последовательности введения элюентов и состава сложных растворителей была проведена серия ЖАХ разделений ОК.

Таким образом, результаты апробации выбранных параметров ЖАХ для определения состава дистиллятов, выделенных из ТВВН позволяют констатировать достаточную надежность разрабатываемого методического варианта при сравнительно небольшом объеме объекта исследования и оптимальных трудозатратах.

Литература

1. *Данилова Е.* Тяжелые нефти России // The Chemical Journal. 2008. С.34-37.
2. *Занозин И.Ю., Занозина И.И.* Хроматография в аналитическом сопровождении нефтепереработки // Лаборатория и производство. 2021. №2. С. 32-42.
3. *Хавкин А.Я.* Развитие нефтегазовых нанотехнологий // Азербайджанское нефтяное хозяйство. 2021. № 1. С.37-41.

УДК 637.52

ПРИМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА СВИНО-ГОВЯЖЬИХ ПЕЛЬМЕНЕЙ

Денисова Э.М.[1], Белая М.Н.[1], Зильберварг А.А.[2], Байдаченко Д.В.[2]

[1]ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»
ул. Университетская, 33, г. Севастополь, Российская Федерация, 299053
e-mail: belaya_079@mail.ru
[2]ГБОУ города Севастополя «Гимназия № 7 имени В.И. Великого»

В статье на основании проведенных исследований свино-говяжьих пельменей получены результаты по физико-химическим показателям качества. Исследования проводились на базе пищевой лаборатории ФБУ «Севастопольский ЦСМ».

The article represents the analysis results of physicochemical quality parametrs of pelmeni with minced beef and pork. The research was carried out in the food laboratory of the Sevastopol CSM.

Пельмени – это полуфабрикаты, представляющие собой мясной фарш, обёрнутый в тесто, подвергнутый заморозке для длительного хранения потребителем.

Поскольку данные полуфабрикаты в подавляющем большинстве случаев изготавливаются с участием человека, они могут быть заражены кишечной палочкой, сальмонеллой и другими бактериями. Причиной этому служит несоблюдение требований гигиены на предприятиях. Стоит заметить, что помимо фактора опасности для здоровья человека, существует также качество изготавливаемого продукта, уровень которого будет влиять на удовлетворенность потребителя. В целях повышения безопасности и качества данной пищевой продукции, что является одним из принципов Федерального закона от 02.01.2000 N 29-ФЗ «О качестве и безопасности пищевых продуктов», проводятся испытания в физико-химической области.

В данной статье будет проведен анализ физических показателей качества свино-говяжьих пельменей в физико-химической испытательной лаборатории. Показателями проверяемой продукции являются: масса одного пельменя, массовая доля мясного фарша и толщина теста при продольном разрезе.

Для измерения массы одного пельменя, фарша и теста были использованы весы лабораторные электронные AR 3130. Взвешивание отдельных частей пельменя необходимо для определения массовой доли фарша и теста. Испытаниям подверглись выборка пельменей. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты исследований физико-химических показателей пельменей (часть результатов)

Масса одного пельменя	Масса фарша в одном пельмене	Масса теста в одном пельмене
9,352	4,356	5,627
9,947	4,144	5,149
9,949	4,878	5,672
10,381	4,197	5,803
9,662	4,941	5,342
10,112	4,587	4,9049
9,829	4,587	4,720
9,900	**4,480**	**5,312**

В ходе вычисления выявлено [1], что массовая доля теста в пельмене соответствует норме (не менее 50%) и равняется 53,7%, тогда как массовая доля фарша в пельмене – нет (45,3%).

При измерении толщины теста пельменя в продольном разрезе была использована линейка. Результаты показали полное соответствие с нормой (2 мм).

В заключении можно утверждать, что анализируемый полуфабрикат имеет отклонение от нормы по массовой доле мясного фарша.

Литература

1. ГОСТ 32951-2014. Полуфабрикаты мясные и мясосодержащие. Общие технические условия: утвержден и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2014 г. № 1265-ст: дата введения 2016-01-01. – URL: https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/standarts/cataloginter?portal:componentId=26cba537-adcd-44ed-9a44-72c63a7c7bc2&portal:isSecure=false&portal:portletMode=view&navigationalstate=JBPNS_rO0ABXdPAAplbnRpdHlOYW1lAAAAAQALRE9DVU1FTlRfMzUABmFjdGlvbgAAAAEABnNlYXJjaAAIZW50aXR5SWQAAAABAAUyMjc3OAAHX19FT0ZfXw** (дата обращения: 13.09.2023). – Текст: электронный.

УДК 664.662

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПШЕНИЧНОГО ХЛЕБА

Калугина А.В.[1], Белая М.Н.[1], Пешкова А.О.[2], Слободянюк Е.А.[2]

[1]ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»
ул. Университетская, 33, г. Севастополь, Российская Федерация, 299053 e-mail: belaya_079@mail.ru
[2]ГБОУ города Севастополя «Гимназия № 7 имени В.И. Великого»

В работе представлены результаты исследования физико-химических показателей образцов формового хлеба пшеничного из муки высшего сорта четырех производителей. Исследования проводились на базе пищевой лаборатории ФБУ «Севастопольский ЦСМ» и лаборатории кафедры «Техногенная безопасность и метрология» Севастопольского государственного университета.

The article presents the analysis results of physicochemical parametrs of samples of molded wheat bread of premium flour by four manufacturers. The research was carried out in the food laboratory of the Sevastopol CSM and the laboratory of the Department of Technogenic Safety and Metrology of Sevastopol State University.

Хлеб занимает исключительное место в питании человека и является одним из основных продуктов питания. Многообразие видов хлебобулочных изделий представлено в ГОСТ Р 58233-2018. Несмотря на представленное многообразие производители могут выпускать хлеб на соответствие требований самостоятельно разработанных технических условий.

Оценка уровня качества хлебных изделий проводится по показателям [1, 2]:

- безопасности, представленные в техническом регламенте «О безопасности пищевой продукции»;
- качества, регламентированные ГОСТ Р 58233-2018.

Производитель обязан проводить оценку соответствия хлебных изделий на соответствие требованиям безопасности. Качество хлеба оценивается по органолептическим и физико-химическим показателям.

В данной работе представлены результаты физико-химических исследований, полученные в условиях пищевой лаборатории ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в г. Севастополе» и физико-химической лаборатории кафедры «Техногенная безопасность и метрология» Севастопольского государственного университета. Оценка качества проводилась по двум показателям: пористость и влажность. Результаты исследований представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты исследования физико-химических показателей формового хлеба пшеничного из муки высшего сорта

Наименование показателей, единицы измерения	Значения показателей по нормативным документам	Результаты испытаний				Нормативные документы на методы испытаний
		образец № 1	образец № 2	образец № 3	образец № 4	
массовая доля влаги, %, не более	46,0	35,8	37,0	36,7	39,2	ГОСТ 21094-2022, п.7
пористость, %, не менее	68,0	83	83	82	84	ГОСТ 5669-96

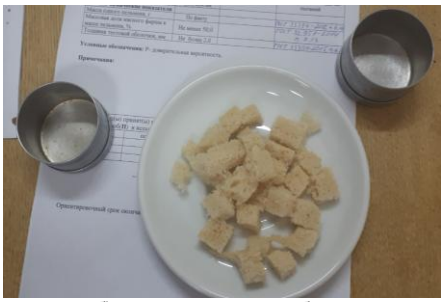
Массовая доля влаги исследуемых образцов проводилась гравиметрическим методом путем высушивания пробы образца в сушильном шкафу. Обработка результатов измерений проводилась в соответствии с п.7.5 ГОСТ 21094-2022 [3].

В соответствии с ГОСТ 5669-96 проводилась оценка качества исследуемых образцов по показателю пористость. Под пористостью понимают отношение объема пор мякиша к общему объему хлебного мякиша, выраженное в процентах [4].

На рисунках 1 и 2 представлены этапы определения физико-химических показателей в условиях ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в г. Севастополе» и физико-химической лаборатории кафедры «Техногенная безопасность и метрология» Севастопольского государственного университета.



а) определение массы пустых бюксов



б) подготовка проб к исследованиям



в) определение массы проб

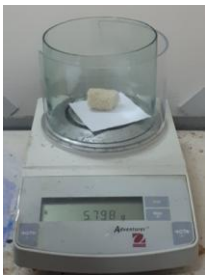


г) остывание образцов в эксикаторе

Рис. 1. Этапы исследования показателя массовой доли влаги



а) подготовка куска мякиша с помощью пробника Журавлева



б) определение массы выемки

Рис. 2. Этапы исследования показателя «Пористость»

Таким образом, при проведении исследований по физико-химическим показателям, было установлено, что все испытуемые образцы соответствуют установленным нормируемым значениям в соответствии с требованиями ГОСТ Р 58233-2018.

Следовательно, по показателю влажности, необходимо отметить, что дозировка воды при приготовлении теста была правильной и по рецептуре у всех производителей хлеба.

По показателю «пористость мякиша» необходимо отметить, что все образцы соответствуют требованиям ГОСТ Р 58233-2018, следовательно, хлеб будет легко усваиваться и мякиш обладает хорошими тонкостенными порами.

Литература

1. Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции» [Электронный ресурс]. 2023. URL: https://docs.cntd.ru/document/902320560 (дата обращения: 03.08.2023).
2. ГОСТ Р 58233-2018 Хлеб из пшеничной муки. Технические условия: утвержден и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 октября 2018 г. № 734-ст: дата введения — 2019-10-01 / разработан Федеральным государственным автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП). – Москва: Российский институт стандартизации, 2018. – 20 с. - Текст: непосредственный.
3. ГОСТ 21094-2022 Изделия хлебобулочные. Методы определения влажности: межгосударственный стандарт: издание официальное: принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2022 г. № 154-П): дата введения — 2023-07-01 / разработан Федеральным государственным автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП). – Москва: Российский институт стандартизации, 2022. – 11 с. - Текст: непосредственный.
4. ГОСТ 5669-96 Хлебобулочные изделия. Метод определения пористости: межгосударственный стандарт: издание официальное: принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.): дата введения 1997-08-01 / разработан Государственным научно-исследовательским институтом хлебопекарной промышленности (ГосНИИХП). – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации. – 5 с. - Текст: непосредственный.

59

УДК 543; 543.38; 543.054; 537.622

СИНТЕЗ МАГНИТНЫХ АКТИВНЫХ УГЛЕЙ НА ОСНОВЕ ШЕЛУХИ РИСА ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНЫХ КИСЛОТ И ИХ МЕТАБОЛИТОВ

Сыпко К.С. [1,2], Губин А.С.[1], Кушнир А.А.[1], Суханов П.Т.[1]

[1] ВГУИТ, Россия 394000, г. Воронеж, проспект Революции, д. 19;
[2] НТИ (филиал) СКФУ, Россия 357030, г. Невинномысск, ул. Гагарина, д. 1
e-mail: kssypko@mail.ru

Предложен способ синтеза магнитного угля из шелухи риса. Размеры частиц сорбента составили 0.5-3 мкм. Удельная площадь поверхности – 892 $м^2/г$, объем пор – 0.2945 $см^3/г$, средний диаметр пор – 2.24 нм. Степени извлечения хлорфеноксикарбоновых кислот и хлорфенолов составили 87.5–99.9 %, сорбционная емкость – 318.1–512.2 мг/г. Оптимальные условия сорбции: pH 3, масса сорбента - 20 мг и продолжительность сорбции - 5 мин.

A method for the synthesis of magnetic coal from rice husks is proposed. The particle size of the sorbent was 0.5–3 μm. The specific surface area is 892 m^2/g, the pore volume is 0.2945 cm^3/g, and the average pore diameter is 2.24 nm. The recoveries of chlorophenoxyacetic acids and chlorophenols are 87.5–99.9%, the sorption capacity is 318.1–512.2 mg/g. Optimal sorption conditions: pH 3, sorbent weight - 20 mg, and sorption duration - 5 min.

Широко используемыми компонентами гербицидов являются дихлорфеноксиуксусные кислоты (ХФК): 2,4-дихлорфеноксимасляная (2,4-ДМ), 2,4-дихлорфеноксипропионовая (2,4-ДП) и 2,4-дихлорфеноксиуксусная (2,4-Д) кислоты. В почве, после внесения, они распадаются на метаболиты: 2,4-дихлорфенол и 4-хлорфенол. Далее с подземными водами, ливневыми стоками, атмосферными осадками поступают в водоемы и откладываются в донных отложениях [1].

Цель исследования – синтез и изучение сорбционных характеристик активного угля на основе шелухи риса (РШ) с магнитными свойствами для извлечения дихлорфеноксиуксусных кислот и их метаболитов из водных сред. Для получения сорбента РШ сжигали в муфельной печи при 600ºС с доступом кислорода воздуха. Измельчение полученного угля производили на лабораторной планетарной мельнице при помощи шаров из оксида циркония, легированных оксидом иттрия, диаметром 2 мм.

Далее к активному углю (3.3 г) добавляли бидистиллированную воду (300 $см^3$) и озвучивали ультразвуком (22 кГц) при 70ºС. Для получения магнитного сорбента к раствору угля добавляли $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (2.7 г), $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (1.4 г), 25%-ный раствор аммиака (11 $см^3$) и перемешивали 2 ч. Полученный Fe_3O_4/C промывали дистиллированной водой до нейтральной реакции среды и консервировали в бидистиллированной воде.

Установлены размеры магнитного ядра, которые составили 8 – 22 нм (просвечивающая микроскопия). Размеры частиц сорбента Fe_3O_4/C составили от 0.5 до 3 мкм (сканирующая микроскопия). Намагниченность насыщения магнитных частиц Fe_3O_4 и Fe_3O_4/C составила 60 и 8 э.м.е./г соответственно.

Рентгеноструктурным анализом установлено, что дифрактограмма нанопорошка Fe_3O_4 содержит пики магнетита (2θ = 30.38º, 35.58º, 44.14º, 53.48º, 57.08º и 62.66º), соответствующие значениям интенсивностей (2 1 1), (3 1 1), (4 0 0), (4 2 2), (5 1 1) и (4 4 0). Дифрактограмма Fe_3O_4/C дополнительно содержит широкие пики при 2θ = 20 – 29º, которые соответствуют аморфному кремнию в составе магнитного активного угля.

На ИК-спектрах Fe_3O_4/C идентифицированы характеристические пики при 572 $см^{-1}$ (колебания связей Fe-O); 807, 959, 1075 $см^{-1}$ (колебания связей Si-O); 1060 и 1725 $см^{-1}$ (-COO-группы); 1617 и 1635 $см^{-1}$ (колебания –C=C-связей); 3395 $см^{-1}$ (OH-группы). Удельная площадь поверхности сорбента составила 892 $м^2$/г, объем пор – 0.29 $см^3$/г, средний диаметр пор – 2.24 нм [2].

Полученный сорбент Fe_3O_4/C показал высокую эффективность по отношению к дихлорфеноксиуксусным кислотам и их метаболитам. Степени извлечения увеличиваются в ряду 2,4-Д<2,4-ДП<2,4-ДМ<4-ХФ<2,4-ДХФ и составляют 87.5, 89.9, 90.5, 98.3 и 99.9% соответственно.

Изотермы сорбции обрабатывали с помощью уравнений сорбции Ленгмюра и Фрейндлиха. Наибольшие коэффициенты корреляции (r^2=0.987-0.993) установлены при представлении изотерм сорбции в координатах уравнения Ленгмюра. Величины предельной сорбции 2,4-Д, 2,4-ДП, 2,4-ДМ, 2,4-ДХФ, 4-ХФ составили 318.1, 352.2, 382.5, 512.2, 482.5 мг/г соответственно. В результате обоснования параметров сорбции определено, что максимальная эффективность извлечения достигается при pH 3, массе сорбента 20 мг и продолжительности сорбции 5 мин [3].

Литература

1. Vedenyapina M.D., Kryazhev Y.G., Raiskaya E.A. et al. Carbon material from polyvinyl chloride as an adsorbent of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid. Solid Fuel Chem. 2017. №51. С. 229-233.https://doi.org/10.3103/S0361521917040115

2. Сыпко, К. С., Губин, А. С., Кушнир, А. А., & Суханов, П. Т. Применение магнитных углей, полученных из растительного сырья на основе шелухи риса, для извлечения хлорфеноксиуксусных кислот и их метаболитов. Сорбционные и хроматографические процессы. 2023. №23(3), С. 395-404. https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11319

3. Сыпко К.С., Губин А.С., Кушнир А.А., Суханов П.Т. Синтез магнитных сорбентов из углей, полученных при сжигании отходов переработки растительного сырья. Проблемы и инновационные решения в химической технологии ПИРХТ-2022: материалы всероссийской конференции с международным участием. 2022. Воронеж: ВГУИТ. С. 484-486.

УДК 665.662.5

СРАВНЕНИЕ ДВУХ МЕТОДОВ УДАЛЕНИЯ СМОЛИСТО-АСФАЛЬТЕНОВЫХ ВЕЩЕСТВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ПАРАФИНА В АСФАЛЬТО-СМОЛИСТО-ПАРАФИНИСТЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

Гарина Н.Ю., Нечаева С.А., Табачная Д.Г., Рузов И.А., Бабинцева М.В., Занозин И.Ю., Занозина И.И.

АО «Средневолжский научно-исследовательский институт по нефтепереработке», 446200, г. Новокуйбышевск, ул. Научная, 1
e-mail: zanozinaii@sni.rosneft.ru

В работе рассмотрены два метода выделения смолисто-асфальтеновых веществ из асфальто-смолисто-парафинистых отложений при определении содержание твердого парафина. Предложен эффективный метод сернокислотной очистки для предварительного обессмоливания и деасфальтизации образца отложений из рассмотренных двух методов, при неизменной второй части процесса низкотемпературного осаждения.

In this paper two methods of resins and asphaltenes recovery with paraffin determination from asphaltic resinous paraffin sediments were compared. An effective method, from two shown above, with constant second stage of low-temperature deposition and usage of sulphur acid to remove resins and asphaltenes from sample, was suggested.

При добыче, сборе и транспортировке высокопарафинистых нефтей возникают серьезные проблемы, связанные с парафиновыми отложениями, что, в свою очередь, приводит к падению объемов добычи, увеличению износа оборудования, расхода электроэнергии и давления в выкидных линиях и другим неблагоприятным последствиям, и как следствие, к экологическим проблемам. Для выбора способов предупреждения образования отложений необходимо знать их состав, в частности, содержание парафина, как одного из основных составляющих асфальто-смолистых веществ [1].

Все методы определения суммарного содержания твердых углеводородов в тяжелых остатках основаны на низкотемпературном (при минус 20°С) осаждении парафина в различных растворителях и определение его содержания гравиметрическим способом. Однако, данный способ не дает точных результатов, так как присутствующие в продуктах смолисто-асфальтеновые вещества (САВ) затрудняют кристаллизацию парафина, особенно при анализе асфальто-смолисто-парафинистых отложений (АСПО).

Следовательно, прежде чем определить содержание парафина необходимо удалить САВ, для этого существует ряд методов, таких как: экстракция, адсорбция на различных адсорбентах, обработка в растворе

серной кислоты. Поэтому актуальным является выбор оптимального и более эффективного способа предварительного обессмоливания и деасфальтизации образца при неизменной второй части процесса низкотемпературного осаждения [2].

Первый метод – классический экстракционно-адсорбционный (ГОСТ 11851, процедура А). Первоначально проводится осаждение асфальтенов. Эффективным лабораторным осадителем считается нормальный гептан. Время, необходимое для полного осаждения асфальтенов – 24 часа. Затем из деасфальтизата экстрагируют смолы и парафины горячим н-гептаном в специальном экстракторе. Экстракт смол, парафинов и фильтрат объединяют, отгоняют растворитель. Для удаления смол используют колонку с силикагелем.

Второй метод – осаждение асфальто-смолистых веществ при помощи серной кислоты, разработанный и апробированный в СвНИИНП (СТО 00151911-001-2021 АО «СвНИИНП»). Метод основан на поглощении смолистых соединений из раствора образца серной кислотой с образованием кислого гудрона. На его проведение затрачивается всего 1,5-2 часа. Этот метод более приемлем при анализе АСПО.

Был проведен эксперимент на шести образцах АСПО, в которых двумя методами определили содержание парафина. В таблице представлены результаты по содержанию парафина, полученные двумя методами

Таблица – Сравнение результатов анализа образцов АСПО двумя методами

	Ед. измере-ния	Номер образца АСПО					
		№1	№2	№3	№4	№5	№6
Содержание парафина, ГОСТ 11851	%масс	24,0	9,1	21,7	35,5	26,9	48,4
Содержание парафина, СТО 00151911-001-2021 (АО "СвНИИНП")	%масс	25,4	9,8	23,6	37,8	28,7	49,3
Относительное отклонение двух результатов	%	5,7	7,4	8,4	6,3	6,5	1,8

Как видно, данные по содержанию парафина, полученные сернокислотной очисткой схожи с результатами, полученные стандартным методом.

Таким образом, преимуществом второго метода является меньшая продолжительность выполнения эксперимента. Если первый метод

экстракционно-адсорбционный выполняется за три рабочие смены и является очень трудоемким, то второй сернокислотный метод позволяет получить результаты за одну рабочую смену.

Литература

1. *Ященко И.Г., Ю.М. Полищук* Трудноизвлекаемые нефти: физико-химические свойства и закономерности размещения/ФГБУН ИХН СО РАН. – Томск: В-Спектр, 2014. – 153 с.

2. *Занозина И.И.* Статистическая оценка точности методов жидкостно-адсорбционного хроматографического разделения и диализа в исследовании легированных масел// Сорбционные и хроматографические процессы. 2008. Т.8. №2 С. 577-584.

УДК 543.3; 550.461

ФОРМЫ МИГРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МАЛЫХ РЕКАХ ПРИИШИМЬЯ (НА ПРИМЕРЕ РЕКИ БАРСУК) [1]

Белоусова Ю.О., Шуплецова П.А., Ларина Н.С.

Тюменский государственный университет
Россия 625003, г. Тюмень, ул. Володарского, д.6
e-mail: belousova1485@gmai.com

В работе были изучены формы миграции тяжелых металлов (Cu, Ni) в малых реках Приишимья (на примере р. Барсук) с целью комплексной оценки экологического состояния водоема. Для этого было определено содержание изучаемых металлов в пробах воды, взвешенного вещества и донных отложениях и по результатам анализа проведена оценка степени антропогенного воздействия.

The forms of heavy metals migration (Cu, Ni) in the small rivers of the Priishimye were studied (the example of the Barsuk river). The purpose of the study was a comprehensive environmental assessment of the reservoir. The content of the studied metals in water samples, suspended matter and bottom sediments was determined. An assessment of anthropogenic impact degree was carried out, based on the results of the analysis.

Загрязнение водных объектов тяжелыми металлами (ТМ) привлекает особое внимание в связи с их высокой токсичностью и способностью к биоаккумуляции [1,2]. При оценке качества водотоков особый интерес представляет изучение особенностей распределения ТМ между водой, взвешенным веществом и донными отложениями [3,4].

Целью данной работы являлась оценка форм миграции тяжелых металлов (Ni, Cu) в системе «донные отложения – взвешенное вещество – вода» в р. Барсук (бассейн р. Ишим). Отбор проб воды и донных отложений был проведен в августе 2020 г. в соответствии с нормативными документами [5] вблизи населенных пунктов (отобрано 10 проб). Определение тяжелых металлов (Ni, Cu) в донных отложениях и взвешенном веществе проводилось методом атомно-абсорбционной, а в пробах воды – атомно-эмиссионной спектрометрии.

Установлено, что медь в воде мигрирует преимущественно в водорастворимой форме, полученные значения превышают $ПДК_{рх}$ (1 мкг/л) во всех точках отбора более чем в 10 раз (рис.1а). Среднее содержание Cu в пробах воды составило 11,5±1,4 мкг/л, во взвешенном веществе (ВВ) – 1,07±1,21 мкг/л. При пересчете содержания меди во ВВ на массу осадка, среднее содержание данного элемента составило 3,93±2,65 мг/кг. В донных отложениях (ДО) среднее содержание составило 2,12±1,39

[1] Исследование выполнено на оборудовании ЦКП ТюмГУ (Министерство науки и высшего образования РФ, контракт 05.594.21.0019)

мг/кг, что не превышает ПДК (33 мг/кг). При этом в пробах 4, 6, 7, 9, 10 содержание меди во взвешенном веществе превышало содержание данного элемента в ДО (рис.1б).

Средняя концентрация никеля в воде реки составила 3,51±2,75 мкг/л, во взвешенном веществе - 2,10±1,42 мкг/л (рис.1в). Содержание Ni в твердой фазе (мкг/л) превышало его содержание в водорастворимой форме (мкг/л) в пробах 2, 3, 4, 7. При этом наблюдалось точечное превышение $ПДК_{рх}$ (10 мкг/л) в т.10, а также в т.2 и т.9 при учете вклада взвешенного вещества. Среднее содержание Ni во взвешенном веществе (8,16±5,80 мг/кг) выше его содержания в донных отложениях (2,39±1,39 мг/кг), превышения ПДК (20 мг/кг) не наблюдалось (рис.1г).

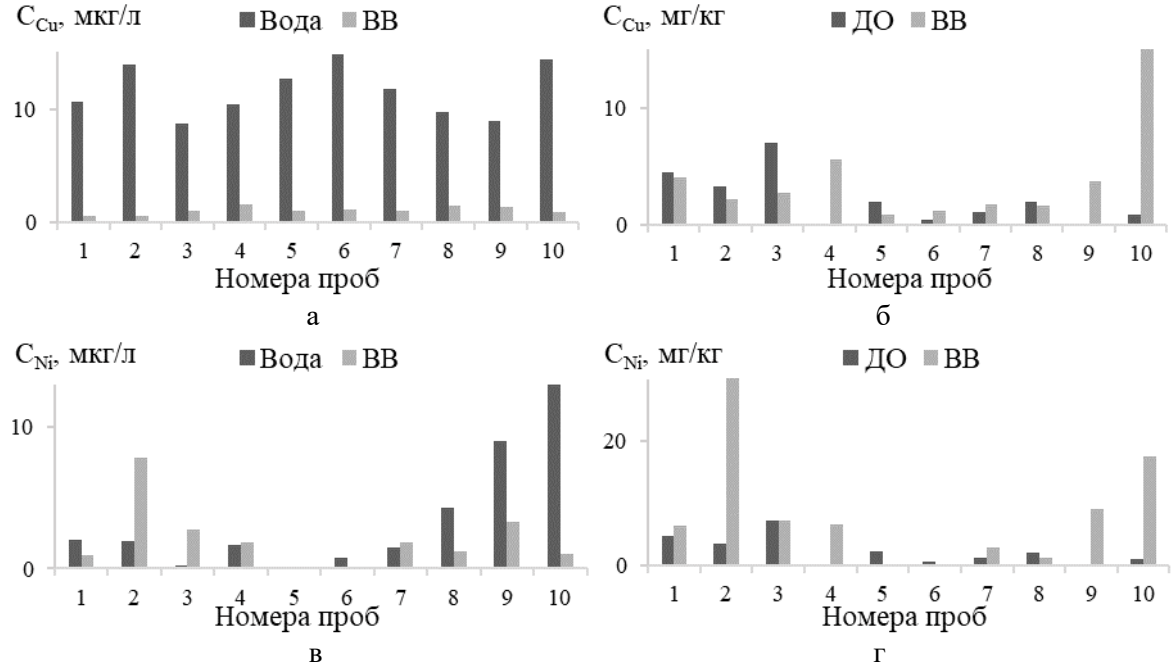


Рис.1. Распределение содержания меди и никеля в воде и взвешенном веществе (а, в) и во взвешенном веществе (мг/кг) и донных отложениях (б, г) в реке Барсук

Миграцию меди преимущественно в водорастворимой форме можно объяснить высокой комплексообразующей способностью данного элемента, в результате чего накопление в составе взвешенного вещества и донных осадков не происходит. Содержание никеля не превышает установленные нормы.

Литература

1. *Xie F. et al. //* Journal of Hazardous Materials. 2022. Т. 436. С. 129309.
2. *Моисеенко Т.И.* // Геохимия. 2019. Т. 64. №7. С. 298-308.
3. *Папина Т. С.* Транспорт и особенности распределения тяжелых металлов в ряду: вода – взвешенное вещество – донные отложения речных экосистем: аналит. обзор. Новосибирск, 2001.
4. *Ларина Н. С., Катанаева В. Г., Ларина Н. В.* Практикум по химико-экологическому мониторингу окружающей среды. Шадринск: Шадринский Дом Печати, 2007.
5. *Ларина Н.С., Шуплецова П.А., Белоусова Ю.О., Ларин С.И.* // Физ.-хим. методы в междисциплинарных экологических исследованиях: Всероссийский симпозиум. Севастополь. М.: Издательский дом "Граница", 2021. С. 237-238.

УДК 544

СОРБЦИОННЫЕ И СЕЛЕКТИВНЫЕ СВОЙСТВА СИСТЕМ «ПОЛИМЕР – МАКРОЦИКЛ» ПО ОТНОШЕНИЮ К СТРУКТУРНЫМ И ОПТИЧЕСКИМ ИЗОМЕРАМ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Маряскина М.С., Кураева Ю.Г., Фадеева Н.В., Онучак Л.А.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева 443086, Приволжский федеральный округ, Самарская область, г. Самара, Московское шоссе, д. 34.
e-mail: dragon0king@yandex.ru

Изучены сорбционные свойства четырех неподвижных фаз на основе полимерных растворителей и модифицированных циклодекстринов. Обнаружена высокая селективность неподвижной фазы ПЭГ – HP-β-ЦД по отношению к энантиомерам терпеновых соединений, обусловленная проявлением гидрофобного эффекта.

Sorption properties of four stationary phases based on polymer solvents and modified cyclodextrins have been studied. The high selectivity of the stationary phase of PEG – HP-β-CD with respect to the enantiomers of terpene compounds was found due to the manifestation of the hydrophobic effect.

Циклодекстринсодержащие неподвижные фазы нашли широкое применение в практике газовой хроматографии для разделения изомеров летучих органических соединений. Термодинамические аспекты сорбции подобными фазами в настоящее время продолжают представлять значительный научный интерес.

В данной работе методом обращенной газо-жидкостной хроматографии изучена структурная и оптическая селективность систем «полимер - макроцикл», отличающихся по полярности как полимерной матрицы, так и макроциклической добавки. Было исследовано четыре системы разных составов: полифенилметилсилоксан – *гептакис*(2,3,6-три-*О*-метил-β-циклодекстрин) (ПФМС – Me-β-ЦД); полифенилметилсилоксан – 2-гидроксипропил-β-циклодекстрин (ПФМС – HP-β-ЦД); полиэтиленгликоль-400 – *гептакис*(2,3,6-три-*О*-метил-β-циклодекстрин) (ПЭГ – Me-β-ЦД); полиэтиленгликоль-400 – 2-гидроксипропил-β-циклодекстрин (ПЭГ – HP-β-ЦД).

Установлено, что системы, содержащие неполярный макроцикл Me-β-ЦД обладают наибольшими значениями фактора разделения *мета-пара*-изомеров ксилола ($\alpha_{м/п}$ >1,1 при 80 °С). Однако, высокие значения фактора разделения сохраняются во всем исследованном температурном интервале только для системы на основе малополярного полифенилметилсилоксана. Анализ термодинамических функций сорбции изомеров ксилола

свидетельствует о реализации комплексообразования «гость – хозяин»в исследованных фазах.

Обнаружена ярко выраженная энантиоселективность по отношению к оптическим изомерам терпеновых соединений, например, камфена (рис. 1.а) и α-пинена (рис. 1.б), для неподвижной фазы на основе полярного ПЭГ и полярной добавки НР-β-ЦД.

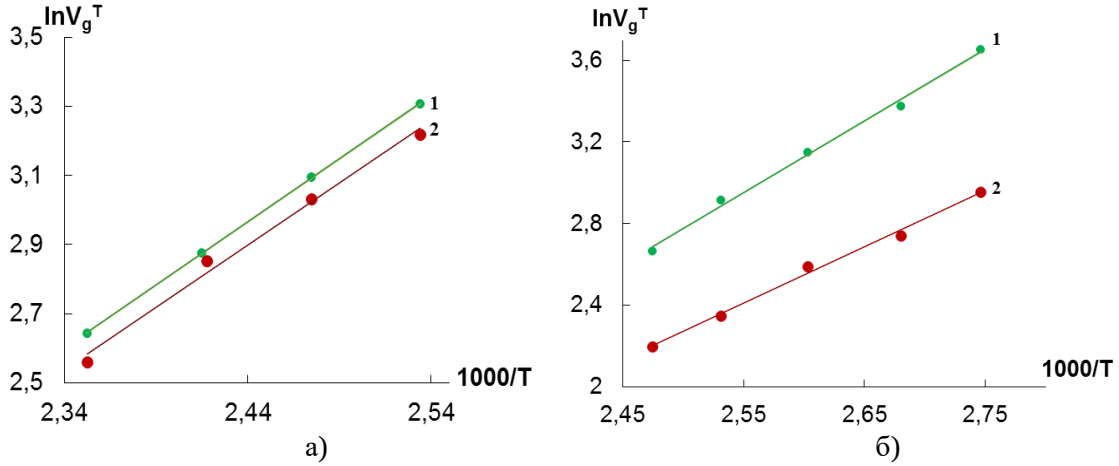


Рис.1. Температурные зависимости $\ln V_g^T$ энантиомеров камфена (а) и α-пинена (б) на неподвижной жидкой фазе «ПЭГ – НР-β-ЦД»: 1 – (+)-изомер, 2 – (-)-изомер.

Анализ термодинамических характеристик сорбции показывает, что в случае полярного полиэтиленгликоля проявляется так называемый гидрофобный эффект, в результате которого неполярные и малополярные молекулы терпенов предпочитают из растворителя переходить в гидрофобную полость макроцикла, что обуславливает высокую энантиоселективность.

УДК: 543.05, 543.51

ИССЛЕДОВАНИЕ МИРТА ЛИМОННОГО КАК ПОТЕНЦИАЛЬНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ НАПИТКОВ

Пушкарев Г.А., Платонов И.А., Павлова Л.В.

Самарский университет,
443086, Россия, г. Самара, ул. Московское шоссе, 34.
e-mail: pushkarevga@gmail.com

Исследование было направлено на определение качественного состава мирта лимонного. Водные и водно-этанольные экстракты исследовались методом газовой хромато-масс-спектрометрии. В ходе исследования была проведена оценка биологического влияния обнаруженных компонентов на организм человека.

The study was aimed at determining the qualitative composition of lemon myrtle. Aqueous and water-ethanol extracts were studied by gas chromatography-mass spectrometry. During the study, an assessment of the biological effect of the detected components on the human body was carried out.

Мирт лимонный (Backhousia citriodora) является малоизученным растением. Для изучения состава аромата мирта лимонного был проведен анализ газового экстракта измельченных листьев мирта лимонного [1]. Водный экстракт мирта лимонного получали, заливая водой при температуре 95-100 и 100°С, настаивали 30 мин. Для более детального изучения компонентного состава из мирта лимонного приготовили экстракт 70% этанолом посредством настаивания в течение 7 дней [2]. Также проводилась субкритическая экстракция компонентов сырья водой при температуре 110 и 130°С. Помимо этого была проведена оценка извлечение компонентов в условиях среды ЖКТ. Для этого растительное сырье заливалось водой при 100°С. Полученный раствор подкислялся до pH=1, и в течение часа выдерживался при 37,5°С, после чего проводился отбор пробы. Оставшийся раствор был подщелачен до pH=8, так же выдерживался при 37,5°С один час и снова проводился отбор пробы. Газовый, водный и спиртовой экстракты мирта лимонного были исследованы методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ-МС). При этом компоненты водного экстракта были подвергнуты переэкстракции этилацетатом, после полученный этилацетатный экстракт, как и спиртовой экстракт, дериватизировали БСТФА в соответствии с [3] и затем вводили в хроматограф.

Ароматические характеристики мирта лимонного включают 29 соединений. Установлено, что доминирующими компонентами аромата мирта лимонного являются изомеры цитраля. Кроме цитралей в газовом экстракте мирта присутствуют мелональ, гераниол, розефуран, борнеол,

фуран, цис-оцимен, D-лонгифолен, вербенол. В ходе анализа водного экстракта помимо цитралей обнаружены такие вещества как линалоол, гераниол, цитронеллол – производные цитраля. Таким образом, водный настой обладает похожими ароматическими характеристиками с сухими сырьём. Водные экстракты во многом повторяют друг друга, однако в экстракте, полученном при кипении, было найдено большее количество алканов. Также в этом экстракте найдены такие соединения как L-метионин, эпикатехин, лигнотериловый спирт. Субкритические экстракты расширяют спектр найденных веществ. Так в экстракте, полученном при 110°С, была обнаружена фумаровая кислота, луценин-2, 2-фенилсерин, а в экстракте, полученном при 130°С – резорцин, α-терпинен, лизин. Анализ спиртового экстракта показал, что доминирующими компонентами составе мирта лимонного являются различные сахара - глюкоза, D-фруктоза, D-рибоза, глюкофураноза, а так же жирные кислоты: азелаиновая, гексакозановая. Также в мирте лимонном содержатся лупенон, фитол, L-пролин, эти компоненты, как и β-америн, β-ситостирол, α-токоферол, не были обнаружены в водном экстракте, но при приготовлении напитка, возможен переход данных соединений в водный экстракт в следовых количествах. Анализ проб, подготовленных в рамках исследования процесса экстракции в условиях среды внутри органов ЖКТ, во многом повторил предыдущие анализы, но также и были открыты некоторые новые соединения, в частности, ацетоуксусная кислота, аконитовая кислота, треоза. Также анализ полученных проб показал, что в кислой среде желудка вероятно происходит гидролиз сложных эфиров, и высвобождаются многоатомные спирты и карбоновые кислоты.

На основании установленного компонентного состава, можно предположить, что мирт лимонный обладает антисептическими, противовирусными, бактерицидными, антимикотическими свойствами, седативным и отхаркивающим действием и является отличным сырьём в приготовлении напитков, вкусо-ароматических добавок и, возможно, может стать хорошей добавкой к продуктам функционального питания.

Литература

1. Павлова Л.В., Платонов И.А., Архипов В.Г., Куркин В.А., Рощупкина И.Ю. Газохроматографический анализ ромашки аптечно й (Chamomilla recutita R.) // Аналитика и контроль. 2013. Т.17, № 1. С. 66 – 75.

2. Государственная Фармакопея СССР. - 11-е издание / МЗ СССР. - Вып. 2: Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье. – М.: Медицина, 1990. – 400 с.

3. Верниковская Н.А. Хроматографическое определение фенольных соединений и флавоноидов в лекарственных растениях. Автореф. дис. … канд.хим.наук: 02.00.02 / Верниковская Наталья Андреевна. – Краснодар, 2011. – 23 с.

УДК 544

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВНИЯ ЛОЗАРТАНА И ВАЛСАРТАНА С МАКРОЦИКЛОМ

Каменская А.И., Кураева Ю.Г., Чернова А.А., Онучак Л.А.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» (Самарский университет),
Россия, г. Самара, 443086ул. Московское шоссе, д. 34;
e-mail: alinagalymova@mail.ru

Изучено комплексообразование лозартана и валсартана с макроциклом спектрофотометрическим и электрофоретическим методами. Установлено формирование комплексов исследуемых лекарственных веществ с 2-гидроксипропил-β-циклодекстрином со стехиометрией 1:1, выявлены закономерности электромиграции исследуемых веществ в присутствии макроцикла в фоновом электролите при варьировании его концентрации и рассчитаны константы устойчивости комплексов.

The complexation of losartan and valsartan with a macrocycle was studied by spectrophotometric and electrophoretic methods. The formation of complexes of the studied medicinal substances with 2-hydroxypropyl-β-cyclodextrin with a stoichiometry of 1:1 was established, patterns of electromigration of the studied substances in the presence of a macrocycle in the background electrolyte with varying its concentration were revealed, and the stability constants of the complexes were calculated.

Комплексообразование играет важную роль во многих биологических явлениях, анализе различных образцов, оптимизации процессов разделения и повышения фармакологической активности лекарств. В настоящее время наиболее активно изучаемыми объектами химии соединений включений являются комплексы циклодекстринов с биологически активными соединениями. Целью настоящей работы являлось спектрофотометрическое и электрофоретическое изучение возможности комплексообразования лозартана и валсартана с 2-гидроксипропил-β-циклодекстрином в водных растворах.

Комплексообразование вызывает изменения УФ-спектра образуемого комплекса за счет возмущения электронных энергетических уровней молекулы гостя, вызываемых либо прямым воздействием циклодекстрина, либо смещением сольватирующих молекул, либо сочетанием этих факторов. Наблюдаемые эффекты при сопоставлении спектров растворов, содержащих исследуемые вещества в присутствии и отсутствии макроцикла однозначно свидетельствуют об образовании комплексов «лекарственное вещество - ГП-β-ЦД» (рис. 1). Для определения стехиометрии образуемых комплексов использовали метод построения диаграмм Джоба (рис. 2), где ΔА – разность оптических плотностей

раствора с макроциклом и без него, ΔA/R – R, где R=[препарат]/[препарат]+[ГП-β-ЦД].

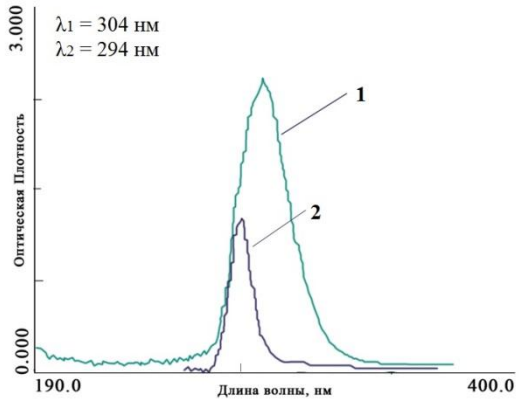


Рис. 1. УФ-спектры свободного валсартана (2) и в комплексе с ГП-β-ЦД (1).

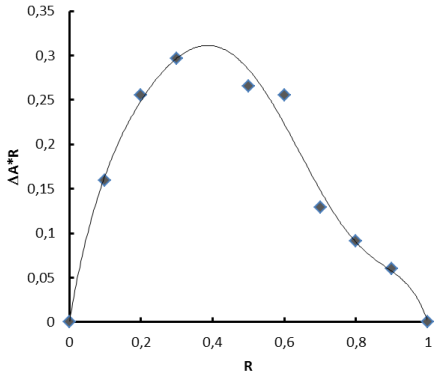


Рис. 2. График Джоба для комплексов «валсартан - ГП-β-ЦД».

Для количественной оценки процесса комплексообразования применяли метод капиллярного электрофореза. Из экспериментальных данных рассчитывали электрофоретическую подвижность аналитов при варьировании концентрации 2-гидроксипропил-β-циклодекстрина в ведущем электролите (до 7 мМ). Введение в ведущий электролит макроциклического агента приводит к изменению времен миграции лекарственного вещества и метки ЭОП, что косвенно свидетельствут об ассоциации между 2-гидроксипропил-β-циклодекстрином и аналитом. На основании полученных данных построили изотермы связывания «вещество-макроцикл» и рассчитали константы устойчивости комплексов K_1 (рис. 3).

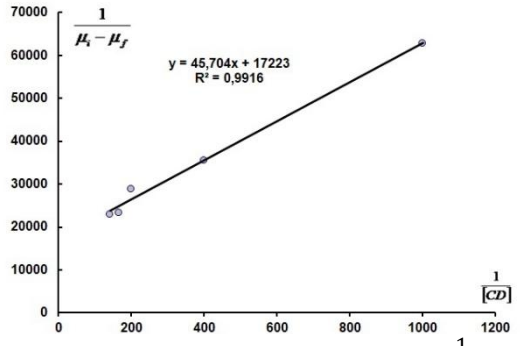


Рис. 3. Зависимость в координатах $\frac{1}{(\mu_i-\mu_f)}$ от $\frac{1}{[CD]}$ для определения константы связывания.

Рассчитанные значения констант связывания составили 121 M^{-1} для лозартана и 652 M^{-1} для валсартана. Полученные данные хорошо согласуются с тем, что более гидрофобные молекулы валсартана (logP=4,74) легче входят в гидрофобную полость макроцикла, чем молекулы лозартана (logP=3,56).

Таким образом, метод УФ-спектрофотометрии позволил подтвердить формирование комплексов исследуемых лекарственных веществ с 2-гидроксипропил-β-циклодекстрином со стеохиометрией 1:1. Методом капиллярного электрофореза установили закономерности электромиграции исследуемых веществ в присутствии 2-гидроксипропил-β-циклодекстрина и рассчитали значения констант связывания.

УДК 543.544

НОВЫЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СОРБЕНТЫ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА С ПРИВИТЫМ ПОЛИЭТИЛЕНИМИНОМ И ПОЛИГЛИЦИДОЛОМ [1]

Горбовская А.В., Попкова Е.К., Ужель А.С., Шпигун О.А.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
Химический факультет, Россия 119991, г. Москва, ул. Ленинские горы, 1, стр. 3
e-mail: gorbovskaya_av@mail.ru

В работе предложен подход к повышению гидрофильности фаз на основе сополимеров стирола с дивинилбензолом с привитым полиэтиленимином за счёт модифицирования матрицы путем окисления двойных связей на её поверхности. Показаны широкие возможности синтезированных фаз в режимах ионной и гидрофильной хроматографии.

This work proposes approach to increase the hydrophilicity of phases based on copolymers of styrene with divinylbenzene with grafted polyethyleneimine by modification of substrate via oxidation of double bonds on its surface. The versatile possibilities of the synthesized phases in the modes of ion and hydrophilic interaction liquid chromatography are shown.

Многообещающей областью ВЭЖХ является разработка многофункциональных сорбентов, которые можно использовать как в режиме ионной хроматографии (ИХ) с подавлением фоновой электропроводности и кондуктометрическим детектированием, так и в режиме гидрофильной хроматографии (ГИХ). Наиболее распространенными неподвижными фазами в ИХ являются сорбенты на основе ароматических матриц с высокой степенью сшивки (например, сополимеры стирола и дивинилбензола (ПС-ДВБ)), однако примеры их применения в режиме ГИХ немногочисленны. Для повышения удерживания высокополярных соединений на таких фазах необходимо повышение степени гидрофилизации сорбентов. Экранирование матрицы ковалентно привитым полиэтиленимином (ПЭИ) с последующей кватернизацией его аминогрупп глицидолом приводит к получению достаточно гидрофильных анионообменников [1]. Кроме того, их ёмкостью и селективностью можно управлять за счёт выбора условий синтеза [2], и они позволяют разделять полярные вещества в режиме ГИХ. Дальнейшее повышение гидрофильности подобных неподвижных фаз может позволить улучшить хроматографические характеристики слабогидратированных анионов и гидрофобных аналитов в режиме ГИХ.

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках гранта № 20-13-00140.

В работе предложен подход к повышению гидрофильности фаз с привитым ПЭИ за счёт модифицирования ПС-ДВБ путем окисления двойных связей на его поверхности. Новый способ модифицирования позволил значительно снизить удерживание оксогалогенидов, галоуксусных кислот и поляризуемых анионов. В результате, на полученных сорбентах удалось элюировать хлорит и бромат раньше хлорида, а хлорат раньше бромида. В режиме ГИХ он обеспечил повышение гидрофильности и возрастание удерживания полярных аналитов, однако для наиболее гидрофобных аминокислот этот рост был менее выражен, что также приводило к изменению порядка элюирования.

Перспективность использования предложенного подхода в сравнении с описанными ранее [1,2] для повышения степени гидрофилизации сорбентов и устранения адсорбционных взаимодействий анионов с гидрофобной матрицей оценили за счёт установления механизма удерживания сильнополяризуемых анионов (BF_4^-, I^-, SCN^-, ClO_4^-) на синтезированных неподвижных фазах. Зависимости десятичного логарифма фактора удерживания (lgk') от десятичного логарифма концентрации элюента (lgC) являются линейными для всех фаз (табл. 1). Однако, только для анионообменника, полученного в данной работе, для всех рассмотренных анионов угловые коэффициенты лежат в интервале $1 \pm 0{,}1$, что указывает на преимущественно ионный механизм удерживания.

Таблица 1. Коэффициенты зависимостей lgk' от lgC для сильнополяризуемых анионов

Сорбент	BPEI-Gl x1		BPEI-Gl 4		EBPEI-Gl 1	
Анион	tg α	R^2	tg α	R^2	tg α	R^2
BF_4^-	0,89	0,9980	0,91	0,9923	1,09	0,992
I^-	0,81	0,9997	0,83	0,9990	1,07	0,999
SCN^-	0,89	0,9954	0,85	0,9966	1,01	0,999
ClO_4^-	0,77	0,9981	0,87	0,9939	1,01	0,999

В режиме ИХ с подавлением полученные фазы позволили одновременно разделить 14 анионов за 23 мин с эффективностью до 25500 тт/м, включая стандартные анионы, оксогалогениды и анионы алкилфосфоновых или галоуксусных кислот, а наиболее гидрофильный сорбент был использован для определения йодида в препарате «Калия иодид Реневал». В то же время в режиме ГИХ данные фазы обеспечивают разделение 5 сахаров за 9 мин с эффективностью до 7000 тт/м, 8 аминокислот с эффективностью до 13000 тт/м за 17 мин, 8 азотистых оснований и нуклеозидов за 10 мин с эффективностью до 13000 тт/м, а также 6 витаминов с эффективностью до 19500 тт/м за 20 мин.

Литература

1. *Shchukina O.I., Zatirakha A.V., Uzhel A.S., Smolenkov A.D., Shpigun O.A.* // Anal. Chim. Acta. 2017. V. 964. P. 187.

Горбовская А.В., Попкова Е.К. , Ужель А.С., Шпигун О.А., Затираха А.В. // Журн. аналит. химии. 2023. Т. 78. С. 507-519.

УДК 543.544

ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЗМОВ УДЕРЖИВАНИЯ ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ НА НОВЫХ СОРБЕНТАХ С ГИДРОФИЛЬНЫМИ ПОЛИМЕРНЫМИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ СЛОЯМИ, СФОРМИРОВАННЫМИ ПО РЕАКЦИИ УГИ [1]

Чикурова Н.Ю., Беляева А.А., Чернобровкина А.В., Смоленков А.Д., Шпигун О.А.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Россия 119991, г. Москва, ул. Ленинские горы, 1, стр. 3
e-mail: chikurova.nu@yandex.ru

Многокомпонентная клик-реакция Уги была применена для иммобилизации различных полимеров на поверхности аминопропилсиликагеля для получения новых неподвижных фаз для гидрофильной хроматографии. Изучена стабильность сорбентов и механизмы удерживания различных веществ на них. Для оценки диапазонов реализации гидрофильного и обращенно-фазового режимов ВЭЖХ для соединений разных классов получены U-образные кривые при варьировании доли органического растворителя в подвижной фазе.

Multicomponent Ugi click-reaction was applied to immobilize various polymers onto aminopropyl-modified silica to prepare novel stationary phases for hydrophilic interaction liquid chromatography. Stability of the adsorbents and retention mechanisms for various substances were established. U-shape curves with varying organic content in mobile phase were obtained for analytes from different classes to evaluate the ranges of hydrophilic and reversed-phase HPLC modes.

Использование полимеров представляет собой перспективную стратегию для создания новых неподвижных фаз для гидрофильной хроматографии (ГИХ). На сегодняшний день существует два подхода включения полимеров в функциональный слой сорбентов [1]: полимеризация на поверхности матрицы либо ее модифицирование готовым или синтезированным полимером. В первом случае плотность прививки полимерных цепей высока, но полимеризацией сложно управлять. Преимуществом второго подхода является возможность легко контролировать размер молекулы и ее распределение. Более того множество мест для закрепления полимерного модификатора на поверхности силикагеля может обеспечить образование упорядоченных структур и лучшую гидролитическую стабильность сорбентов. Однако из-за большого молекулярного размера полимеров существует стерический эффект, который ограничивает возможности связывания полимерного соединения с матрицей. Для решения данной проблемы необходимы высокоэффективные реакции, такие как клик-реакции [2].

[1] Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, грант № 20-13-00140.

В данной работе использовали вариативную клик-реакцию Уги для создания полимерного функционального слоя на поверхности силикагеля. Новые фазы были получены ковалентным модифицированием 3-аминопропилсиликагеля ацетальдегидом, 2-морфолиноэтилизоцианидом и разными полимерными кислотами: полиакриловой и сополимером акриловой и малеиновой кислот. Результаты элементного анализа для всех фаз показали значительное увеличение содержания углерода по сравнению с матрицей, что подтвердило ее успешное модифицирование. Для характеризации и сравнения сорбентов использовали тест Танака для гидрофильных неподвижных фаз и модельные соединения разных классов.

Для выбранных полимеров оценено влияние их структуры на характеристики получаемых сорбентов. Включение дополнительных карбоксильных групп с помощью сополимера акриловой и малеиновой кислот привело к уменьшению анионообменной селективности, но позволило увеличить гидрофильность слоя.

Оценена стабильность сорбентов, полученных с помощью предложенного способа закрепления функционального слоя. Изучены механизмы удерживания нейтральных, положительно и отрицательно заряженных в условиях эксперимента веществ на синтезированных фазах при разных составах подвижной фазы. Установлен значимый вклад электростатических взаимодействий в удерживание витаминов кислотной природы и ксантина.

Включение структурных фрагментов полимеров привело к приемлемому удерживанию гидрофобных алкилбензолов в обращенно-фазовом режиме (ОФ). Для оценки диапазонов реализации режимов ВЭЖХ путем варьирования доли ацетонитрила в элюенте получены U-образные кривые на колонке с сополимером акриловой и малеиновой кислот для п-толуолсульфоната натрия, фенилаланина, гуанозина, аденина и цитидина. Переход от ГИХ к ОФ наблюдали только для гидрофобного аниона п-толуолсульфоната и для относительно гидрофильного аденина (log P = -0.73, Epiweb 4.1). Несмотря на то, что реализация данного перехода происходит лишь при более чем 80% водной фазы, его осуществление для аденина также может свидетельствовать о проявлении гидрофобных взаимодействий. Однако, показано, что сильнополярные гуанозин (log P = -1.71) и цитидин (log P= -2.46) удерживаются только за счет гидрофильных взаимодействий: при увеличении доли воды их удерживание уменьшалось. Последнее, а также реализация перехода к ОФ режиму для менее полярных веществ только при большой доле воды, свидетельствует о высокой полярности разработанных сорбентов.

Литература

1. *Лисичкин Г.В., Фадеев А.А., Сердан А.А., Нестеренко П.Н., Мингалев П.Г., Фурман Д.Б.* Химия привитых поверхностных соединений. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003.

2. Yang D., Yu D.P., Dong X.F., Shen A.J., Jin G.W., Guo Z.M., Yan J.Y., Liu M.Y., Liang X.M. // Chin. J. Anal. Chem. 2015. V. 43. P.1439–1444.

УДК 543.544

ПОДБОР УСЛОВИЙ РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ НЕФТИ МЕТОДОМ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Рыжкова Г.Г., Редькин Н.А.

Самарский университет им. Королева, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34.
e-mail: xiredn@mail.ru

В работе рассмотрена возможность использования бумажной хроматографии в качестве анализа нефти и нефтепродуктов. Была исследованы результаты использования одно- и двухкомпонентных подвижных фаз. Проведен выбор оптимального состава подвижной фазы для разделения компонентов нефти и моторных масел.

The paper considers the possibility of using paper chromatography as an analysis of oil and petroleum products. The results of using one- and two-component mobile phases were investigated. The selection of the optimal composition of the mobile phase for the separation of petroleum and motor oil components was carried out.

Для определения состава нефти применяется большое число методов, такие как спектроскопия, ЯМР, люминесцентный анализ, адсорбционно-жидкостная хроматография. Все эти методики длительны, трудоемки и многостадийны, поэтому в настоящее время идут поиски экспрессного и более простого метода определения группового состава нефтей.

Одним из таких методов является тонкослойная хроматография. Данный метод обладает рядом преимуществ, таких как быстрота, дешевизна и возможность применения в полевых условиях. Известно, что методом тонкослойной хроматографии исследовали групповой состав нефти [1], а также групповой состав масел вакуумного газойля [2].

В данной работе предлагается использовать бумажную хроматографию для определения группового состава нефти и нефтепродуктов. Несмотря на то, что бумага обладает меньшей эффективностью разделения компонентов, её использование позволит значительно удешевить единичный анализ, а также использовать сочетание бумажная хроматография - ИК спектрометрия для повышения надежности идентификации нефтепродуктов.

Целью данной работы является разработка подхода, позволяющего определить групповой состав нефтепродукта с использованием бумажной хроматографии.

В работе были исследованы 6 образцов нефтей, 4 моторных масла и ряд тяжелых нефтепродуктов, таких как битумы, нефтяные смазки и другие.

В работе бумажная хроматография проводилась с использованием одно- и двухкомпонентных подвижных фаз. В качестве сорбентов использовали хроматографическую бумагу, а также гидрофобизировали ее путем пропитки неполярными соединениями. Разделенные на хроматограмме зоны веществ проявляли в УФ-свете и парах йода.

Было показано, что низкая селективность бумаги, а также большое число соединений в исследуемых образцах не позволяет проводить анализ путем разделения образца на отдельные компоненты. В лучшем случае удается провести фракионирование проб. Так для образцов нефти с месторождений Самарской области удалось подобрать условия, в которых при последовательном использовании трех подвижных жидких фаз удается получить хроматограммы, имеющие значительные раздичия для каждого образца нефти.

Литература

1. *Е.Ю. Коваленко, С.С. Яновская, Т.А. Сагаченко, Р.С. Мин* // Журн. Известия Томск. политех. ун-та. Инжиниринг георесурсов. 2016. Т. 327, №5. С. 116-123.

2. *Ю.А. Иовик, Е.Б. Кривцов, А.К. Головко* // Журн. Известия Томск. политех. ун-та. Инжиниринг георесурсов. 2018. Т. 329. №11. С. 52-60.

УДК 543.421/.424

ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРИЯ В ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ АТЕНОЛОЛА В ТАБЛЕТИРОВАННЫХ ПРЕПАРАТАХ

Редькин Н.А., Хисямов М.М., Онучак Л.А.

Самарский университет им. Королева, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34.
e-mail: xiredn@mail.ru

В работе рассмотрена возможность использования ИК-Фурье спектрометрии для количественного определения содержания действующего вещества в таблетках лекарственного препарата атенолол. Показано, что разработанная методика по всем параметрам валидации соответствует требованиям, предъявляемым к методикам анализа фармацевтических препаратов.

The paper examines the possibility of using infrared spectrometry to quantitatively determine the content of the active substance in tablets of the atenolol. The developed method was validated.

Метод инфракрасной спектрометрии внесен в Государственную фармакопею XII, однако он используется практически только для подтверждения подлинности субстанции лекарственных препаратов. Вместе с тем, в настоящее время его значение значительно возросло за счет появления специализированных приставок для ИК спектрометров, позволяющих проводить анализ таблетированных лекарственных препаратов без дополнительной пробоподготовки, что позволяет значительно сократить время анализа. Наиболее часто используемый для анализа таблеток метод высокоэффективной жидкостной хроматографии, безусловно, имеет ряд неоспоримых преимуществ, включая возможность определения наряду с основным компонентом и содержащиеся в таблетки примеси, однако, является более длительным и дорогим.

Целью данной работы было изучение путей использования метода ИК-Фурье спектрометрии для анализа таблеток лекарственного препарата атенолол.

В работе для анализа атенолола субстанцию извлекали подходящим растворителем, выпаривали заданный объем полученного экстракта, а затем перетирали полученный осадок с бромидом калия. Полученные порошки анализировали с использованием метода прессования таблеток, а также приставки диффузного отражения. Для каждого случая подбирали оптимальные условия количественного определения атенолола.

Было показано, что метод ИК-Фурье спектрометрии имеет перспективы для использования в анализе таблетированных препаратов, а предложенные методики способны легко пройти процедуру валидации.

УДК 543.63

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ В КОНТРОЛЕ РЕАКЦИЙ АЛЬДОЛЬНОЙ КОНДЕНСАЦИИ, КАТАЛИЗИРУЕМЫХ ДИАРИЛТЕЛЛУРОКСИДАМИ

Редькин Н.А., Корсиков Д.А.

Самарский университет им. Королева, Россия 443086, г. Самара, Московское шоссе, д. 34.
e-mail: xiredn@mail.ru

В работе обсуждается использование метода тонкослойной хроматографии для контроля реакции альдольной конденсации, протекающей в присутствии диарилтеллуроксидов. Были подобраны условия разделения всех известных компонентов реакционной смеси, а также показана принципиальная возможность использования полуколичественной тонкослойной хроматографии для оценки глубины протекания реакции.

The paper discusses the use of thin layer chromatography to monitor the aldol condensation reaction occurring in the presence of diaryl telluroxides. The conditions for the separation of all known components of the reaction mixture were selected, and the fundamental possibility of using semi-quantitative thin-layer chromatography to assess the depth of the reaction was shown.

Реакции альдольной конденсации, протекающие между органическими альдегидами и кетонами, обычно катализируются кислотами или основаниями. Однако, известен ряд реакций, в которых эти катализаторы не дают желаемый продукт. В этом случае остро встает вопрос о возможности использования катализаторов иной природы, например, диарилтеллуроксиды.

Диарилтеллуроксиды, как и другие органические соединения теллура, в настоящее время остаются малоизученными. Этому способствует широко распространенное мнение о их высокой токсичности и неприятном запахе, что совершенно справедливо для простейших теллурорганических соединений, но отчасти ошибочно для более сложных.

Целью данной работы было изучение протекания реакции альдольной конденсации в присутствии ди(4-метоксифенил)теллуроксида и контроль за протеканием этой реакции методом тонкослойной хроматографии.

Нами было показано, что для разделения компонентов изучаемых реакционных смесей лучше всего использовать обращенно-фазовую тонкослойную хроматографию, позволяющую одновременно фиксировать органические и, при их высокой концентрации, теллурорганические соединения.

Использование полуколичественного метода тонкослойной хроматографии позволило показать, что при проведении реакций в водной среде диарилтеллуроксиды значительно уступают по каталитической способности щелочам. Однако, при использовании апротонных растворителей, в которых щелочь практически не растворяется и не проявляет каталитических свойств, диарилтеллуроксиды позволяют получать целевой продукт.

УДК 543.61:665.6

КОМПЛЕКС ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В НЕФТИ И НЕФТЕСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ

Занозина И.И., Прокофьева О.В., Табачная Д.Г., Рузов И.А., Спирина А.А., Занозин И.Ю., Карпухин А.К.

АО «Средневолжский научно-исследовательский институт по нефтепереработке», 446200, г. Новокуйбышевск, ул. Научная, 1
e-mail: zanozinaii@sni.rosneft.ru

В работе рассмотрены методы определения хлорорганических соединений в нефти и нефтесодержащей жидкости (пробы воды из амбаров, прудов-отстойников и нефтешламовых накопителей). Предложен альтернативный метод определения хлорорганических соединений для контроля качества.

The paper discusses methods for determining organochlorine compounds in oil and oil-containing liquid. An alternative method for the determination of organochlorine compounds for quality control is proposed.

При добыче, подготовке и транспортировке нефти возникают серьезные проблемы, связанные с загрязнением хлорорганическими соединениями (ХОС), что, в свою очередь, приводит к коррозии оборудования, увеличению его износа и другим неблагоприятным последствиям, и, как следствие, к экологическим проблемам. Для предотвращения попадания ХОС в нефть необходимо осуществлять контроль содержание ХОС.

В испытательных лабораториях ХОС в нефтях определяют по ГОСТ Р 52247 «Нефть. Метод определения хлорорганических соединений». Указанные в ГОСТе методики измерений (МИ) позволяют получить количественные результаты без идентификации ХОС.

Специалисты АО «СвНИИНП», имея большой опыт в области аналитической хроматографии [1], разработали, аттестовали и внедрили в лабораторную практику МИ-43 «Определение массовых долей хлорорганических соединений в химических реагентах методом газовой хроматографии» (внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений) [2].

Наличие в арсенале отдела оценки качества нефти и нефтепродуктов комплекса анализаторов элементного состава позволило провести сопоставительный анализ определения ХОС в различных образцах двумя методами:

первый метод – сжигание в среде инертного газа и кислорода с последующим микрокулонометрическим титрованием с применением

анализатора элементного универсального типа «Multi EA 5000» (ГОСТ Р 52247, метод Б);
второй метод – хроматографическое определение ХОС с применением газохроматографического комплекса типа «Хромос ГХ-1000» с электронно-захватным детектором согласно МИ-43.

Результаты сопоставительного исследования образцов нефти и нефтесодержащей жидкости (НСЖ) представлены в табл.1.

Таблица 1 – Сравнительные данные определения ХОС двумя методами

Наименование объекта исследования	ГОСТ Р 52247 метод Б	Хроматографическое определение		Относительное расхождение, %
	Содержание ХОС во фракции до 204 °С, млн$^{-1}$ (ppm, мкг/г)	Наименование ХОС	Содержание ХОС во фракции до 204 °С, млн$^{-1}$ (ppm, мкг/г)	
Нефть	**17**	2-хлорпропан	1,6	**7,9**
		аллилхлорид	9,5	
		1,2-дихлорэтан	2,2	
		неидентифи-цированные	2,0	
		Общее содержание ХОС	**15,7**	
НСЖ	**8,7**	хлороформ	**9,0**	**3,4**

Как видно из таблицы, результаты, полученные разными методами, сопоставимы. Для проведения входного и текущего аналитического контроля качества нефти и нефтесодержащей жидкости применяются как стандартизованные методы (ГОСТ Р 52247, метод Б, метод В), так и МИ-43, что позволяет оперативно идентифицировать ХОС, определить возможный источник заражения нефти/нефтепродуктов ХОС и обеспечить безаварийную работу технологического оборудования, в конечном счете - предотвратить ухудшение экологической обстановки.

Литература

1. *Занозина И.И.* Нестандартные хроматографические методики ускоренного мониторинга нефтяного сырья// Сорбционные и хроматографические процессы. 2008. 8(2). С.282-287

2. *Невядовский Е.Ю., Осиянов Е.В., Веклич М.А., Никульшин П.А. и др.* Разработка и внедрение в ПАО «НК «Роснефть» методик определения хлорорганических соединений в химических реагентах//Нефтяное хозяйство.2022. 11.С.68-72

УДК 541.183 + 544.723.23

АДСОРБЦИЯ НА МИКРОПОРИСТОМ МЕТАЛЛ-ОРГАНИЧЕСКОМ КАРКАСНОМ ПОЛИМЕРЕ HKUST-1 ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Мартина Ю.В. [1], Копытин К.А. [1], Онучак Л.А. [1]

[1]Самарский университет, Россия 443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д.34
e-mail: yulya.martina@yandex.ru

В работе проведено исследование адсорбционных и селективных свойств микропористого метал-органического каркасного полимера HKUST-1 по отношению к шестнадцати летучим органическим соединениям разных классов методом обращённой газовой хроматографии.

In this work adsorption and selective properties of microporous metal-organic framework HKUST-1 were studied by the method of inverse gas chromatography regarding various volatile organic compounds.

Металл-органические каркасные полимеры (МОКП) представляют собой класс пористых кристаллических веществ, состоящих из ионов металлов или их кластеров, соединённых между собой органическими линкерами [1, 2]. Одним из наиболее изученных металл-органических каркасов является HKUST-1 – бензил-1,3,5-трикарбоксилат меди ($Cu_3(BTC)_2(H_2O)_3$) [3]. Однако в литературе отсутствуют данные об особенностях адсорбции из газовой фазы органических соединений разных классов на этом микропористом МОКП.

Целью исследования являлось изучение адсорбционных и селективных свойств металл-органического каркасного полимера HKUST-1 по отношению к летучим органическим соединениям разных классов газохроматографическим методом.

Для определения термодинамических характеристик адсорбции, близких к равновесным, разработана и обоснована методика газохроматографического эксперимента с применением микронасадочной колонки (0,53 мм × 50 см), заполненной кристаллитами HKUST-1. На основании экспериментальных данных рассчитаны термодинамические характеристики адсорбции алканов C_5-C_8, аренов C_6-C_8, циклогексана, хлорпроизводных метана, метанола и нитрометана. Показано, что адсорбент HKUST-1, содержащий в своей кристаллической структуре три типа микропор различного диаметра, проявляет смешанный механизм адсорбции. В зависимости от электронного строения, формы и размеров молекулы адсорбата проявляются различные типы межмолекулярных взаимодействий, а также наблюдается ситовый эффект для адсорбатов с

линейными размерами l>4Å и очень высокая способность к адсорбции полярных веществ с молекулами малого линейного размера (2,8-3Å, метанол, нитрометан).

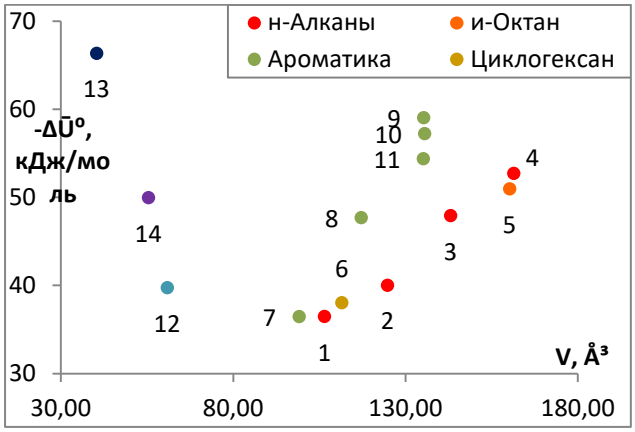


Рис. 1. Изменения внутренней энергии при сорбции индивидуальным HKUST-1, представленные в координатах $|\Delta\bar{U}^0|$ – объем молекулы V_M.

Проведённое исследование показало, что металл-органический каркасный полимер HKUST-1 является специфическим микропористым адсорбентом, чувствительным как к размерам и форме молекул, так и их электронному строению. Адсорбент HKUST-1 обладает селективностью по отношению к изомерным алканам и аренам и высокой способностью к концентрированию из газовых сред хлорпроизводных метана и полярных соединений с малыми размерами молекул вследствие доступности всего порового пространства каркаса, включая поры малого размера (~4Å).

Полученные данные указывают на высокий потенциал использования HKUST-1 в адсорбционных технологиях для концентрирования хлорпроизводных метана и полярных молекул малого размера из газовых сред и хроматографического разделения смесей летучих органических соединений, различающихся по полярности, объёму и форме молекул.

Литература

1. *Batten S.R., Champness N.R., Chen S.-M., et al.* Terminology of Metal-Organic Frameworks and Coordination Polymers (IUPAC Recommendations 2013). Pure Appl. Chem. 2013. Vol.85. No.8. P.1715-1724.
2. *Batten M.P., Rubio-Martinez M., Hadley T., et al.* Continuous flow production of metal-organic frameworks // Curr. Opin. Chem. Eng. 2015. Vol.8. P.55-59.
3. *Chui S.S., Lo S.M., Charmant J.P., et al.* A chemically functionalizable nanoporous material [Cu3(TMA)2(H2O)3]n // Science. 1999. Vol.283. No.5405. P.1148−50.

УДК 543.544

ПРИМЕНЕНИЕ СОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА, МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА, ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ β-БЛОКАТОРОВ[1]

Ананьева И.А., Просунцова Д.С.

МГУ имени М.В.Ломоносова, химический факультет, кафедра аналитической химии, Россия 119234, г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр. 3;
e-mail: irishan@mail.ru

В работе изучали новые подходы к синтезу полимерных наногибридных сорбентов с наночастицами золота и их применению в ВЭЖХ. Полученные сорбенты применяли для разделения смесей и энантиомеров биологически активных веществ, входящих в состав лекарственных средств.

The work explored new approaches to the synthesis of polymer nanohybrid sorbents with gold nanoparticles and their use in HPLC. The resulting sorbents were used to separate mixtures and enantiomers of biologically active substances included in medicines.

Высокоэффективная жидкостная хроматография наиболее востребованный метод разделения различных классов органических веществ. Поэтому, разработка новых неподвижных фаз для ВЭЖХ с использованием новых подходов и современных технологий очень актуальна. Одним из решений может быть использование функциональных материалов для создания новых универсальных сорбентов, селективных к различным группам органических соединений. Последние десятилетия в сепарационных методах анализов идет интенсивное развитие применения функциональных наногибридных материалов, в том числе широко применяются наночастицы золота.

β-блокаторы – класс фармацевтических препаратов, которые активно используются в медицинской практике уже более 50 лет. Их эффект заключается в том, что они нейтрализуют действие адреналина на β-адренорецепторы в сердце, что ведет к снижению артериального давления. Помимо использования в лечении гипертонии, стенокардии, аритмии, они также используются и в случае глаукомы, депрессии и для смягчения симптомов мигрени. Но некоторые из них проявляют токсичные свойства, поэтому в практике нашли применение лишь некоторые представители β-блокаторов.

В работе было изучено хроматографическое поведение β-блокаторов на сорбентах на основе сополимера стирола и дивинилбензола, модифицированного наночастицами золота с привитым L-цистеином (ПС-

[1] Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект №20-33-90177.

ДВБ-Au-L-цистеин) и лизином с липоевой кислотой (ПС-ДВБ-Au-ЛК-Lys). Синтезированные неподвижные имеют сложную структуру с различными возможностями удерживания в смешанном режиме для β-блокаторов за счет гидрофобных, электростатических, водородных связей и π-π взаимодействий.

На рис.1 приведена хроматограмма разделения β-блокаторов при элюировании смесями ацетонитрила, метанола и фосфатных буферных растворов при pH=6.8. β-блокаторы удерживались дольше и лучше разделялись при больших значениях pH, что согласуется с их константами кислотности и показателями logD, возрастающими при увеличении значений pH. В оптимизированных условиях полное разделение шести β-блокаторов было достигнуто за 15 минут. Было обнаружено, что удерживание β-блокаторов как на немодифицированной колонке ПС-ДВБ, так и на колонках, заполненной неподвижными фазами ПС-ДВБ-Au-L-цистеин, ПС-ДВБ-Au-ЛК-Lys, хорошо коррелирует с их гидрофобностью, оцененной с использованием значений logP.

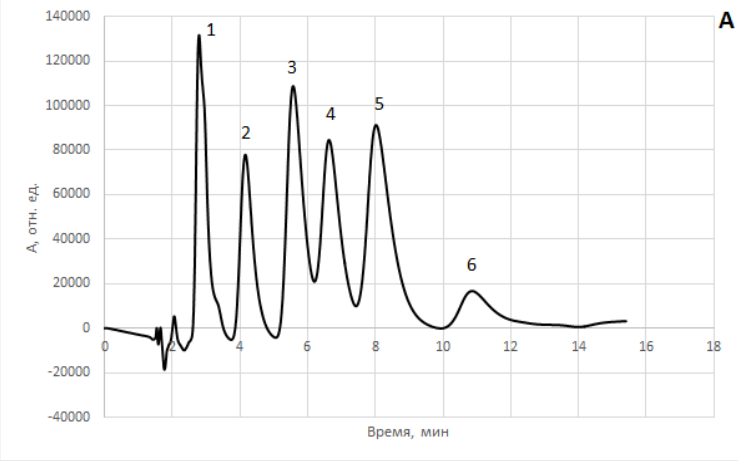


Рис. 1. ХРОМАТОГРАММА СМЕСИ β-БЛОКАТОРОВ: 1 – АТЕНОЛОЛ, 2 – НАДОЛОЛ, 3 – ПИНДОЛОЛ, 4 – МЕТОПРОЛОЛ, 5 – ОКСПРЕНОЛОЛ, 6 - АЛПРЕНОЛОЛ. ПФ: 40/40/20 (ОБ. %) АЦЕТОНИТРИЛ/МЕТАНОЛ/ФБ (10 ММ, PH=6.8). СОРБЕНТ: ПС-ДВБ-AU-ЛК-LYS. СКОРОСТЬ ПОТОКА 0.5 МЛ/МИН, λ=230 НМ.

Хорошо известно, что большинство β-блокаторов хиральны и их энантиомеры несут различные потенциальный и фармакологический эффекты. Они проявляют стереоселективность к β1- и β2-рецепторам с разной фармакодинамической активностью. Энантиомеры блокаторов обладают разными биологическими свойствами: исследования показали, что S-энантиомеры в несколько раз эффективней по биологическим показателям, чем R-энантиомеры, поэтому поиск новых способов разделения энантиомеров β-блокаторов имеет большое практическое значение. В ходе изучения хроматографического поведения β-блокаторов наблюдали частичное разделение энантиомеров.

УДК 006.91:556

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРИРОДНЫХ ВОД

Герасимова Е.А.[1], Белая М.Н.[1]

[1]ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»
ул. Университетская, 33, г. Севастополь, Российская Федерация, 299053 e-mail: belaya_079@mail.ru

В статье представлены средства измерений, применяемые при проведении гидрохимических исследований природных вод. Описана техническая основа метрологического обеспечения гидрохимических измерений.

The article presents measuring instruments used in hydrochemical studies of natural waters. The technical basis of metrological support of hydrochemical measurements is described.

Под качеством воды понимают совокупность ее свойств, обусловленных концентрацией содержащихся в воде примесей. Различают бактериологические, биологические, химические и физические показатели качества.

Гидрохимические исследования играют важную роль в оценке и контроле качества воды. При проведении гидрохимических исследований необходимо организовать и определить совокупность действий по метрологическому обеспечению гидрохимических исследований природных вод.

Для проведения гидрохимических исследований природных вод применяются: pH-метр 150МИ, спектрофотометр, нитратометр, иономер и тест комплекты.

pH-метр 150МИ предназначен для измерения показателя активности ионов водорода (pH), окислительно-восстановительного потенциала (Eh) и температуры (t) водных растворов [1] (рисунок 1). Межповерочный интервал – 1 год. Основные метрологические характеристики представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики pH-метр 150МИ

Наименование определяемых (измеряемых) характеристик (параметров) продукции	Метрологические характеристики	
	диапазон измерений	класс точности, погрешность и (или) неопределенность
Показатель активности ионов водорода (режим pH)	от -1,00 до 14,00	±0,05
Окислительно-восстановительный потенциал (Eh)	от -2000 до 2000 мВ	±3 мВ
Температура анализируемой среды (режим t)	от - 10 до 100 ^{0}C	±2 ^{0}C



Рис. 1. pH-метр 150МИ



Рис. 2. Спектрофотометр ПЭ-5300ВИ



Рис. 3. Нитратометр ИТ-1201

Спектрофотометр ПЭ-5300ВИ (рисунок 2) предназначен для измерения коэффициента пропускания (диапазон измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания от 0,0 до 100,0 %Т и от 0,0 до 200,0 %Т) и оптической плотности жидкостей (в том числе биологических) (от 3,000 до 0,000 и от 3,000 до -0,300) с целью определения концентрации растворенных в них компонентов, а также для измерения коэффициента пропускания и оптической плотности жидких проб различного происхождения [2]. Спектральный диапазон ПЭ-5300ВИ – от 325 до 1000 нм, пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания: ± 0,5 %Т.

Нитратометр ИТ-1201 (рисунок 3) предназначен для измерений показателя активности нитрат-ионов (pNO_3), содержания нитрат-ионов или нитратного азота в различных объектах, а также температуры (t) водных растворов [3].

В результате проведения гидрохимических исследований природных вод необходимо создание условий для получения измерительной информации, обладающей свойствами, необходимыми и достаточными для выработки определенных решений как в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, так и вне этой сферы, например, при проведении научных исследований.

Литература

1. pH-метр 150МИ. Руководство по эксплуатации ГРБА.414318.001РЭ. – 35 с.
2. Спектрофотометр ПЭ-5300ВИ. Руководство по эксплуатации. Паспорт БКРЕ.941412.001РЭ. Версия 1.7 от 01.08.2019. – 27 с.
3. Нитратометр ИТ-1201. Руководство по эксплуатации ГРБА 414336.056РЭ. – 49 с.

УДК 543.4

ЦИФРОВАЯ ЦВЕТОМЕТРИЯ КАК СПОСОБ РЕГИСТРАЦИИ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОТКЛИКА КОМПОЗИТНЫХ СЕНСОРНЫХ МАТРИЦ

Щемелев И.С. [1], Иванов А.В. [1,2], Зиновьев Т.В. [1], Ферапонтов Н.Б. [1]

[1] МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Россия 119991, г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр. 3, ГСП-3;
[2] ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, Россия 119991, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 31
e-mail: shchemelev_93@mail.ru

Предложено использовать цифровые цветометрические измерения для регистрации аналитического отклика сенсорных матриц состава «сшитый поливиниловый спирт – магнетит». Установлены оптимальные условия получения композитных пленок. Показана принципиальная возможность цветометрического анализа водных и водно-спиртовых систем с помощью композитных сенсорных матриц.

The digital colorimetric measurements has been offered to use for registration of analytical response of sensor matrices “cross-linked polyvinyl alcohol – magnetite”. The optimal conditions for obtaining of composite films have been established. The principal possibility for the colorimetric analysis of water and water-organic solutions using composite sensor matrices has been demonstrated.

Разработка простых и дешевых способов внелабораторного анализа, не требующих сложной пробоподготовки, является одной из актуальных задач современной аналитической химии. Особое интерес вызывают оптические сенсорные системы, меняющие свой цвет при воздействии аналитов. В последнее десятилетие для регистрации и обработки аналитического сигнала применяется цифровая цветометрия, основанная на измерении цветовых характеристик сенсорных элементов с помощью цифровых бытовых устройств (фотоаппаратов, сканеров, смартфонов с цифровыми фотокамерами и пр.), которыми ежедневно пользуется большинство людей.

В настоящей работе метод цифровой цветометрии был впервые применен для измерения аналитического сигнала сенсорных элементов, представляющих собой композитные пленки состава «сшитый поливиниловый спирт (ПВС) – магнетит». Основной механизм их отклика на состав анализируемых объектов заключается в изменении степени набухания чувствительного полимера, которое приводит к изменению концентрации частиц в слое пленки и, соответственно, к изменению цвета. К преимуществам такого типа сенсорных матриц можно отнести простоту получения, отсутствие необходимости применения окрашенных дорогостоящих реагентов и, как следствие, их низкую стоимость. Кроме

того, внедренные в пленки частицы магнетита позволяют фиксировать их на месте в измерительных ячейках, что делает их перспективным инструментом для проведения анализа в потоке жидкости.

Чувствительные элементы получали путем предварительного импрегнирования пленок, заранее полученных из сшитого ПВС, в растворах солей железа (III) и железа (II) в мольном соотношении 2:1 с последующим формированием в них частиц Fe_3O_4 в насыщенных парах аммиака. Установлено, что наиболее подходящими условиями для формирования пленок с требуемыми оптическими свойствами являются концентрации солей Fe^{3+} и Fe^{2+} 0.10 и 0,05 моль/дм^3, соответственно, импрегнирование в течение 2 мин в присутствии УЗ излучения с частотой 40 кГц, а также выдерживание в атмосфере аммиака в течение 10 мин.

Полученные таким образом пленки исследовали в качестве чувствительного элемента для цветометрического анализа водно-спиртовых растворов. Проверили возможность набухания композитных пленок в водных растворах сильных электролитов и в водно-спиртовых смесях. Для получения аналитического сигнала пленки в проходящем свете фотографировали в воде, а затем в растворе спирта (этанол, изопропанол) с известной концентрацией по достижении равновесной степени набухания. По полученным фотоизображениям определяли цветовые координаты чувствительного композита в пространстве RGB и рассчитывали величину сигнала по формуле:

$$Ar = \sqrt{(R_0 - R)^2 + (G_0 - G)^2 + (B_0 - B)^2}\,, \qquad (1)$$

где R_0, G_0, B_0, R, G, B – цифровые значения интенсивностей красного, зеленого, синего цветов для композита в воде и анализируемом растворе соответственно [1].

Предел обнаружения этанола составляет 63 об. %, а изопропанола – 24 об. %. Предложенную методику измерений сигнала применили для анализа антисептиков для рук на основе изопропанола. Полученные результаты определения концентрации спирта хорошо согласуются с указанными производителем значениями.

Таким образом, показана принципиальная возможность анализа водных и водно-органических систем с применением композитных материалов в сочетании с цифровым цветометрическим способом регистрации аналитического сигнала.

Литература

1. *Шаока З.А.Ч.* Развитие методологии цифровой цветометрии с использованием смартфона для определения органических веществ и идентификации объектов анализа. Дис. …канд. хим. наук. Владимир: ВГУ, 2022.

УДК 543.4

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА БИНАРНОГО РАСТВОРИТЕЛЯ НА УДЕРЖИВАНИЕ И ТЕРМОДИНАМИКУ АДСОРБЦИИ ХИРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ НА КОЛОНКАХ С ПРИВИТЫМИ АНТИБИОТИКАМИ РИСТОЦЕТИНОМ А И ЭРЕМОМИЦИНОМ

Степанова М.В. [1], Ботева А.А. [2]

[1] Пермский государственный медицинский университет им. академика Е.А. Вагнера, Россия 614990, г. Пермь, ул. Петропавловская, д.26;
[2] Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Россия 614000, г. Пермь, пр. Комсомольский, 29
e-mail: zattika@mail.ru

Изучено влияние состава бинарного растворителя на удерживание, разделение и термодинамику адсорбции энантиомеров оксазолопирролохинолонов на хиральных неподвижных фазах с привитыми макроциклическими антибиотиками ристоцетином А и эремомицином.

The effect of binary solvent composition on the retention and thermodynamics adsorption of enantiomers of oxazolopyrroloquinolones on chiral stationary phases grafted with the macrocyclic antibiotics ristocetin A and eremomycin was studied.

Существующие хроматографические модели, характеризующие зависимость коэффициента удерживания от состава элюента, применяются для описания линейных монотонных зависимостей [1, 2]. Отклонения от линейности требуют применения более сложных уравнений.

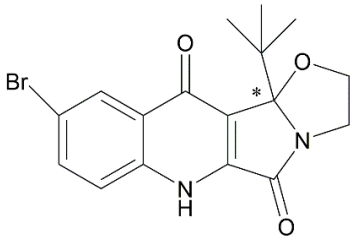


Рис. Строение оксазолопирролохинолона VII. Хиральный центр обозначен звездочкой

Недавно была опубликована работа, в которой было показано влияние состава подвижных фаз вода-метанол на удерживание и разделение хиральных оксазолопирролохинолонов (ОПХ) на неподвижной фазе с привитым антибиотиком ристоцетином А (Nautilus-R) [3]. Была предложена модель, успешно описывающая монотонно убывающую зависимость $k(\varphi)$ (φ – доля органического компонента, % об.), учитывающая факторы сольватации и вытеснительной адсорбции.

Представленная работа является продолжением этого исследования, расширенного на водно-ацетонитрильные элюенты и неподвижную фазу с привитым антибиотиком эремомицином (Nautilus-E). Рассматривается влияние природы хирального селектора, а также доли ацетонитрила в подвижной фазе на удерживание и разделение на примере энантиомера ОПХ VII с *трет*-бутильным заместителем у хирального центра (рисунок).

Обсуждается связь этого влияния с термодинамическими характеристиками адсорбции.

Таблица. Коэффициент удерживания, энантиоразделения и термодинамические характеристики адсорбции для первого элюируемого энантиомера ОПХ VII для некоторых составов подвижных фаз

	Nautilus-R		Nautilus-E
CH_3CN, % об.	30	98	30
k_1	1.04	0.99	1.79
α	2.03	1.16	1.10
ΔH_1^0, кДж/моль	-13.51	-7.68	-16.61
$T\Delta S_1^{0*}$, кДж/моль	-12.60	-6.56	-13.09

*T = 301.6 K (среднегармоническая температура исследованного температурного интервала)

Показано, что хиральная неподвижная фаза с привитым антибиотиком эремомицином характеризуется более высоким удерживанием в сопоставимых условиях и более низким энантиоразделением. Такое поведение объяснялось более высокой комплементарностью хирального кармана ристоцетина А по отношению к энантиомерам ОПХ VII. Прочность образующихся адсорбционных комплексов была ниже, чем для эремомициновой колонки, что подтверждается более низкими значениями энтальпии адсорбции.

Литература

1. *Snyder L.R., Dolan J.W., Gant J.R.* // J. Chromatogr. A. 1979. V. 165. P. 3.
2. *Lanin S.N., Ledenkova M.Y., Nikitin Y.S. //* J. Chromatogr. A. 1998. V. 797. № 1–2. P.
3. *Степанова М.В., Аснин Л.Д., Ботева А.А.* // Журн. физ. химии. 2023. Т. 97. № 2. С. 131–139.

УДК 541.123.6+544.015.32.7

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ СТРОЕНИЯ ДИАГРАММ ФАЗОВОГО КОМПЛЕКСА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ

Жумаев М.Т. [1], Махмадов Х.М. [2], Музафарова Д.З. [3], Солиев Л.

[1,2,3] ТГПУ им. С.Айни,
734003, Республика Таджикистан, г. Душанбе, пр-т Рудаки, 121
e-mail: soliev.lutfullo@yandex.com

Знание строения диаграмм химических систем, содержащих 5 – и и более компонентов необходимо не только с научной точки зрения, но и для решения прикладных задач, например, для создания оптимальных условий переработки полиминерального природного и технического (отходов производства)сырья. В статье рассмотрено строение фазового комплекса реальной компонентной системы Na,Ca||SO4,CO3,HCO3-H2O при 50 ℃.

Knowledge of the structure of diagrams of chemical systems containing 5 or more components is necessary not only from a scientific point of view, but also for solving applied problems, for example, to create optimal conditions for the processing of polymineral natural and technical (industrial waste) raw materials. The article examines the structure of the phase complex of a real component system Na,Ca||SO_4,CO_3,HCO_3-H_2O at 50 ℃.

Любая диаграмма состояния химических систем состоит из двух частей: координатный остов и фазовый комплекс [1]. Фазовый комплекс химической диаграммы включает комплекс её геометрических образов (поля, кривые и точки), а координатный остов устанавливает параметры (положения) этих геометрических образов на диаграмме.

Примечательно, что для 3 и 4 – компонентных систем имеется возможность совмещения этих частей в одной диаграмме с помощью геометрических фигур реального трёхмерного пространства. Однако с увеличением компонентности химических систем до 5 и более такой возможности нет из – за отсутствия реальных геометрических фигур размерностью более трёх.

В то же время знание строения диаграмм химических систем, содержащих 5- и более компонентов, необходимо не только с научной точки зрения, но и для решения прикладных задач, например создания оптимальных условий переработки полиминерального природного и технического (отходов производства) сырья.

Эту задачу можно частично решить, если воспользоваться закономерностями фазовых равновесий, характерных для фазового комплекса диаграмм состояния химических систем. Как предполагал Н. С. Курнаков [2], с увеличением компонентности химических систем, например с n – компонентного до n + 1 – компонентного, геометрические образы n – компонентных систем не исчезают, а приобретают другой вид. Например, при переходе системы с n – компонентного состояния в n + 1 –

компонентное состояние геометрические образы n – компонентных систем увеличивают свою размерность на единицу (точки превращаются в кривые, кривые в поля и т. д).

Предположения Н.С. Курнакова о видоизменении геометрических образов химических систем при увеличении их компонентности, были теоретически обоснованы и предложены, как третий принцип физико–химического анализа – принцип совместимости [3].

«Сквозная» и «односторонняя» трансляция [4] нонвариантных точек уровня четырёхкомпонентного состава на уровень пятикомпонентного состава приводит к образованию следующих пятерных нонвариантных точек с характерными для них равновесных твёрдых фаз:

$E_1^4 + E_5^4 \dashrightarrow E_1^5$ = Те+Нх+Бр+СаГ;
$E_2^4 + E_{10}^4 + E_{13}^4 \dashrightarrow E_2^5$ = Бр+С·1+Тр+Пр;
$E_3^4 + E_{15}^4 \dashrightarrow E_3^5$ = Нх+Тр+Бр+СаГ;
$E_4^4 + E_6^4 + E_9^4 \dashrightarrow E_4^5$ = Гп+Сц+СаГ+Гб;
$E_7^4 + E_8^4 \dashrightarrow E_5^5$ = СаГ+Те+Гб+Бр;
$E_{11}^4 + E_{14}^4 \dashrightarrow E_3^5$ = Сц+Гб+Пр+СаГ;
$E_1^2 + СаГ \dashrightarrow E_7^5$ = Пр+Гб+Бр+СаГ;
$E_{16}^5 + Бр \dashrightarrow E_8^5$ = Тр+Пр+СаГ+Бр.

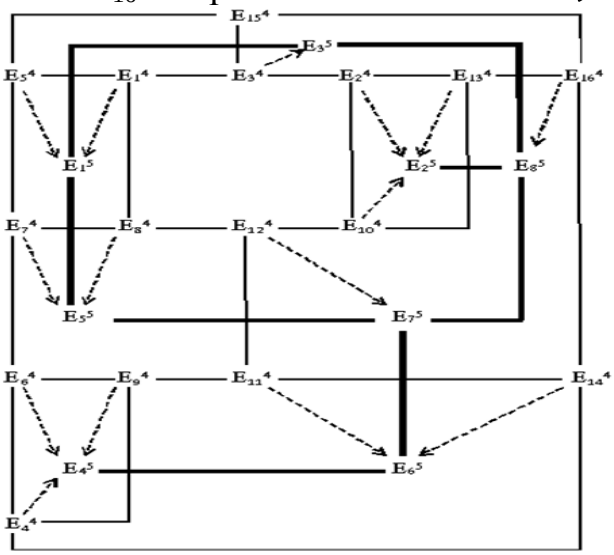


Рис. Совмещённая диаграмма фазовых комплекс системы Na, Ca // SO_4, CO_3, HCO_3-H_2O при 50 ^{0}C на уровнях-четырёх-пятикомпонентного составов

Совмещенная диаграмма фазовых равновесий системы Na,Ca//SO_4,CO_3,HCO_3-H_2O при 50 ^{0}C, на уровнях четырёх-пятикомпонентного состава, построенная с учетом всех типов трансляции, приведена на рисунок.

Таким образом, установлено, что для системы Na,Ca//SO_4,CO_3,HCO_3-H_2O при 50 ^{0}C на уровнях четырёхкомпонентного (А) и пятикомпонентного (Б) составов характерно наличие следующего количества геометрических образов: нонвариантные точки 16 – 8; моновариантные кривые 24 – 24; дивариантные полей 10 – 25.

Литература

1. Аносов В.Я., Озерова М.И., Фиалков Ю.Я. Основы физико-химического анализа. – М.: Наука, 1976, 503с.
2. Курнаков Н.С. Введение в физико-химический анализ. – М.-Л.: Изд. АН СССР, 1940, 652с.
3. Горощенко Я.Г. Массцентрический метод изображения многокомпонентных систем. - Киев: Наукова думка, 1982, 264 с.
4. Жумаев М.Т., Солиев Л. Строение фазового комплекса и растворимость водно-солевой системы из сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов натрия и кальция. – Душанбе: «ТГПУ им. С.Айни», 2023. -213.

УДК 541.123.7

ФАЗОВЫЕ РАВНОВЕСИЯ СИСТЕМЫ Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F- H_2O ПРИ 0^0С В ОБЛАСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КАРОББИИТА (KF)

Низомов И.М. [1], Шерзоди С. [2], Солиев Л. [3]

[1,2,3] ТГПУ им. С.Айни,
734003, Республика Таджикистан, г. Душанбе, пр-т Рудаки, 121
e-mail: Isokhon@mail.ru

Методом трансляции определены фазовые равновесия на геометрических образах системы Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F-H_2O при 0^0С в области кристаллизации кароббиита (KF). Установлено, что кароббиит участвует в формировании 20 дивариантных полей, 20 моновариантных кривых и 7 нонвариантных точек.

The phase equilibria on geometric images of the Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F-H_2O systems were determined by the translation method at 0^0C in the region of crystallization of carobbiite (KF). It was established that carobbiite is involved in the formation of 20 divariant fields, 20 monovariant curves, and 7 invariant points.

Проблема утилизации жидких отходов промышленного производства алюминия, состоящих преимущественно из смеси водных растворов сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов, фторидов натрия и калия является актуальной как в экономическом, так и в экологическом плане. Перечисленные соли являются составными частями жидких отходов промышленного производства алюминия [1]. Процесс утилизации этих отходов определяется закономерности фазовых равновесий в шестикомпонентной водно-солевой системе Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F- H_2O и поэтому, представляет интерес определение возможностей совместных кристаллизаций составляющих данную систему солей.

В данной работе рассмотрены результаты исследования строения диаграммы фазовых равновесий системы Na,K||SO_4,CO_3,HCO_3,F- H_2O при 0^0С в области кристаллизации кароббиита (KF). Кароббиит является равновесной фазой в 6 из 14 четырёхкомпонентных системах и в 4-х из 6 пятикомпонентных системах, составляющих исследуемую шестикомпонентную систему. Фазовые равновесия в этих четырёх-и пятикомпонентных системах были исследованы раннее [2-3] методом трансляции.

Соли кароббиит (KF), является равновесными фазами для следующих пятикомпонентных систем, составляющих исследуемую шестикомпонентную систему, и участвуют в формировании следующих пятерных нонвариантных точек с соответствующим фазовым состав осадков [4-5]. Система Na,K//SO_4,CO_3,F-H_2O: E_8^5= Ар + К×1,5 +Q +Кб; E_9^5 = Ар + Гз +Q +Кб; E_{12}^5= Во + Гз+Q +Кб. Система Na,K//CO_3,HCO_3,F-H_2O: E_{14}^5 = К×1,5 +Q +Кб +S; E_{15}^5= S + Кб +Кц + Нх; E_{16}^5= Q +Во + Кб + Нх; E_{17}^5=Нх

+Q + S + Кб. Система Na,K//SO_4,HCO_3,F-H_2O:E^5_{19}=Ар +Гз +Кб + Кц; E^5_{20}=Гз + Кб + Кц + Нх; E^5_{21}= Во +Гз + Кб + Нх. Система K_2SO_4 –K_2CO_3–K_2HCO_3– KF–H_2O: E^5_{23}= Ар+К×1,5+Кб+S; E^5_{24}= Ар + Кц + Кб +S.

Здесь и далее Е обозначает нонвариантную точку с верхним индексом, указывающим на кратность точки (компонентность системы) и нижним индексом, указывающим на порядковый номер точки. Приняты следующие обозначения равновесных твёрдых фаз: Ар –арканит – K_2SO_4; К×1,5 - $K_2CO_3\cdot 1{,}5H_2O$; Кб – кароббиит KF; Q - $Na_2CO_3\cdot K_2CO_3\cdot 6H_2O$; Гз – глазерит $3K_2SO_4\cdot Na_2SO_4$; Во – вильомит NaF; Нх – нахколит $NaHCO_3$; S - $2KHCO_3\cdot K_2CO_3\cdot 1{,}5H_2O$ и Кц – калицинит $KHCO_3$.

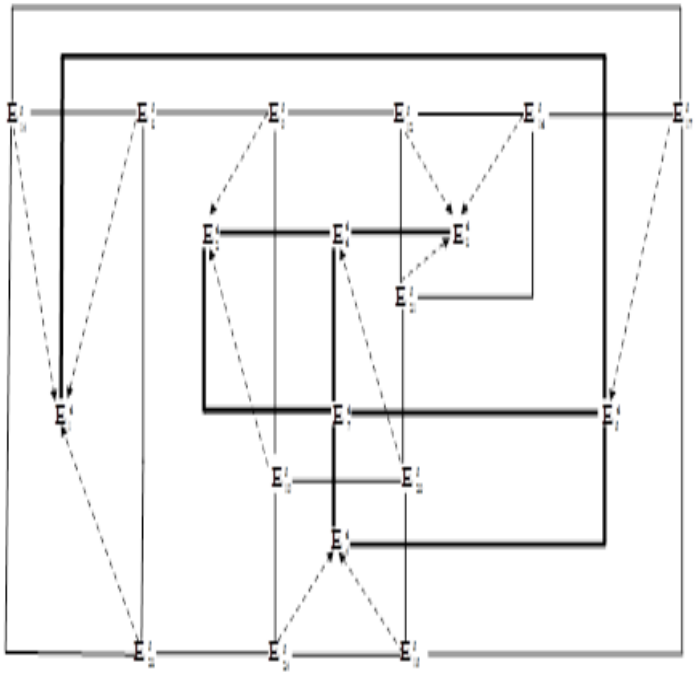


Рис. Фрагмент совмещенной схематической диаграммы фазовых равновесий системы Na, K // SO_4, CO_3, HCO_3, F - H_2O при 0^0C

На рисунке представлен фрагмент совмещённой схематической диаграммы фазовых равновесий системы Na,K//SO_4,CO_3,HCO_3,F- H_2O при 0^0C в области кристаллизации кароббиита, на уровнях пяти-шестикомпонентного составов методом трансляции.Анализ строения фрагмента диаграммы фазовых равновесий исследованной системы при 0^0C, на уровне пяти и шестикомпонентного составов показывает на участие каробиита в формировании следующего количества геометрических образов: нонвариантные точки 12-7; моновариантные кривые 18-20; дивариантные поля 8-20.

Литература

1. Морозова В. А., Ржечицкий Э. П. //Журн. прикл. химии, 1976, Т. 49, № 5, с. 1152.
2. Солиев Л. Прогнозирование строения диаграмм фазовых равновесий многокомпонентных водно-солевых систем методом трансляции. – М., 1987, 28с. Деп. в ВИНИТИ СССР 20.12.87г., №8950-В 87.
3. Низомов И., Солиев Л. // Журнал неорганической химии РАН, 2019, Т.64, №4, с.425-429.
4. Экспериментальные данные по растворимости многокомпонентных водно-солевых систем. Химиздат 2003. (Кн. 1-2). 1152 с.
5. Экспериментальные данные по растворимости многокомпонентных водно-солевых систем. Химиздат 2004. (Кн. 1-2). 1248 с.

УДК 544.015.32.7

ИЗОТЕРМА ФАЗАОБРАЗОВАНИЯ В ЧЕТЫРЁХКОМПОНЕНТНОЙ СИСТЕМЫ Na,Ca//SO_4,HCO_3–H_2O ПРИ 273 К

Олимджонова Н.В. [1], **Ноибова Н.З.** [2], **Жумаев М.Т.** [3], **Солиев Л.**

ТГПУ им. С.Айни,
734003, Республика Таджикистан, г. Душанбе, пр-т Рудаки, 121
e-mail: nilufarolimjonova180@mail.ru

Методом трансляции исследованы фазовые равновесия системы Na,Ca//SO_4,HCO_3-H_2O при температуре 273 К. На основе этого исследования было определено, что для данной системы характерны 2 нонвариантные точки, 5 моновариантных кривых и 4 дивариантных полей. Также построена замкнутая фазовая диаграмма исследуемой системы при температуре 273 К.

The translation method was used to study the phase equilibrium of the Na,Ca||SO_4,HCO_3-H_2O system at a temperature of 273 K. Based on this stady, it was determined that it is characterized by 2 invariant points, 5 monovariant curves and 4 divariant fields. The phase diagram of the system under study at a temperature of 273 K is also plotted.

Промышленные отходы – неизбежный результат каждого производства и серьезная угроза окружающей среде. В настоящее время отходы одного производства считаются ценным сырьем для другого и являются дополнительным источником дохода и богатства.

С этой целью изучение многокомпонентных систем являющихся отходами производства алюминия и прогнозирование возможных фазовых равновесий для водно–солевых химических систем облегчает решение задачи защиты окружающей среды и является экономически и экологически полезным.

Примером такой системы является четырёхкомпонентная взаимная система Na,Ca||SO_4,HCO_3-H_2O. Анализ литературных данных [1] показывает, что четырёхкомпонентная система Na,Ca||SO_4,HCO_3-H_2O при температуре 273 К никем не исследована. Поэтому, фазовые равновесия данной системы изучались нами с помощью метода трансляции [2], основанного на принципе совместимости структуры элементов вышеуказанной системы в одной диаграмме.

Система Na,Ca||SO_4,HCO_3-H_2O является взаимной четырёхкомпонентной системой, которая никем не изучена и состоит из следующих 4-х трёхкомпонентых подсистем: $NaHCO_3$-$Ca(HCO_3)_2$–H_2O; Na_2SO_4-$NaHCO_3$–H_2O; Na_2SO_4–$CaSO_4$–H_2O; $CaSO_4$–$Ca(HCO_3)_2$–H_2O. На уровне трёхкомпонентного состава для вышеприведённой четырёхкомпонентной системы характерны следующие фазовые равновесия (табл.).

Таблица

Фазовые равновесия в нонвариантных точках трёхкомпонентных систем, составляющих четырёхкомпонентную систему Na,Ca||SO_4,HCO_3-H_2O при температуре 273 К

Система	Нонвариантные точки	Состав равновесных твёрдых фаз
$NaHCO_3$-$Ca(HCO_3)_2$–H_2O	E_1^3	Nh + CaH
Na_2SO_4-$NaHCO_3$–H_2O	E_2^3	Mib + Nh
Na_2SO_4–$CaSO_4$–H_2O	E_3^3	Mib+ Gp
$CaSO_4$–$Ca(HCO_3)_2$–H_2O	E_4^3	Gp + CaH

В таблице и далее *Е – обозначает нонвариантную точку, где верхний индекс – её кратность (компонентность системы), а нижний индекс порядковый номер нонвариантных точек. Надо отметить, что для равновесных твёрдых фаз системы приняты следующие условные обозначения:* Nh - нахколит $NaHCO_3$; Mib – мирабилит $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$; Gp – гипс $CaSO_4 \cdot 2\ H_2O$; CaH – калийгидрокарбонат $Ca(HCO_3)_2$.

Исходя из таблицы методом трансляции была построена замкнутая диаграмма фазового комплекса системы Na,Ca//SO_4,HCO_3–H_2O при температуре 273 К на уровне трёх - четырёхкомпонентного состава. На ней отражены все возможные геометрические образы: 2 нонвариантные точки, 5 моновариантных кривых и 4 дивариантных полей.

Литература

1. Справочник экспериментальных данных по растворимости многокомпонентных водносолевых систем, т. II., Кн. 1-2. – СПб.: Химиздат, 2004, 1247с.

2. Солиев Л. // Прогнозирование строения диаграмм фазовых равновесий многокомпонентных водно-солевых систем методом трансляции – М., 1987, 28с. Деп. В ВИНИТИ АН СССР 20.12.87 г., №8990-В87.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

Абатуров М.А. **33**
Акушев А.Г. **62**
Аль-Хабиб А.А.К. **88**
Ананьева И.А. **155**
Андреев В.Н. **33, 52**

Бабинцева М.В. **123, 132**
Базыль О.К. **50**
Байдаченко Д.В. **125**
Байтемиров М.М. **100**
Баландина К.С. **62**
Бежин Н.А. **58, 59**
Белая М.Н. **125, 127, 157**
Белоногов Э.В. **29**
Белоусова Ю.О. **135**
Беляева А.А. **145**
Богдановская В.А. **52**
Ботева А.А. **161**
Бочарникова Е.Н. **50**
Бреннер А.А. **119**
Брыксин А.С. **115**
Брыксина М.А. **90**
Буланова А.В. **41, 44, 64**
Буряк А.К. **75, 79**

Варфоломеева В.В. **28, 70**
Вернигор И.Е. **52**
Виноградов К.Ю. **44, 64**
Волкова Н.Е. **123**

Гарина Н.Ю. **132**
Герасимова Е.А. **157**
Горбовская А.В. **143**
Гриневич О.И. **94**
Губин А.С. **130**
Гуськов В.Ю. **29, 60, 62**
Гутенев К.С. **114**

Даванков В.А. **18**
Давидович Ю.А. **18**
Давыдов В.М. **64**
Денисова Э.М. **125**
Дёрина К.В. **119**
Деруиш А. **20**
Долгоносов А.М. **22, 23**
Драморецкая Я.С. **119**
Дудукин А.А. **96**

Егорова И.В. **66, 110**
Емалиев Е.Г. **73**

Жумаев М.Т. **163, 167**

Зайцева Е.А. **23**
Занозин И.Ю. **123, 132, 151**
Занозина И.И. **123, 132, 151**
Звягин А.А. **88**

Зенкевич И.Г. **20**

Зильберварг А.А. **125**

Зиновьев Т.В. **159**

Зуев Б.К. **39**

Зяблов А.Н. **71**

Иванов А.В. **159**

Ищенко У.С. **121**

Калугина А.В. **127**

Каменская А.И. **141**

Капитонов А.В. **104**

Каргаполова Д.С. **39**

Карпухин А.К. **151**

Карсункина А.С. **35, 112**

Козловская О.Н. **58**

Колесниченко Д.Л. **56**

Колесниченко И.Н. **35, 56**

Колеснов А.Ю. **73**

Колосова Е.А. **96**

Копытин К.А. **153**

Короткова Е.И. **106**

Корсиков Д.А. **150**

Корчагин В.В. **73**

Крыжановская Д.С. **102**

Крысанова Т.А. **121**

Кураева Ю.Г. **137, 141**

Курбатова С.В. **92, 96, 104**

Кушнир А.А. **130**

Лабаев М.Ю. **46**
Ламердонова Ф.Х. **73**
Лаптев А.Ю. **77**
Ларина Н.С. **135**
Ле Динь Туан **108**
Ледяев М.Е. **31**
Лежнина М.Г. **82**
Липских М.В. **106**
Лузанова В.Д. **48**

Майер Г.В. **50**
Максимов Г.С. **100, 102**
Мансурова Э. Р. **60**
Маргарян А.Э. **35, 112**
Мартина Ю.В. **153**
Маряскина М.С. **137**
Матвеева Н.В. **98**
Махмадов Х.М. **163**
Милановский Е.Ю. **98**
Милютин В.В. **58, 59**
Мироненко Н.В. **121**
Музафарова Д.З. **163**

Нестеренко П.Н. **48, 77**
Нечаева С.А. **123, 132**
Низомов И.М. **165**

Новикова Е.А. **35, 112**

Ноибова Н.З. **167**

Олимджонова Н.В. **167**

Онучак Л.А. **117, 137, 141, 149, 153**

Павлова Л.В. **139**

Панова Л.П. **66, 110**

Пешкова А.О. **127**

Платонов В.И. **31, 56**

Платонов И.А. **31, 35, 46, 56, 90, 112, 115, 139**

Платонова Т.В. **31**

Подолина Е.А. **82**

Полунина И.А. **75**

Попкова Е.К. **143**

Попов А.Ю. **18**

Працкова С.Е. **37**

Прокофьева О.В. **151**

Просунцова Д.С. **155**

Пушкарев Г.А. **139**

Пыцкий И.С. **79**

Радина М.В. **52**

Разина В.А. **58, 59**

Разницына В.М. **44**

Редькин Н.А. **147, 149, 150**

Рогова О.Б. **98**

Роговая И.В. **39**

Родионова Н.А. **66**

Родионова Н.А. **110**

Рожманова Н.Б. **48, 77**

Ромашкина А.А. **66, 110**

Рузов И.А. **132, 151**

Рыжкин С.А. **92, 104**

Рыжкова Г.Г. **147**

Рябцев С.В. **88**

Сайфутдинов Б.Р. **18**

Салманидина О.В. **117**

Селеменев В.Ф. **121**

Сенченкова Е.М. **85**

Слободянюк Е.А. **127**

Смагина М.А. **100**

Смоленков А.Д. **145**

Солиев Л. **163, 165, 167**

Спирина А.А. **151**

Статкус М.А. **114**

Степанова М.В. **161**

Стецюк А.П. **54**

Суфиярова К.М. **62**

Суханов П.Т. **130**

Сухоруков Д.О. **79**

Сыпко К.С. **130**

Табачная Д.Г. **132, 151**

Тананаев И.Г. **58, 59**

Терентьев А.В. **28, 70**

Токранов А.А. **41**
Токранова Е.О. **41**
Толочилин Н.А. **117**

Ужель А.С. **102, 143**
Ульянов А.В. **75**
Утеева Ж.Д. **60**

Фадеева Н.В. **137**
Ферапонтов Н.Б. **159**
Финкельштейн Е.Е. **96**
Фурасьев И.С. **56**

Хабаров В.Б. **25**
Хальзова С.А. **71**
Хамизов Р.Х. **16**
Ханина М.А. **82**
Хисямов М.М. **149**
Хромов А.В. **73**
Худайбердина Д.Р. **37**

Цизин Г.И. **114**
Цимбалаев С.Р. **73**
Цюрупа М.П. **18, 84**

Чайковская О.Н. **50**
Чернобровкина А.В. **100, 102, 145**
Чернова А.А. **141**
Чикурова Н.Ю. **145**
Чупрыненко И.В. **73**

Шапошник А.В. **88**
Шарафутдинова Ю.Ф. **62**
Шафигулин Р.В. **41, 44, 64**
Шемякина А.О. **100, 102**
Шерзоди С. **165**
Шибецкая Ю.Г. **58, 59**
Шпигун О.А. **143, 145**
Шуплецова П.А. **135**

Щемелев И.С. **159**

Irina A. Ananieva **68**
Josef Janča **68**

Научное издание

ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ И ШКОЛА-КОНФЕРЕНЦИЯ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫХ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ»

СБОРНИК ТРУДОВ КОНФЕРЕНЦИИ

Издано в авторской редакции и корректуре.
Подготовка материалов: Т.А. Кулькова

Формат 60x90/16. Бумага офсетная.
Тираж 16 экз. Заказ № 1745.
Подписано в печать 20.11.2023

Отпечатано в ИФХЭ РАН
119071 Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 4
https://methods.phyche.ac.ru/