



Дзержинск
19-23 апреля,
2010

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ

УЧРЕЖДЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ И
ЭЛЕКТРОХИМИИ им. А.Н. ФРУМКИНА

УЧРЕЖДЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ИНСТИТУТ ХИМИИ
ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

ГОУ ВПО
«НИЖЕГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. Н.И. ЛОБАЧЕВСКОГО»

НИЖЕГОРОДСКАЯ РЕГИОНАЛЬНАЯ
ОБЩЕСТВЕННАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
«НАУКА»

ХРОМАТОГРАФИЯ – НАРОДНОМУ ХОЗЯЙСТВУ

Всероссийская конференция

Т Е З И С Ы

**РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

**УЧРЕЖДЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ И
ЭЛЕКТРОХИМИИ им. А.Н. ФРУМКИНА**

**УЧРЕЖДЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ИНСТИТУТ ХИМИИ
ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ**

**ГОУ ВПО
«НИЖЕГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ им. Н.И. ЛОБАЧЕВСКОГО»
НИЖЕГОРОДСКАЯ РЕГИОНАЛЬНАЯ
ОБЩЕСТВЕННАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
«НАУКА»**

ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

ХРОМАТОГРАФИЯ – НАРОДНОМУ ХОЗЯЙСТВУ

ТЕЗИСЫ

19 - 23 апреля 2010 года

Дзержинск

**Симпозиум проводится при финансовой поддержке:
Президиума Российской академии наук
Российского Фонда Фундаментальных исследований**

*Симпозиум состоится с 19 по 23 апреля 2010 г.
в г. Дзержинске*

Организаторы:

*Российская Академия Наук
Научный совет по адсорбции и хроматографии*

*Учреждение Российской академии наук
Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН*

*Учреждение Российской академии наук
Институт химии высокочистых веществ*

ГОУ ВПО

«Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского»

Нижегородская региональная общественная организация «Наука»

Научный комитет

Сопредседатели:

А.К. Буряк, А.Ю. Цивадзе

Заместители председателей:

В.А. Даванков, О.Г. Ларионов, О.А. Шпигун

*Члены: Г.И. Барам, Л.Д. Белякова,
В.Д. Красиков, Л.А. Онучак, А.И. Ревельский,
В.Ф. Селеменев, М.Ф. Чурбанов, Я.И. Яшин*

Ученый секретарь – Л.Н. Коломиец

Организационный комитет

Председатель:

В.Ф. Сопин

Зам. председателя:

В.Л. Худяков, В.А. Крылов.

*Члены: И.А. Зеляев, М.Ю. Максакова,
В.И. Сбоева.*

Секретарь – Л.В. Гуляева.

СОДЕРЖАНИЕ:

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

- ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ОБЛАСТИ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ СВЕРХСШИТЫХ ПОЛИСТИРОЛЬНЫХ СОРБЕНТОВ** (В.А. Даванков, М.П. Цюрупа) 1.
- ИОНООБМЕННЫЕ СОРБЕНТЫ ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ БЕЛКОВ** (А.А.Демин) 2.
- НОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ АППАРАТУРА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЙ БИОМАРКЕРОВ ОПАСНЫХ ЗАБОЛЕВАНИЙ** (А.Я.Яшин, Я.И.Яшин, С.Г.Пепеляев) 3.
- НОВАЯ МЕТОДОЛОГИЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ** (И.А. Ревельский, М.В. Федосеева, И.Н. Глазков, В.В. Косенко, Е.С. Чернецова, Ю.С. Яшин, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский) 4.
- МУЛЬТИСЕНСОРНАЯ СИСТЕМА ТИПА «ЭЛЕКТРОННЫЙ ЯЗЫК» КАК ИНСТРУМЕНТ КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ ПОЛИФЕНОЛОВ В ЧЕРНОМ ЧАЕ** (И.С. Патиева, Д.О. Кирсанов, Л.А.Карцова, А.В. Алексеева) 5.
- ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ФЛАВОНОИДОВ** (Е.В.Ульянова, О.Г.Ларионов) 6.
- ПРИМЕНЕНИЕ ВЭЖХ – МС/МС В КАЧЕСТВЕННОМ АНАЛИЗЕ ФЛАВОНОИДОВ РАЗЛИЧНЫХ РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТОВ** (А.В.Сухоженко) 7.
- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРЕПАРАТИВНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКООЧИЩЕННЫХ СУБСТАНЦИЙ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ** (О.А. Писарев) 8.
- ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ФЕРРОЦЕНИЛ(АЛКИЛ)АЗОЛЫ: СТРУКТУРА, ЭНАНТИОМЕРНОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ, ПРОТИВООПУХОЛЕВАЯ АКТИВНОСТЬ** (Л.В. Снегур, А.А. Сименел, М.М. Ильин, З.А. Старикова, Н.С. Сергеева) 10.
- ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВЫСОКОЧИСТЫХ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ** (В.А.Крылов) 11.
- ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТРУКТУРИРОВАННОГО ГИБРИДНОГО ОРГАНО-НЕОРГАНИЧЕСКОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ** (Ю.В.Патрушев, В.Н.Сидельников, М.К.Ковалев) 12.
- ВОЗМОЖНОСТИ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ АДСОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ** (С.А. Паркаева, Л.Д. Белякова, О.Г.Ларионов, С.А. Денисов, Б.В. Стицын) 13.

СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОРИСТОГО ПОЛИМЕРА DOWEX SD-2 (В. Ю. Гуськов, М. А. Шайхисламов, Э. Р. Валинурова, Ф. Х. Кудашева)	14.
УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВВОДА ПРОБ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, СКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ НА СОРБЕНТАХ, В КАПИЛЛЯРНУЮ КОЛОНКУ МЕТОДОМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ДЕСОРБЦИИ (В.Б. Хабаров)	15.
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОМПОНЕНТОВ СЛОЖНЫХ СМЕСЕЙ. СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ (И.Г.Зенкевич)	16.
ВИЗУАЛИЗАЦИЯ И ИНТЕРПРЕТАЦИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ДАННЫХ С ПОМОЩЬЮ ЛЕПЕСТКОВЫХ ДИАГРАММ (О.Б. Рудаков Л.В. Рудакова)	17.
НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ МЕТОДОМ ВЭЖХ (В.И. Дейнека, И.П. Анисимович, Л.А. Дейнека)	18.
ХРОМАТОГРАФИЯ - МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ С ИНИЦИИРОВАННОЙ МАТРИЦЕЙ/ПОВЕРХНОСТЬЮ ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ (А.К. Буряк, Т.М. Сердюк)	20.
МОЛЕКУЛЯРНЫЙ АНАЛИЗ ИЗОТОПНО-ОБОГАЩЁННЫХ СИЛАНОВ $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ. (В.А. Крылов, О.Ю.Чернова, А.Ю.Созин, Д.Л.Ворожцов)	21.
ПРИМЕНЕНИЕ КОМПЛЕКСА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ К АНАЛИЗУ ПРИМЕСЕЙ В РАКЕТНЫХ ГОРЮЧИХ (С.А. Парамонов, А.В. Ульянов, А. К. Буряк)	22.
ХРОМАТОГРАФИЯ БИОМАКРОМОЛЕКУЛ В КРИТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ (А.В. Горшков, В.В Евреинов, М.В Горшков)	23.
КОМПЬЮТЕРЫ В ХРОМАТОГРАФИИ (Ю.А. Каламбет)	24.
КВАДРУПОЛЬНЫЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ АНАЛИТИКИ И ЭКОЛОГИИ (А.Г. Кузьмин, А.В. Кретинина, Ю.А.Титов)	25.
ИЗМЕРЕНИЕ НА МЕСТОРОЖДЕНИИ ТЕПЛОТВОРНОЙ СПОСОБНОСТИ ПОПУТНОГО НЕФТЯННОГО ГАЗА (В.М. Грузнов В.Г.Рыболовлев, М.Н. Балдин)	26.
ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ МИЦЕЛЛЯРНЫХ РАСТВОРОВ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ (О.Г.Ларионов)	27.
ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ ИММОБИЛИЗОВАННЫХ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ IV-ГРУППЫ НА СЕЛЕКТИВНОСТЬ УДЕРЖИВАНИЯ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ (С.Н.Ланин, Е.В.Власенко, Н.В.Ковалева, К.С.Ланина, И.С.Степанов, Т.Д.Хохлова, Д.Н.Хрящикова)	28.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕВОДОРОДОВ В ТЕТРАФТОРИДЕ КРЕМНИЯ ЕСТЕСТВЕННОГО И ИЗОТОПНО-ОБОГАЩЕННОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ (В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина)	29.

- ПРОЦЕССЫ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ ПРИ АНАЛИЗЕ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В УСЛОВИЯХ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**
(*А.Н Вилкова, Л.А.Карцова, Ю.Н. Мартыч*) 30.
- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ СОРБЕНТОВ В ХРОМАТО-
ДЕСОРБЦИОННЫХ СИСТЕМАХ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И
ВЫДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ВОДНЫХ И
ВОЗДУШНЫХ СРЕД** (*Е.А. Новикова, И.А. Платонов, Л.А. Онучак,
В.А. Даванков, М.П. Цюрупа, Л.А. Павлова, В.Г. Березкин*) 31.
- ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ С
ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ В РАЗДЕЛЕНИИ
КОМПОНЕНТОВ СМЕСЕЙ ТЕЛЛУРОРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ** (*А.А. Сорокин, Н.А Редькин, В.П. Гарькин, А.К. Буряк*) 32.
- ПРИМЕНЕНИЕ ВЭЖХ ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ПЕПТИДНЫХ
ПРОДУКТОВ С АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ**
(*О.С. Срибная, П.П.Пурыгин, А.К. Буряк, М.В. Серебрякова*) 33.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

- РАЗДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ И МИНЕРАЛЬНЫХ ИОНОВ В
УСЛОВИЯХ НЕОБМЕННОЙ СОРБЦИИ НА НИЗКООСНОВНЫХ
АНИОНООБМЕННИКАХ** (*Т.Н. Нефедова, О.Н. Хохлова, В.Ю. Хохлов*) 9.
- ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ДОКРИТИЧЕСКОГО СО₂-
ЭКСТРАКТА ЛИСТЬЕВ БРУСНИКИ (VACCINIUM VITIS-IDAEA)**
(*М.С. Бобылева, Н.С. Куликов, А.А. Вьюков*) 34.
- ПОРИСТОСЛОЙНАЯ КАПИЛЛЯРНАЯ КОЛОНКА НА ОСНОВЕ
СОПОЛИМЕРА ДИВИНИЛБЕНЗОЛ-ВИНИЛИМИДАЗОЛ И ЕЕ
СВОЙСТВА** (*О.А. Николаева, Ю.В. Патрушев, В.Н. Сидельников*) 35.
- АНАЛИЗ НЕКОТОРЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛАЗЕРНЫХ
КРАСИТЕЛЕЙ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.** (*О.В. Пономарева, Г.Н.
Туркельтауб*) 36.
- ВЫДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИХ
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ
ПРЕПАРАТИВНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ** (*Г.Н. Туркельтауб,
Н.Г. Комаленкова, Е.А. Чернышев*) 37.
- ВЭЖХ АНАЛИЗ ДИАМИНОВ В СЛЮНЕ ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ
С ОРТОФТАЛЕВЫМ АЛЬДЕГИДОМ/2-МЕРКАПТОЭТАНОЛОМ И
ОЧИСТКОЙ ДЕРИВАТОВ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ
(PUROSEP-200).** (*А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л.
Титова, М.Н. Мищенко, Е.Н. Федорова, Е.В. Беленькова, А.В. Ермолина,
А.Н. Семенова*) 38.

- ВЭЖХ АНАЛИЗ АМИНОЛЕВУЛИНОВОЙ КИСЛОТЫ В МОЧЕ ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ С FMOC-CL И ОЧИСТКОЙ ДЕРИВАТОВ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ (PUROSEP-200).** (А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л. Титова, М.Н. Мищенко, Е.Н. Федорова, Е.В. Бельникова, А.В. Ермолина, А.Н. Семенова) 39.
- ИЗОКРАТИЧЕСКИЙ ВЭЖХ АНАЛИЗ АРОМАТИЧЕСКИХ КИСЛОТ В МОЧЕ ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ С 1-БРОМОАЦЕТИЛПИРЕНОМ И ЭКСТРАКЦИЕЙ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ (PUROSEP-200).** (А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л. Титова, М.Н. Мищенко, Е.Н. Федорова, Е.В. Бельникова, А.В. Ермолина, А.Н. Семенова) 40.
- СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ C1-C6 ГАЗОВ** (В.С. Сальников, А.Д. Морозов, С.В. Усова) 41.
- ЖИДКОСТНАЯ МИКРОЭКСТРАКЦИЯ – НОВЫЙ МЕТОД ПРОБОПОДГОТОВКИ В ХРОМАТОГРАФИИ** (Г. М.Сергеев, А.В.Крылов, П.В.Мосягин, В.А.Крылов) 42.
- КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ МОНО- И ПОЛИАРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ С ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ** (А.В.Крылов, П.В.Мосягин, Ю.О.Маткивская, Л.В.Бочкарева) 43.
- НОВЫЙ ПОДХОД В КОНЦЕНТРИРОВАНИИ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ ВОЗДУХА ДЛЯ ИХ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ** (П.В.Мосягин, А.В.Крылов, Ю.О.Маткивская, В.А. Крылов) 44.
- ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ, СОДЕРЖАЩИХ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ, МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ** (П.В.Мосягин, А.В.Крылов, Л.В.Бочкарева, Ю.О.Маткивская) 45.
- ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В СЕРОВОДОРОДЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ** (В.А. Крылов, А.Ю. Созин, О.Ю. Чернова) 46.
- ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ГЕРМАНЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДАМИ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ** (В.А.Крылов, О.Ю.Чернова, А.Ю.Созин, Д.Л.Ворожцов) 47.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕВОДОРОДОВ И ГЕКСАФТОРИДА СЕРЫ В ТЕТРАФТОРИДЕ ГЕРМАНИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ** (В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина) 48.
- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПРОЦЕССА ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ГЕКСАФТОРСИЛИКАТА НАТРИЯ** (В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина) 49.
- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ГЖХ ДЛЯ СОПРОВОЖДЕНИЯ СИНТЕЗА ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ СУРЬМЫ** (Л.К.Прыткова, А.В.Гущин, В.И.Рыкалин) 50.

- ИЗУЧЕНИЕ ПРОДУКТОВ РАСПАДА СОЕДИНЕНИЙ СУРЬМЫ(III) И ВИСМУТА(III) МЕТОДОМ ГЖХ** (А.В.Гуцин, Л.К.Прыткова, Д.В.Шашкин, В.И.Рыкалин) 51.
- ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ФЕРРОЦЕН-МОДИФИЦИРОВАННЫЕ НУКЛЕИНОВЫЕ ОСНОВАНИЯ** (С.И. Зыкова, Л.В. Снегур, А.А. Сименел, М.М. Ильин) 52.
- ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ДИМЕТАКРИЛАТОВ ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕЙ МЕТОДОМ ВЭЖХ** (Т.И.Куликова, Т.А.Глухова) 53.
- ИССЛЕДОВАНИЕ БИОПОЛИМЕРОВ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ТРАКТА ЖИДКОСТНОГО ХРОМАТОГРАФА В БЕЗМЕТАЛЛИЧЕСКОМ ИСПОЛНЕНИИ** (В.Б. Хабаров, А.Я. Пронин, А.К. Буряк) 54.
- УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВВОДА ПРОБ ВЫСОКОКИПЯЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, СКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ НА СОРБЕНТАХ, В НАСАДОЧНУЮ АНАЛИТИЧЕСКУЮ КОЛОНКУ МЕТОДОМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ДЕСОРБЦИИ** (В.Б. Хабаров) 55.
- УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПАРОФАЗНОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОМПОЗИЦИОННЫХ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ** (В.Б. Хабаров) 56.
- ИЗУЧЕНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ АЛИФАТИЧЕСКИХ И АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА СВЕРХСШИТЫХ ПОЛИСТИРОЛАХ В СИСТЕМАХ С НЕПОЛЯРНЫМИ ЭЛЮЕНТАМИ** (А.В. Сухоженко, О.Г. Ларионов) 57.
- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА ДЛЯ ТФЭ ПРИ ГХ-МС АНАЛИЗЕ ПАУ В МОРСКИХ ГИДРОБИОНТАХ** (А.В. Сухоженко, О.Г. Ларионов) 58.
- ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ ПЕСТИЦИДОВ, ОСНОВАННОЕ НА ЭЛЕМЕНТНОМ АНАЛИЗЕ И СОПОСТАВЛЕНИЕ С ДРУГИМИ МЕТОДАМИ** (М.В. Федосеева, И.А. Ревельский, Е.Н. Капинус, А.И. Ревельский) 59.
- ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВАХ – НОВЫЙ ПОДХОД, ОСНОВАННЫЙ НА СОЧЕТАНИИ КАПИЛЛЯРНОЙ ХРОМАДИСТИЛЛЯЦИИ И ХРОМАТОГРАФИИ** (А.А. Жуховицкий, И.А. Ревельский, Д.А. Чепелянский, И.В. Гуляев, А.И. Ревельский) 60.
- АНАЛИЗ ТЕХНИЧЕСКОГО ОКСИМА ДИКАМБЫ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ** (Л.Н. Шарифьянова, Л.Н. Коломиец, О.Г. Ларионов) 61.
- ВЭЖХ ЛИПИДОВ С УНИКАЛЬНЫМ МЕТАБОЛИЗМОМ: ТРИГЛИЦЕРИДЫ С РАДИКАЛАМИ МАСЛЯНОЙ И УКСУСНОЙ КИСЛОТ** (А.В. Туртыгин, В.И. Дейнека, Л.А. Дейнека) 62.
- ВЭЖХ КАРОТИНОИДОВ: КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ** (И.А. Гостищев, Л.А. Дейнека, М.Ю. Третьяков, В.И. Дейнека) 63.

КОМПОЗИЦИОННЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ДИНАМИЧЕСКОГО ТВЕРДОФАЗНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АНТОЦИАНОВ <i>(А.Н. Чулков, Л.А. Дейнека, В.И. Дейнека)</i>	64.
ПРИМЕНЕНИЕ ХРОМАТОГРАФИИ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ <i>(Л.В. Рудакова, О.Б. Рудаков, Григорьев А.М.)</i>	65.
УСТАНОВЛЕНИЕ СТРУКТУРЫ ИЗОМЕРНЫХ АЛКИЛАРЕНОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АДДИТИВНЫХ МЕТОДОВ РАСЧЕТА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИНДЕКСОВ УДЕРЖИВАНИЯ <i>(А.И. Уколов, И.Г. Зенкевич)</i>	66.
МОДИФИКАЦИЯ МЕТОДА СТАНДАРТНОЙ ДОБАВКИ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНАЛИТОВ В СЛОЖНЫХ МАТРИЦАХ <i>(Т.Е. Морозова, И.Г. Зенкевич)</i>	67.
ПРИМЕНЕНИЕ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ В СИНТЕЗЕ МОС <i>(Д.В. Шашкин, А.В. Гуцин, Р.А. Верховых, В.И. Рыкалин)</i>	68.
СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИНДЕКСОВ УДЕРЖИВАНИЯ <i>(Е.С. Излева, И.Г. Зенкевич)</i>	69.
ОПТИМИЗАЦИЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ПО СОСТАВУ ПОДВИЖНОЙ ФАЗЫ <i>(Н.А. Эльтекова, Ю.А. Эльтеков)</i>	70.
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИХЛОРОПРЕНОВОГО КАУЧУКА С НАПОЛНИТЕЛЕМ <i>(М.А. Сухова, Н.А. Эльтекова, Ю.А. Эльтеков)</i>	71.
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОГЕСТЕРОНА В ПОДВИЖНЫХ ФАЗАХ НА ОСНОВЕ ОРГАНИЗОВАННЫХ НАНОСИСТЕМ <i>(Е.Г. Сумина, О.Н. Сорокина, Е.В. Белая, В.З. Атаян)</i>	72.
ПРИМЕНЕНИЕ МИЦЕЛЛЯРНЫХ ПОДВИЖНЫХ ФАЗ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ КОРТИКОСТЕРОИДНЫХ ГОРМОНОВ МЕТОДАМИ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ <i>(Е.Г. Сумина, О.Н. Сорокина, Д.О. Афолина, В.З. Атаян)</i>	73.
ПРИМЕНЕНИЕ ХРОМАТО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОГО МЕТОДА ДЛЯ РЕШЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЗАДАЧ <i>(А.С. Кушакова, И.Г. Зенкевич)</i>	74.
СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННОГО МИЦЕЛЛЯРНЫМИ НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА ПОРИСТОГО ПОЛИМЕРА DOWEX L-285 <i>(В.Ю. Гуськов, А.А. Ревина, Ф.Х. Кудашева, Д.А. Сухарева)</i>	75.
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ <i>(М.В. Хмелева, Н.Е. Тюлина, В.Ф. Занозина, Е.Н. Каратаев)</i>	76.
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА И ПРОДУКТОВ ЕГО ОКИСЛЕНИЯ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ. <i>(Н.Е. Тюлина, М.В. Николаева, М.В. Хмелева, В.Ф. Занозина)</i>	77.

- ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ γ -ЛЮИЗИТА И ТЕТРАХЛОРВИНИЛДИАРСИНА В ГРУНТЕ КОМБИНАЦИЕЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДОВ** (С.М.Швецов, Е.Н.Каратаев, В.Ф.Занозина) 88.
- ХРОМАТОГРАФИЯ И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ПРОДУКТОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА** (И.С. Пыцкий, А.К. Буряк) 89.
- ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ И МОЛЕКУЛЯРНО-СТАТИСТИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ АДСОРБЦИИ АМИНОКИСЛОТ НА ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ** (Е.С.Кузнецова, А.В.Ульянов, А.К.Буряк) 90.
- ФРОНТАЛЬНЫЙ, ИМПУЛЬСНЫЙ И ЦИРКУЛЯЦИОННЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТЕРМ АДСОРБЦИИ** (А.Ю. Эльтеков, А.К. Буряк) 91.
- ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РАСТИТЕЛЬНЫХ ЭКСТРАКТОВ И ЛЕКАРСТВЕННЫХ ФОРМ, СОДЕРЖАЩИХ СТИЛЬБЕНОИДЫ** (П.Н. Колотилов, К.Е. Полуниин, И.А. Полунина, А.В. Ларин) 92.
- ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЭСТРОГЕННЫХ ГОРМОНОВ СО СТРУКТУРОЙ СТИЛЬБЕНА** (П.Н. Колотилов, К.Е. Полуниин, И.А. Полунина, А.В. Ларин) 93.
- ВЭЖХ В ТЕХНИКО-КРИМИНАЛИСТИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЕ ДОКУМЕНТОВ. УСТАНОВЛЕНИЕ ДАВНОСТИ ВЫПОЛНЕНИЯ ДОКУМЕНТА НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЧЕРНИЛ** (К.В. Пономарев, О.Г. Ларионов) 94.
- МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ С ИНИЦИИРОВАННОЙ МАТРИЦЕЙ/ПОВЕРХНОСТЬЮ ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ КАК ДЕТЕКТОР ХРОМАТОГРАФА ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ** (Т.М. Сердюк, А.К. Буряк) 95.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРЕМНЕЗЕМОВ С ОЛИГОМЕРНЫМ ОКТИЛСИЛИЛЬНЫМ ПОКРЫТИЕМ** (Т.М. Рощина, Н.К. Шония, О.Я. Таякина, А.Ю. Фадеев) 96.
- РАСЧЕТ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМА ИЗ ИЗОТЕРМ АДСОРБЦИИ, ОПРЕДЕЛЕННЫХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ** (Т.М. Рощина, Н.К. Шония, Н.В. Волкова, О.Я. Таякина) 97.
- СИНТЕЗ И АДСОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА СЕРЕБРОСОДЕРЖАЩИХ НАНОКОМПОЗИТОВ РАЗНОЙ СТЕПЕНИ ОКИСЛЕНИЯ** (С.Н. Ланин, Е.В. Власенко, Л.Е.Горленко, Г.И.Емельянова, К.С. Ланина, Т.Д. Хохлова, Д.Н. Хрящикова) 98.
- ВЫДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА α -АМИЛАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АМИНОКАРБОКСИЛЬНЫХ ИОНООБМЕННИКОВ** (И.В. Шкутина, О.Ф. Стоянова, В.Ф. Селеменев) 99.

- ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГИДРОДИНАМИЧЕСКОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ.** (Е.Н. Викторова, А.А. Королев,
С. Родионов, А.А. Курганов) 90.
- СОРБЦИЯ И ХОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ ХРОМАТ-,
СУЛЬФАТ- И ХЛОРИД-ИОНОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ
ГАЛЬВАНИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА** (О.Ф. Стоянова, И.В.
Шкутина, В.Ф. Селеменев) 91.
- КОНТРОЛЬ ОСТАТОЧНОГО МОНОМЕРА ПРИ
БЕЗЭМУЛЬГАТОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ С ПРИВЛЕЧЕНИЕМ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА** (Т.А. Асламазова) 92.
- ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ТОНКОСЛОЙНОЙ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ЦЕФАЛОСПОРИНОВЫХ АНТИБИОТИКОВ** (Е.Н. Евтюгина, В.Г.
Березкин, Л.А. Онучак, Н.А. Пивоварова) 93.
- ОЦЕНКА ПОДЛИННОСТИ ЛЕКАРСТВЕННОГО РАСТИТЕЛЬНОГО
СЫРЬЯ ПО СОВОКУПНОСТИ ЛИНЕЙНЫХ ИНДЕКСОВ
УДЕРЖИВАНИЯ ПРИ ПРОГРАММИРОВАНИИ ТЕМПЕРАТУРЫ
КОМПОНЕНТОВ РАВНОВЕСНОЙ ПАРОВОЙ ФАЗЫ** (Л.А. Онучак,
Ю.И. Арутюнов, В.А. Куркин, И.А. Платонов, Н.В. Никитченко) 94.
- БИНАРНЫЙ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫЙ СОРБЕНТ НА ОСНОВЕ
ЖИДКОГО КРИСТАЛЛА МЭАБ И АЦЕТИЛИРОВАННОГО β -
ЦИКЛОДЕКСТРИНА** (Л.А. Онучак, Е.А. Стиряева, И.М. Муханова,
Р.Ю. Попов, Ю.Г. Кураева) 95.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
УГЛЕРОДНОГО АДСОРБЕНТА, МОДИФИЦИРОВАННОГО
ТЕТРАКИС(ДОДЕКАНОИЛОКСИ)-1,4-ГИДРОХИНОНОМ** (М.Ю.
Павлов, Л.А. Онучак, С.Ю. Кудряшов) 96.
- СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА СУПРАМОЛЕКУЛЯРНОЙ СИСТЕМЫ
«ПОЛИМЕРНАЯ ФАЗА – МАКРОЦИКЛ»** (Ю.Г. Кураева, Л.А. Онучак,
В.О. Чванов, З.П. Белоусова, В.И. Платонов) 97.
- ИЗУЧЕНИЕ АДСОРБЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ
ГАЗОВОЙ ФАЗЫ НА УГЛЕРОДНОЙ ПОДЛОЖКЕ,
МОДИФИЦИРОВАННОЙ ПРОИЗВОДНЫМИ В-
ЦИКЛОДЕКСТРИНА** (К.А. Копытин, С.Ю. Кудряшов, Ю.Г. Кураева, Л.А.
Онучак, А.Р. Хафиятова) 98.
- РАЗРАБОТКА КОМПОЗИЦИОННОГО ИЗОМЕРСЕЛЕКТИВНОГО
СОРБЕНТА ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ОСНОВЕ
СМЕШАННОЙ МЕЗОФАЗЫ И ХИРАЛЬНОЙ
МАКРОЦИКЛИЧЕСКОЙ ДОБАВКИ** (Л.А. Онучак, З.П. Белоусова, Т.С.
Бурматнова) 99.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ
НЕКОТОРЫХ РЕАКЦИЙ ГИДРИРОВАНИЯ** (А.В. Буланова,
Р.В. Шафигулин, И.С. Федичев, С.А. Землянов) 100.
- ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ
ВПЕРВЫЕ СИНТЕЗИРОВАННЫХ КИСЛОРОД- И
АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**
(Р.В. Шафигулин, Ю.В. Власова, Е.Г. Чиндяева, А.В. Буланова) 101.

- ИССЛЕДОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО УДЕРЖИВАНИЯ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА
СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ ИЗ ВОДНО-
АЦЕТОНИТРИЛЬНЫХ РАСТВОРОВ МЕТОДОМ ВЭЖХ**
(*Р.В.Шафигулин, А.А.Мякишев, А.В.Буланова*) 102.
- ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНО-СОРБЦИОННЫЕ
ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕКОТОРЫХ ПОЛИФЕНОЛЬНЫХ
СОЕДИНЕНИЙ** (*К.В.Егорова, Р.В.Шафигулин, А.В.Буланова*) 103.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЖИДКОЙ
ФРАКЦИИ ПИРОЛИЗА АВТОШИН** (*А.А. Королев, В.Е. Ширяева,
Т.П. Позднова, Т.П. Попова, А.А. Курганов*) 104.
- ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОЗОНИРОВАННЫХ
ПИТЬЕВЫХ ВОД НА СОДЕРЖАНИЕ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ
БРОМАТ-ИОНОВ** (*Е.В. Елпашева, Г.М. Сергеев, В.А. Крылов*) 105.
- ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ СОРБЦИИ
НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ЦИКЛОАЛКИЛТИОФЕНОВ** (*Н.С.
Емельянова, С.В. Курбатова*) 106.
- ВЫЯВЛЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СИНГЛЕТНОГО КИСЛОРОДА НА ОСНОВЕ
РЕАКЦИИ С α -ТЕРПИНЕНОМ** (*А.С. Овечкин, М.Д. Рейнгерверц,
Л.А. Карцова*) 107.
- ПОЛУЧЕНИЕ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МОНОЛИТНЫХ И
ДЕНДРИМЕРНЫХ ПЛОТ-КОЛОНОК ДЛЯ АНАЛИЗА БЕЛКОВ
МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОЙ ЭЛЕКТРОХРОМАТОГРАФИИ**
(*Н.А. Поликарпов, Л.А. Карцова, Е.А. Бессонова, В.Е. Потолицына*) 108.
- ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СЕРОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОНЕНТОВ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ФРАКЦИОННОГО ЭЛЮИРОВАНИЯ НА
СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ** (*А.В. Николаев, Л.А. Карцова,
В.А. Даванков*) 109.
- МОДЕЛИРОВАНИЕ УДЕРЖИВАНИЯ НЕКОТОРЫХ
ПРОИЗВОДНЫХ АДАМАНТАНА В ВЭЖХ** (*С.В. Прокопов, С.В.
Курбатова*) 110.
- ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТИ ЗАГРЯЗНЕНИЯ
НЕФТЕПРОДУКТАМИ ПОЧВЫ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-
СПЕКТРОМЕТРИИ** (*И.Я. Шахтамиров, Л.Ф. Коржова, С.Л. Цыбина,
З.К. Амирова, Э.А. Круглов*) 111.
- АДСОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ,
ИСХОДНОГО И МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ
НИКЕЛЯ** (*С.Н.Ланин, А.А.Банных, Н.В.Ковалева, М.Б.Вирясов,
О.Н.Обрезков*) 112.
- ОЦЕНКА НАДЕЖНОСТИ КОНСЕРВАЦИИ И ХРАНЕНИЯ ПРОБ,
ОТОБРАННЫХ ДЛЯ АНАЛИЗА МЕТОДОМ ВЭЖХ С ПОМОЩЬЮ
ИЗМЕРЕНИЯ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО
ПОТЕНЦИАЛА** (*Н.А. Хохрина, В.А. Колесников, С.А. Парамонов, А.К.
Буряк*) 113.

- АДСОРБЦИЯ ВИТАМИНА Е НА МЕЗОПОРИСТОМ МАТЕРИАЛЕ МСМ-41** (Е.В. Бородина, О.О. Крижановская, Ф. Ресснер, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев) 114.
- ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ВЫДЕЛЕНИЯ ФЕНИЛАЛАНИНА ИЗ СМЕСИ С ДИГИДРОФОСФАТОМ КАЛИЯ МЕТОДОМ ДИАЛИЗА С ПРОФИЛИРОВАННОЙ СУЛЬФОКАТИОННООБМЕННОЙ МЕМБРАНОЙ** (Е.В. Воробьёва, В.И. Васильева, А.В. Григорчук, О.А. Лаврентьева) 115.
- РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСНОЙ МЕТОДОЛГОИИ ВЫДЕЛЕНИЯ ТРОМБОДЕФЕНСИНОВ МЕТОДАМИ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ** (Н.И. Горшков, И.И. Малахова, В.Д. Красиков) 116.
- ИОНООБМЕННАЯ И НЕОБМЕННАЯ СОРБЦИЯ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ ВЫСОКООСНОВНЫМ АНИОНООБМЕННИКОМ АВ-17 В РАЗЛИЧНЫХ ИОННЫХ ФОРМАХ** (Е.В. Бондарева, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, В.Н. Вережников, Е.В. Крохина) 117.
- ВЛИЯНИЕ СОРБЦИИ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ НА НАБУХАНИЕ АНИОНООБМЕННОЙ СМОЛЫ АВ-17-2П В СЛ-ФОРМЕ** (Е.В. Бондарева, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, В.Н. Вережников, Е.В. Крохина) 118.

К ЮБИЛЕЮ К.И.САКОДЫНСКОГО: УЧЕНЫЙ, ОРГАНИЗАТОР, ЧЕЛОВЕК

Е.А.Зайцева

Московский государственный университет, e-mail: baumzai@mail.ru

Творческой биографии К.И.Сакодынского (1930-1996) посвящено значительно больше публикаций на Западе, нежели в России. Настоящая работа представляет собой первую попытку воссоздания биографии ученого, переосмысления и новой оценки вклада его в становление хроматографии в СССР-России.

Особый вклад внес К.И.Сакодынский в становление препаративной хроматографии в нашей стране, развив этот раздел не только теоретически, но и практически. Им заложены физико-химические основы создания и применения полимерных сорбентов в газовой хроматографии; организован выпуск аналитических сорбентов в промышленном масштабе. Важны его историко-научные исследования, посвященные М.С.Цвету – основателю хроматографического метода разделения веществ. Благодаря инициативе Карла Ивановича, при его непосредственном участии в 1985 г. Центрнаучфильм был снят фильм «Жизнь М.С.Цвета», использовавшийся в учебных целях в рамках Института повышения квалификации Минхимпрома.

Неиссякаемая энергия и энтузиазм позволили К.И.Сакодынскому наряду с научной работой вести большую организационную работу. С 1961 г. он являлся членом Научного совета по хроматографии АН СССР, в 1976-1991 гг. – зам. председателя. Он широко пропагандировал науку о хроматографии, организовав выпуск серии соответствующих сборников; являлся создателем и редактором первого в России «Хроматографического журнала». Основатель и первый президент Всесоюзной хроматографической ассоциации (1989-1996). Организатор многочисленных Всесоюзных и ряда международных симпозиумов по хроматографии, Карл Иванович сыграл большую роль в интеграции отечественной науки в мировое сообщество.

Литература 1. *Ettre L.S. K.I.Sakodynskii 60 Years Old //Chromatographia.1990.V.29.№ 5/6, p.201-202;* 2. *75 years of Chromatography- a Historical dialogue //Journal of Chromatography Library.1979. V.17, p.361-365*

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ОБЛАСТИ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ СВЕРХСШИТЫХ ПОЛИСТИРОЛЬНЫХ СОРБЕНТОВ

В.А. Даванков, М.П. Цюрупа

Институт элементоорганических соединений им. Несмеянова РАН

Москва

Сверхсшитые полистирольные сорбенты явились первым примером полимерных сорбентов третьего поколения (гелевые, макропористые и сверхсшитые соответственно). Они отличаются огромной удельной поверхностью (порядка 1000 м²/г), наличием пор малого размера (1.5-3 нм) и совместимостью с любыми жидкими средами. Благодаря этим свойствам они обеспечивают рекордные сорбционные ёмкости по отношению к неполярным соединениям из водных и полярных органических сред, а также к ароматическим и полярным соединениям из неполярных сред. Налажено крупномасштабное производство целой серии сорбентов (Macronet MN) на основе сверхсшитого полистирола.

В докладе дается обзор практического применения сверхсшитых сорбентов в сорбционных технологических процессах а также предлагаются новые перспективные области их применения. К первым относятся процессы обесцвечивания сахарных сиропов, очистки промышленных стоков и извлечения из них ценных компонентов. Ко вторым можно отнести детоксикацию крови при лечении сепсиса, извлечение капролактама из растворов сульфата аммония при производстве азотистых удобрений, разделение минеральных кислот и солей в производстве титана и при переработке травильных растворов металлообрабатывающей промышленности, и др.

Также дается краткая информация об основных направлениях аналитических применений сверхсшитого полистирола (твердофазная экстракция примесей, ВЭЖХ колонки).

ИОНООБМЕННЫЕ СОРБЕНТЫ ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ БЕЛКОВ

А.А.Демин

Институт высокомолекулярных соединений Российской Академии Наук

199004, Большой пр., 31, Санкт-Петербург, Россия

demin@imc.macro.ru

Взаимодействие белков в фазе сорбента приводит к значительному ухудшению эффективности разделения белковых смесей. Ослабление взаимодействия белков с сорбентом приводит к замене синергетического механизма сорбции конкурентным. В связи с этим возникает проблема создания ионообменных сорбентов отличающихся следующими особенностями: 1) гидрофильностью - для реализации лишь ион-ионного взаимодействия белковой молекулы с сорбентом; 2) структурой, обеспечивающей высокую проницаемость для белковых макромолекул; 3) уменьшенным содержанием ионогенных групп. Были синтезированы тройные сополимеры N-диметиламинопропилметакриламида, гидроксипропилметакриламида и N, N-этилендиметакриламида, используемого в качестве сшивающего агента. В образцах варьировалось содержание ионогенных групп при сохранении структуры сорбента. Гидрофобное взаимодействие белков с сорбентами такого типа сведено к минимуму. Изучение динамики сорбции и десорбции белков на сорбентах с различным содержанием ионогенных групп показывает, что осуществление эффективных фронтально-вытеснительных процессов ионообменной хроматографии возможно лишь в условиях конкурентного механизма сорбции. Дальнейшее развитие данного направления привело к использованию в качестве сорбента карбоксилированных монолитных носителей – сополимеров глицидилметакрилата и этиленгликоль-диметакрилата. Монолитные сорбенты имеют важные для их использования в межфазовых динамических процессах свойства, а именно, высокую химическую стабильность и оптимальную морфологию, обеспечивающую адсорбционную доступность поровой поверхности и уникальные гидродинамические характеристики.

НОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ АППАРАТУРА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЙ БИОМАРКЕРОВ ОПАСНЫХ ЗАБОЛЕВАНИЙ

А. Я. Яшин, Я. И. Яшин, С. Г. Пепеляев

ОАО НПО «Химавтоматика», г.Москва

yashinchrom@mail.ru

Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) лидирует в жизненноважных областях: медицине, судебной медицине, экологии, контроле пищи, фармацевтике.

В последние годы выдвигаются новые проблемы: контроль производства биотоплива, выявление опасных соединений при терроризме, исследования процессов метаболомики, протеомики и др.

В ОАО НПО «Химавтоматика» разработано 6 моделей жидкостных хроматографов с разными детектирующими устройствами, особенно следует выделить «Омега-УФ», «Омега-СПФ», «Омега-ФЛУ» с оригинальными решениями и с высокими техническими характеристиками, не уступающими лучшим зарубежным образцам.

Разработан режим амперометрического детектора для прямого определения аминокислот и сахаров.

В завершающей стадии разработка рефрактометрического детектора по схеме Омега.

В докладе буду приведены применения жидкостных хроматографов для решения актуальных задач.

НОВАЯ МЕТОДОЛОГИЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

*И.А. Ревельский, М.В. Федосеева, И.Н. Глазков, В.В. Косенко, Е.С. Чернецова,
Ю.С. Яшин, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский*

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Москва

Существующий подход к контролю качества лекарственных средств (фармацевтических субстанций и фармпрепаратов) основан, в основном, на применении ВЭЖХ и, реже, ВЭТСХ. Газовая хроматография используется редко – для определения остатков растворителей. Содержание основного компонента (активного вещества) определяется при использовании стандартных образцов аналитов. Контролируется содержание только заданных примесей, содержание которых не ниже 0.05%. Актуальными проблемами в настоящее время являются увеличение точности и производительности анализов по определению содержания активного вещества и увеличение достоверности определения различий в составе примесей (известных и неизвестных), присутствующих в оригинальных препаратах и дженериках (копиях оригиналов), выпускаемых различными производителями.

Нами разработана новая методология контроля качества лекарственных средств, которая включает новый способ универсального определения содержания активного вещества (основанный на элементном анализе), не требующий стандартных образцов аналитов и сопоставления качества оригинальных препаратов и дженериков, основанного на сравнении многомерных профилей примесей, выделенных с использованием СФЭ и ЖЭ, и зарегистрированных с использованием таких методов как ГХ/МС (ЭИ, ХИ), ГХ/МС (ФИАД/ФХИАД), реакционная ГХ/МС (ЭИ, ФХИАД), ГХ/АЭД, ВЭЖХ/МС (ЭР). Методология включает сравнение физиологической активности лекарственных средств, основанное на сопоставлении их влияния на структуру мембран клеток крови (эритроцитов, тромбоцитов и лимфоцитов) с использованием метода ЭПР и спиновых зондов. В докладе будут представлены соответствующие данные.

МУЛЬТИСЕНСОРНАЯ СИСТЕМА ТИПА «ЭЛЕКТРОННЫЙ ЯЗЫК» КАК ИНСТРУМЕНТ КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ ПОЛИФЕНОЛОВ В ЧЕРНОМ ЧАЕ

И.С. Папиева¹, Д.О. Курсанов¹, Л.А.Карцова¹, А.В. Алексеева²

¹Санкт-Петербургский государственный университет,
kartsova@gmail.com

²ООО «Аналитическая Спектрометрия», csu@delfa.net

Чай – естественный источник мощных антиоксидантов благодаря содержанию в них полифенолов. Привлекательной альтернативой традиционным физико-химическим методам представляется использование мультисенсорных систем типа «электронный язык» (ЭЯ) на основе перекрестно-чувствительных электрохимических сенсоров: проводимые измерения достаточно просты и сравнительно недороги.

В данной работе впервые предпринята попытка применить систему «электронный язык» как инструмент для определения полифенольных соединений в различных образцах черного и зеленого чая. В качестве референтного для проведения количественного анализа антиоксидантов полифенольного типа использовался метод капиллярного зонного электрофореза (КЗЭ) с УФ-детектированием. Оптимизированы условия их разделения в режиме КЗЭ.

Установлено, что предлагаемая мультисенсорная система с использованием метода главных компонент для обработки результатов позволяет распознавать различные сорта зеленого и черного чая. Методом КЗЭ проведена количественная оценка содержания эпикатехин галлата, эпигаллокатехин галлата, эпикатехина, эпигаллокатехина, галловой кислоты, галлокатехин галлата и алкалоида кофеина в различных образцах чая.

Проведена сравнительная оценочная характеристика возможностей сопоставление данных мультисенсорной системы и капиллярного

электрофореза. Установлено, что разработанный массив сенсоров позволяет с приемлемой ошибкой (5–15%) определять содержание кофеина и эпикатехина в различных образцах чая.

Основной компонент анализируемой смеси может играть активную роль в газохроматографическом анализе, выполняя роль дополнительной неподвижной фазы. На этом основано использование метода бинарных фаз переменной емкости (БФПЕ). Нами рассмотрены основы теории метода БФПЕ для снижения пределов обнаружения примесей в высокочистых летучих веществах. В качестве модельных объектов использованы четыреххлористый углерод, н-пентан, фреон 113 и этиловый спирт высокой чистоты. Экспериментальные исследования выполняли на хромато-масс-спектрометрах Agilent 5973N и Focus DSQ II с квадрупольным масс-анализатором и капиллярными колонками FFAP и SE-54 длиной 30-60 м. Определены температурные области формирования вогнутой изотермы распределения основных компонентов, в которых проявляется метод БФПЕ. Изучено влияние основного компонента на фактор емкости БФПЕ, полярность и селективность колонки с неподвижной жидкой фазой, эффективность и разрешение определяемых в примесей. Установлено, что увеличение объема вводимой в капиллярную колонку пробы не вызывает заметного дополнительного размывания тыла пика основного компонента и маскирования им примесей. Показано, что введение в капиллярную колонку проб до 0,1-0,7 мкл приводит к заметному сужению хроматографических полос примесей, элюирующихся сразу после основного вещества, т.е. к их концентрированию. Удельная эффективность колонки в изотермическом режиме по этим примесям может достигать 100000-160000 ТТ/м (!). Это дает возможность понизить пределы обнаружения примесей, выходящих после основного компонента, на 1 – 2 порядка по сравнению с приводимыми в литературе. Достигнутые экспериментальные пределы обнаружения примесей составили $1 \cdot 10^{-7}$ - $8 \cdot 10^{-9}$ масс.%.

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ФЛАВОНОИДОВ

Ульянова Е.В., Ларионов О.Г.

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,
Москва

Флавоноиды – наиболее многочисленная группа природных фенольных соединений, содержащих в своей структуре кислородный гетероцикл. В организме человека они способны выполнять ту же функцию, что и в растениях – флавоноиды нейтрализуют свободные радикалы, которые образуются под воздействием ультрафиолетового излучения и радиации, защищая клетки от разрушения мембран и внутриклеточных структур

Целью данной работы было исследование хроматографического поведения ряда флавоноидов методом обращённо-фазовой ВЭЖХ, а также разработка методики их определения в красных винах. Для анализа вин использовали жидкостный хроматограф Agilent 1100 Series (Agilent Technologies, США) с диодно-матричным детектором, предколонкой Hypersil ODS C18 (5 мкм, 20x2,1 мм) и колонкой Hypersil ODS C18 (3 мкм, 100x2,1 мм). Детектирование индивидуальных соединений проводили при 280 и 334 нм, спектр сканировали в диапазоне 220 – 700 нм.

В качестве подвижной фазы использовали смесь ацетонитрил – вода. Было исследовано влияние состава и скорости подачи подвижной фазы, а также температуры колонки на эффективность и селективность разделения. В результате работы подобран оптимальный градиентный режим разделения ряда флавоноидов. Изучен порядок выхода исследуемых соединений. Выполнен анализ четырех красных вин производства Франции, Венгрии, Чили и Италии на содержание рутина, кверцетина, катехина и галловой кислоты. Идентификацию данных соединений проводили по их временам удерживания и спектрам оптического поглощения. Обнаружено, что вино производства Венгрии по сравнению с другими содержит очень мало фенольных соединений.

Работа выполнена в рамках программы Президиума РАН №8 "Создание и совершенствование методов химического анализа и исследования структуры веществ и материалов".

ПРИМЕНЕНИЕ ВЭЖХ – МС/МС В КАЧЕСТВЕННОМ АНАЛИЗЕ ФЛАВОНОИДОВ РАЗЛИЧНЫХ РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТОВ.

Сухоженко А.В.

ФГУП «Государственный научно-исследовательский институт генетики и селекции промышленных микроорганизмов», Москва.

utriv@mail.ru

Флавоноиды, являясь широким классом вторичных растительных метаболитов, которые играют важную роль в растениях, привлекают все большее внимание людей, так как обладают фармакологической, антиоксидантной, бактерицидной и др. активностью, благодаря чему, многие из них оказывают позитивное влияние на человеческое здоровье. К настоящему моменту, известно более 6500 соединений. Поиск новых перспективных флавоноидов, а так же поиск новых источников уже известных, продолжается.

В данной работе рассматривается применение ВЭЖХ-МС/МС (QqQ) с ионизацией электрораспылением для идентификации уже известных флавоноидов и в структурных исследованиях новых. Приведены схемы фрагментации различных классов флавоноидов, а так же их О- и С-гликозидов. Рассматриваются стратегии идентификации О- и С- гликозидов некоторых флавоноидов. Показана возможность реализации псевдо-МС³, за счет создания условий для фрагментации ионов аналитов в ионном источнике масс-спектрометра, для идентификации О-гликозидов некоторых флавоноидов. Рассматриваются подходы к оптимизации хроматографических и масс-спектрометрических условий при качественном ВЭЖХ-МС/МС анализе флавоноидов в растительных экстрактах.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРЕПАРАТИВНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКООЧИЩЕННЫХ СУБСТАНЦИЙ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ

О.А. Писарев

Институт высокомолекулярных соединений РАН, 199004, г. С.- Петербург

В докладе рассмотрены свойства селективных полимерных сорбентов, синтезированных в ИВС РАН посредством осадительной радикальной сополимеризации карбоновых кислот и поливинильных сшивающих агентов, а также использование этих сорбентов для осуществления эффективных препаративных хроматографических процессов получения высокоочищенных лекарственных субстанций, удовлетворяющих современным фармакопейным требованиям.

Разработан двухстадийный хроматографический метод осуществления препаративных процессов, который позволяет резко повысить содержание основного вещества в конечных препаратах. Этим методом, а также методом фронтально-вытеснительной хроматографии в высокоочищенном состоянии получены антрациклиновые противоопухолевые антибиотики рубомицин, доксорубицин.

При использовании кинетического эффекта селективности сорбции разработаны способы препаративного хроматографического получения высокоочищенных субстанций: компонентов пчелиного яда – мелиттина, фосфолипазы A_2 , гидролитических ферментов дезоксирибонуклеазы, рибонуклеазы, трипсина и химотрипсина. Показано, что эффект кинетической селективности сорбции позволяет существенно повысить (по сравнению с традиционными методами хроматографии) как скорость, так и фактор разделения веществ. Использование метода перспективно прежде всего для выделения лабильных веществ с близкими значениями коэффициентов равновесного распределения между мобильной и стационарной фазами и низкими скоростями диффузии.

**ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ФЕРРОЦЕНИЛ(АЛКИЛ)АЗОЛЫ:
СТРУКТУРА, ЭНАНТИОМЕРНОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ,
ПРОТИВООПУХОЛЕВАЯ АКТИВНОСТЬ**

Л.В. Снегур, А.А. Сименел, М.М. Ильин, З.А. Старикова, Н.С. Сергеева^a

Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН,
Российская Федерация, 119991 Москва, ул. Вавилова, 28.

^{a)} Московский научно-исследовательский онкологический институт

им. П.А. Герцена

snegur@ineos.ac.ru

Уникальные свойства ферроценовой системы, $(C_5H_5)Fe(C_5H_5)$, а именно, окислительно-восстановительная активность, хорошая проницаемость через липидные мембраны, низкая токсичность, а также лёгкость химических модификаций, являются определяющими факторами для интенсивного и широкого поиска ферроцен-содержащих редокс-активных ДНК-маркёров, лекарств против рака, препаратов, стимулирующих иммунную систему, новых регуляторов роста растений.

Нами разработаны препаративные подходы к синтезу ферроцен-содержащих биомолекул и синтезированы с высокими выходами ферроценовые производные азолов, пуриновых и пиримидиновых оснований, тио-пиримидинов, аминокислот, а также энантиомерно обогащенные ферроценовые соединения.

Разработаны методы энантиоселективного синтеза ферроцен-модифицированных биомолекул на основе энантиомерно обогащенных ферроценовых спиртов.

Разработаны методики аналитического разделения смесей ферроцен-содержащих энантиомеров с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии на сорбентах с привитыми хиральными циклодекстринами, антибиотиками или модифицированной целлюлозой. Методом ВЭЖХ

проведена оценка оптической чистоты широкой серии полученных соединений.

Противоопухолевые свойства энантиомеров ферроценил(этил)бензотриазола изучались в экспериментах *in vivo*. Экспериментальными моделями служили солидные опухоли карцинома 755 и карцинома лёгких Льюиса. Критерием эффективности терапии являлось торможение роста опухоли. Положительным контролем служила группа мышей, которым вводился в терапевтической дозе используемый в клинической практике препарат цисплатин.

Обсуждаются возможные пути биологической конверсии ферроцен-модифицированных соединений, исходя из химических превращений, структурных и электрохимических данных, а также результатов тестов по противоопухолевой активности.

Полученные результаты принципиально важны для получения энантиомерно чистых фармакологических препаратов на основе ферроцена для полихимиотерапии опухолей.

Исследование было поддержано Российской академией наук (Программа Президиума РАН «Фундаментальные науки – медицине»), Отделением химии и наук о материалах РАН (Проект ОХ-09) и Российским Фондом Фундаментальных Исследований (Проект №09-03-00535).

1. L.V. Snegur, Yu.S. Nekrasov, N.S. Sergeeva *et al.*, Ferrocenylalkyl azoles: bioactivity, synthesis, structure, *Appl. Organomet. Chem.*, **2008**, 22, 139-147.
2. A.A. Simenel, E.A. Morozova, L.V. Snegur, S.I. Zyкова, V.V. Kachala, L.A. Ostrovskaya, N.V. Bluchterova, M.M. Fomina, Simple route to ferrocenylalkyl nucleobases. Antitumor activity in vivo, *Appl. Organomet. Chem.* **2009**, 23, 219-224.

ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВЫСОКОЧИСТЫХ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

Крылов В.А.

Институт химии высокочистых веществ РАН, 603950, Нижний Новгород,
ул. Тропинина 49,. E-mail: krylov@ihps.nnov.ru
Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,
603950 Нижний Новгород, просп. Гагарина 23

Особенностью современного этапа аналитической химии высокочистых летучих веществ является необходимость разработки новых методических подходов экспрессного высокочувствительного определения примесей в неорганических хлоридах, фторидах, гидридах, постоянных газах и металлорганических соединениях. Основной тенденцией развития газохроматографического определения примесей в высокочистых летучих веществах является снижение абсолютных пределов обнаружения примесей и повышение эффективности хроматографического разделения. Высокочувствительное определение примесей осуществляется с использованием пламенно-ионизационного, электрозахватного, термоионного, пламенно-фотометрического, фотоионизационного и масс-спектрометрического детекторов. Достигнутые на сегодняшний день абсолютные пределы обнаружения примесей составляют 10^{-12} – 10^{-14} г. Газохроматографическое разделение веществ, практически, всегда проводится в капиллярных колонках с химически стабильными силиконовыми неподвижными фазами или селективными сорбентами на основе углерода или модифицированного диоксида кремния. Эффективность применяемых колонок не менее 60 – 100 тысяч теоретических тарелок. Для решения наиболее сложных задач применяется двумерная хроматография, с on-line разделением выделенных хроматографических зон в колонке повышенной селективности. Рассмотрены факторы, ограничивающие возможности газохроматографического анализа. Это представительный отбор пробы и установление ложных примесей, образующихся в процессе газохроматографического анализа. Разработанные методики газохроматографического анализа позволяют определять примеси в наиболее чистых образцах летучих веществ, в том числе в изотопно-обогащенных. Достигнутые пределы обнаружения примесей составляют 10^{-7} – 10^{-9} % мол., при объёме вводимой пробы не более 0,1 мкл.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТРУКТУРИРОВАННОГО ГИБРИДНОГО ОРГАНО-НЕОРГАНИЧЕСКОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Патрушев Ю.В., Сидельников В.Н., Ковалев М.К.

Институт катализа им. Г. К. Борескова Сиб. Отд. РАН, 630090, Новосибирск,
пр. Акад. Лаврентьева, 5, patrush@catalysis.ru

Традиционные сорбенты, применяемые в газоадсорбционной хроматографии (ГАХ), представляют собой материалы различной природы с системой неупорядоченных пор. Нерегулярная пористость является причиной снижения эффективности хроматографического разделения.

Использование мезофазных мезопористых материалов (МММ) на основе оксида кремния в качестве неподвижной фазы для капиллярной газовой хроматографии позволяет существенно улучшить характеристики разделительной системы благодаря наличию регулярно расположенных калиброванных пор нанометрового размера.

В основе синтеза МММ лежат золь-гель реакции с участием предшественника твердой фазы (ПТФ), в качестве которого обычно выступает тетраэтоксисилан (ТЭОС).

Известно, что селективность разделения определяется химическими свойствами сорбента. Селективность разделения на колонке с МММ аналогична селективности разделения на коммерческих пористослойных колонках с оксидом кремния. В то же время существуют методы, позволяющие задавать необходимые химические свойства будущего сорбента на стадии приготовления золя. Один из методов состоит в использовании в качестве ПТФ алкоксисилана, в котором одна алкоксильная группа замещена на функциональную группу, не участвующую в золь-гель реакциях. Примером такого ПТФ может быть винилтриэтоксисилан (ВТЭОС). В процессе поликонденсации ВТЭОС будет образовываться силикатная матрица, в которой присутствуют винильные группы. Очевидно, что такой гибридный органо-неорганический сорбент будет проявлять селективность, отличную от чисто неорганического сорбента, в котором в качестве ПТФ используется ТЭОС.

В работе проведен золь-гель синтез структурированных сорбентов с различным содержанием винильных групп. Для этого использовали ПТФ с различным относительным содержанием ТЭОС и ВТЭОС. Провели исследование сорбционной селективности полученных сорбентов методом капиллярной газоадсорбционной хроматографии. Изучили текстурные характеристики гибридных органо-неорганических материалов: площадь поверхности, определили распределение пор по радиусам.

**ВОЗМОЖНОСТИ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ АДсорбЦИОННЫХ СВОЙСТВ
УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ**

С.А. Паркаева, Л.Д. Белякова, О.Г. Ларионов, С.А. Денисов, Б.В. Спицын

Учреждение Российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, г. Москва,

E-mail: lubabelakova@mail.ru

Перспективным для фундаментальной науки, а также с практической точки зрения представляется направленный синтез объектов в нанодисперсном состоянии. Наноматериалы находят широкое применение в биологии, медицине, химии, физике, электронике и материаловедении. Газовая хроматография (ГХ) открывает большие возможности для исследования межмолекулярных взаимодействий на границах раздела твердое тело-газ.

ГХ методом изучены образцы ультрадисперсных порошков алмаза (УДА), полученные детонационным синтезом и модифицированные разными методами (таблица).

Таблица. Способы обработки порошков ультрадисперсных алмазов (УДА)

№	Адсорбент	Обработка
1	УДА-СП	детонационный взрыв, перегретая HNO_3
2	УДА-СП- H_2	H_2 , 850°C , 1 час
3	УДА-СП-Хр	кипящая хромовая смесь
4	УДА-СП- CCl_4	CCl_4 , 500°C , 1 час, [Ar]
5	УДА-СП- Cl_2	Cl_2 , 450°C , 1 час
6	УДА-СП- Cl_2 - NH_3	Cl_2 , 600°C , 1 час, NH_3 , 400°C , 1 час
7	УДА-Э	алмазосодержащая шихта, газо-окислительная среда

Удельная поверхность исходного образца (S , $\text{м}^2/\text{г}$) по низкотемпературной адсорбции азота составляла $\approx 300 \text{ м}^2/\text{г}$, суммарный

объем пор $0.8 \text{ см}^3/\text{г}$ (объем микропор $\approx 0.01 \text{ см}^3/\text{г}$), средний диаметр пор 13 нм . Определение времен удерживания тестовых соединений различной природы при разных температурах позволяет рассчитать удельные удерживаемые объемы ($V_{g,1}$), константы Генри адсорбционного равновесия $K_{1,c}$, дифференциальные теплоты адсорбции при постоянном объеме (\bar{Q}_1) изученных соединений. Для бензола и полярных соединений определены вклады специфического взаимодействия в общую энергию адсорбции ($\Delta \bar{Q}_1, \text{ спец.}$), что позволило рассчитать электронодонорные и электроноакцепторные характеристики поверхности модифицированных УДА. Вклады специфического взаимодействия значительно больше для исходного образца, чем для модифицированных образцов. Наименее полярный образец, модифицированный Cl_2 и NH_3 .

Модифицированные УДА планируется применять в качестве концентраторов микропримесей вредных веществ, а также в качестве адсорбентов в хроматографии.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 09-08-00566-а), а также Программы Президиума РАН П-8.

СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОРИСТОГО ПОЛИМЕРА DOWEX SD-2

В. Ю. Гуськов, М. А. Шайхисламов, Э. Р. Валинурова, Ф. Х. Кудашева

Башкирский государственный университет, г. Уфа

Пористые полимерные сорбенты находят широкое применения для микроконцентрирования органических суперэтоксикантов из водных и воздушных экосистем. В настоящей работе изучен аминированный сополимер стирола и дивинилбензола Dowex SD-2.

Исследование проводились методом обращённой газовой хроматографии на хроматографе «Агат» с детектором по теплопроводности. В качестве сорбатов были выбраны органические вещества различной природы: алканы, нормальные и разветвлённые спирты, арены, хлорорганические молекулы, а также пиридин.

Показано, что удерживаемые объёмы неполярных молекул близки к удерживаемым объёмам на неаминированном сорбенте Dowex L-285 [], в то время как удерживаемые объёмы полярных молекул выше таковых на неаминированном сорбенте. Установлено, что изучаемый полимер имеет высокое сорбционное сродство к молекулам пиридина.

Установлено, что аминогруппы на поверхности сорбента вносят большой вклад в теплоту сорбции полярных молекул, особенно, молекул пиридина. На основании полученных данных изучаемый образец можно отнести к среднеполярным сорбентам 3 типа по классификации Киселёва.

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВВОДА ПРОБ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, СКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ НА СОРБЕНТАХ, В КАПИЛЛЯРНУЮ КОЛОНКУ МЕТОДОМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ДЕСОРБЦИИ

В.Б. Хабаров

Учреждение российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва. E-mail:

Khabarov@phycche.ac.ru

При газохроматографическом анализе на стеклянной (СКК) [1] и кварцевой капиллярных колонках (ККК) микропримесей органических веществ, сконцентрированных на сорбентах, применяют устройство для ввода проб веществ в СКК и ККК методом термической десорбции (рис. 1) [2].

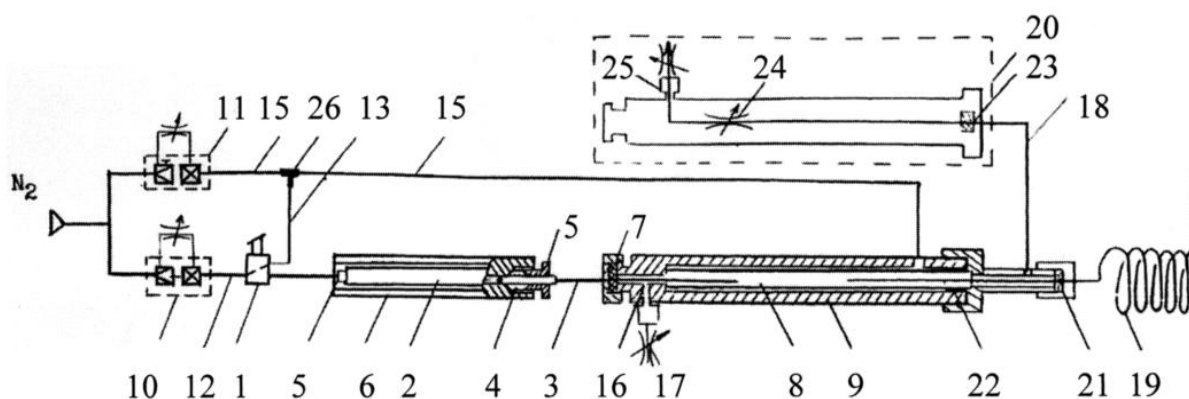


Рис. 1. Устройство для ввода проб органических веществ,
сконцентрированных на сорбентах, в капиллярную колонку.

1 – кран-переключатель потоков; 2 – патрон-концентратор; 3 – полая игла; 4 – металлический бочонок; 5 – упорная гайка; 6 – электрическая печь; 7 – самоуплотняющаяся мембрана испарителя; 8 – испарительная камера из стекла; 9 – испаритель; 10, 11 – регуляторы расхода; 12, 13, 15 – каналы газа-носителя в испаритель; 16 – канал обдува мембраны испарителя; 17, 24, 25 – дроссели; 18 – канал к делителю потока; 19 – СКК с SE-30 и NaCl (53 м x 0,32 мм x 0,19 мкм); 20 – делитель потока газа-носителя; 21-23 – графитовые уплотнения.

Работа устройства. Патрон-концентратор 2 помещают в электрическую печь 6 для десорбции сконцентрированных органических веществ, а игла 3 вводится через мембрану 7 в испарительную камеру 8. При этом газ-носитель от регулятора расхода 10 и 11 объединяется и по каналам 12, 13 и 15 проступает в испаритель 9. По окончании термической десорбции кран-переключатель потоков 1 ставят в положение "анализ". При этом газ-носитель от регулятора расхода 10 по каналу 12 поступает в патрон-концентратор 2 и с десорбированными органическими веществами через

полюю иглу 3 поступает в испарительную камеру 8. Поток газа-носителя от регулятора расхода 11 по каналу 15 поступает в испаритель 9, а из испарителя часть потока газа-носителя обдувает мембрану 7 и сбрасывается по каналу 16 и дроссель 17 в атмосферу. Другая часть потока газа-носителя идёт в испарительную камеру 8 и продувает объём, образующийся между каналом 16 и отверстием иглы 3 патрона-концентратора 2. Далее поток газа-носителя от регулятора расхода 10, содержащий десорбированные органические вещества из патрона-концентратора 2, и поток газа-носителя от регулятора расхода 11 смешиваются в испарительной камере 8 и поступают в делитель потока 18 и СКК 19.

В табл. 1 приведена эффективность СКК при использовании разработанного устройства при анализе органических соединений из патрона-концентратора.

Таблица 1. Зависимость эффективности СКК с SE-30 и NaCl от соотношения линейных скоростей газа-носителя ($V_{л}$) в испарителе и патроне-концентраторе с термостойким полимерным сорбентом полифенилхиноксалином (ПФХ) при вводе сконцентрированной пробы органических веществ в СКК методом термической десорбции, N-ЧТТ на 1 м и Н-ВЭТТ, мм

Определяемое вещество	Патрон-концентратор с ПФХ, фр. 0,10-0,16 мм								Относительное изменение эффективности СКК, %	
	120 x 1,5 мм				120 x 1 мм					
	V _л в испарительной камере составляет в % от V _л в патроне-концентраторе									
	45,7 %		50 %		61,9 %		50 %			
	N	H	N	H	N	H	N	H	N	N
Бензол	503	1,99	518	1,93	506	1,98	542	1,85	97,1	97,7
Толуол	840	1,19	852	1,17	808	1,24	851	1,18	98,6	94,8
Этилбензол	933	1,07	1044	0,96	1007	0,99	1159	0,86	89,4	96,5
Кумол	982	1,02	1135	0,88	988	1,01	1160	0,86	86,5	87,1
Псевдокумол	963	1,04	1093	0,92	1076	0,93	1168	0,86	88,1	98,5

Температура десорбции 240°C, время десорбции 10 мин, температура СКК - 80°C.

Из табл. 1 видно, что наиболее высокая эффективность разделения органических веществ на СКК достигается при создании линейной скорости газа-носителя в испарительной камере, равной 50% линейной скорости газа-носителя в патроне-концентраторе и достигается такое соотношение линейных скоростей при соотношении внутренних диаметров патрона-концентратора и испарительной камеры равном 1:1,5.

1. Самусенко А.Л., Головня Р.В., Хабаров В.Б., Аэров А.Ф. Способ приготовления стеклянных капиллярных колонок для газожидкостной хроматографии // Авт. св. СССР № 1111101. МКИ G01N 31/08. Бюл. 1984. № 32.

2. Хабаров В.Б., Ковба И.Т., Сакодынский К.И. Устройство для ввода проб в капиллярную колонку // Авт. св. СССР № 1341575. МКИ G01N 30/08. Бюл. 1987. № 36.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОМПОНЕНТОВ СЛОЖНЫХ СМЕСЕЙ. СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ

И.Г.Зенкевич

*Санкт-Петербургский государственный университет,
химический факультет*

Совершенствование хроматографической «составляющей» современных хромато-спектральных методов идентификации органических соединений среди прочих задач включает расширение баз индексов удерживания (ИУ), модернизацию алгоритмов сравнения экспериментальных и справочных данных, а также разработку новых подходов к идентификации соединений, еще не представленных в таких базах. Решением первой задачи можно считать создание (с участием автора настоящего сообщения) информационного обеспечения NIST GC Retention Index Database (2005, 2008), последняя версия которого содержит 293,247 значений индексов для 44,008 соединений. Для идентификации неизвестных продуктов различных органических реакций наиболее эффективными оказались методы оценки ИУ с использованием новых модификаций прямых и обращенных аддитивных схем.

Новые возможности газохроматографической идентификации компонентов сложных смесей проиллюстрированы примерами следующих реакций, характеризующихся низкой региоселективностью:

- алкилирование ароматических углеводородов;
- свободно-радикальное хлорирование циклогексана;
- ионное хлорирование алифатических кетонов;
- и других.

Для дополнительной иллюстрации уникальных возможностей аддитивных схем оценки ИУ пересмотрены результаты идентификации 2,2,4,6,6-пентаметилгептана в составе эфирных масел некоторых растений.

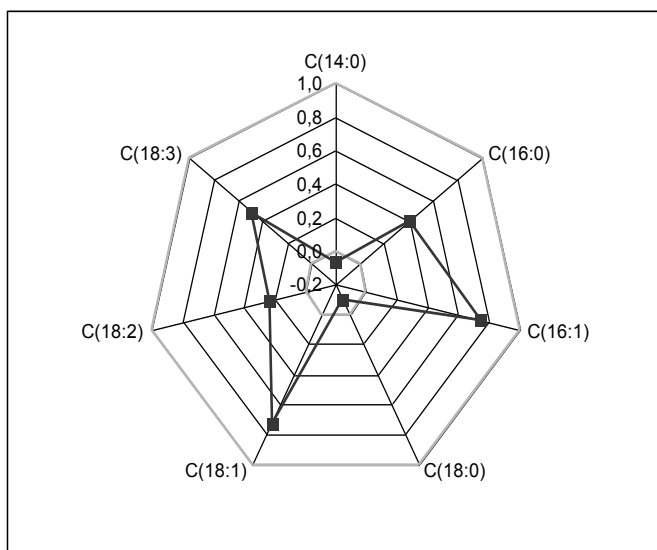
ВИЗУАЛИЗАЦИЯ И ИНТЕРПРЕТАЦИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ДАННЫХ С ПОМОЩЬЮ ЛЕПЕСТКОВЫХ ДИАГРАММ

О.Б. Рудаков Л.В. Рудакова***

* ВГАСУ, 394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, д.84. robi@vmail.ru

** ВГМА, г. Воронеж, ул. Студенческая, д. 10

Разработаны контрольные карты, учитывающие естественный разброс 7-8 основных жирных кислот в различных жирах, позволяющие контролировать качество и оперативно идентифицировать жировую продукцию по данным ГЖХ. Для визуализации данных использовали лепестковые диаграммы, построенные в Microsoft Excel. Нормализованный



показатель проверяемой партии жира определяли по формуле $P_N = (P_i - P_{\min}) / (P_{\max} - P_{\min})$, где P_i – массовая доля i -той кислоты, P_{\min} – минимальная, P_{\max} – максимальная норма. Если нормализованный параметр имеет значения в интервале от 0 до 1, он отвечает допустимому значению. Контрольные карты опробованы в анализе многолетних данных ГЖХ

по жирнокислотному составу партий жиров поступающих на мыловаренное производство ОАО «Финист-Парфюмер» (г. Воронеж). В качестве примера на рисунке приведены в виде лепестковой диаграммы результаты анализа методом ГЖХ партии свиного жира, вписанные в контрольную карту говяжьего жира. Как видно, свиной жир по содержанию миристиновой ($C_{14:0}$) и стеариновой кислот ($C_{18:0}$) не вписывается в контрольную карту говяжьего жира. Для идентификации разных жиров создана электронная база данных в виде таблиц и контрольных карт.

НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ МЕТОДОМ ВЭЖХ

В.И. Дейнека, И.П. Анисимович, Л.А. Дейнека

ГОУ ВПО Белгородский государственный университет, г. Белгород

По одному из методов определения констант устойчивости супрамолекулярных комплексов «гость-хозяин» исследуют зависимость параметров удерживания аналитов – «гостей» в серии подвижных фаз с различным содержанием молекул «хозяина» в условиях обращенно-фазовой хроматографии. Использование в качестве «хозяина» циклодекстринов (ЦД) обусловлено тем, что эти вещества имеют полость с гидрофобной внутренней поверхностью и способны удерживать в ней молекулы «гостей», подходящие по размерам и обладающие некоторой гидрофобностью.

Обычно используемые уравнения для расчета констант в этом случае справедливы, строго говоря, при влиянии ЦД только на процессы в подвижной фазе. Однако, как было установлено в наших исследованиях, ЦД заметно модифицирует поверхность обращенно-фазовых (ОФ) сорбентов, приводя даже к увеличению удерживания некоторых аналитов (например, кофеина) с ростом концентрации ЦД в подвижной фазе. Кроме того, в технике ОФ ВЭЖХ в подвижную фазу приходится вводить органический модификатор, конкурирующий с аналитом за право образовывать комплекс включения. Соответственно, возникает необходимость аппроксимации получаемых значений на чисто водные растворы, которая, как было установлено нами сопоставлением констант, полученных методом ВЭЖХ и методом растворимости, может быть выполнена по обычным для ВЭЖХ технологиям аппроксимации. Особо рассматривается роль модификатора в образовании тройных комплексов включения.

**ХРОМАТОГРАФИЯ - МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ С
ИНИЦИИРОВАННОЙ МАТРИЦЕЙ/ПОВЕРХНОСТЬЮ ЛАЗЕРНОЙ
ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ**

А.К. Буряк, Т.М. Сердюк

Учреждение Российской академии наук

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН

119991 г. Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 4

E- mail: АКВuryak@ipc.rssi.ru тел. 330-19-29

Масс-спектрометрия с инициированной (активированной) матрицей/поверхностью лазерной десорбцией/ионизацией (МАЛДИ)/(ПАЛДИ) - современный метод анализа. Особенности аппаратного оформления метода не позволяет состыковать хроматограф с таким масс-спектрометром. Вместе с тем методика ввода образцов в источники МАЛДИ и ПАЛДИ позволяет анализировать поверхности материалов. В связи с этим наиболее удобно эти методы ионизации стыкуются с тонкослойной и жидкостной хроматографией. В случае ТСХ можно непосредственно анализировать поверхность пластины. Очевидно, что для ВЭЖХ и ТСХ масс-спектрометрическое детектирование значительно повышает информативность и чувствительность анализа.

Таким хромато-масс-спектрометрическим методом проанализированы продукты синтеза теллуруорганических соединений с предполагаемой биологической активностью, металлоорганические комплексы алюминия и магния, синтезированные и сконцентрированные непосредственно на поверхности конструкционного материала. Изучены образцы полиаминов разной молекулярной массы, пептиды, аминокислоты, лекарственные препараты, собранные после разделения методом ВЭЖХ.

Во всех случаях сочетание хроматографического и масс-спектрометрического методов позволило повысить надежность идентификации и упростило пробоподготовку.

МОЛЕКУЛЯРНЫЙ АНАЛИЗ ИЗОТОПНО-ОБОГАЩЁННЫХ СИЛАНОВ $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ.

Крылов В.А.^{1,2}, Чернова О.Ю.¹, Созин А.Ю.¹, Ворожцов Д.Л.².

¹*Учреждение Российской академии наук Институт химии высокочистых веществ РАН, ул. Троицкая 49, 603950 Нижний Новгород*

²*Нижегородский национальный университет им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина 23, 603950 Нижний Новгород.*

Изотопно-обогащенный силан высокой чистоты является исходным материалом для получения высокочистого изотопно-обогащенного кремния. Актуальным является определение в таком силане примесей на уровне концентраций 10^{-6} - 10^{-7} мол. %.

Анализ изотопно-обогащенных силанов $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$ проводили на хромато-масс-спектрометре “Agilent 6890/MSD 5973N” с квадрупольным масс-анализатором. Разделение примесей выполнено с использованием капиллярной колонки GS-GasPro 60 м × 0.32 мм с сорбентом модифицированным силикагелем и колонки 25 м × 0,26 мм, $d_f=0,25$ мкм с сорбентом политриметилсилилпропином.

Идентификацию примесей проводили сравнением их масс-спектров с масс-спектрами базы данных NIST, с известными из литературы и на основе собственной расшифровки спектров. В образцах силана установлены примеси постоянных газов, предельных и непредельных углеводородов C_1 - C_9 , фтор-, хлорсодержащих и ароматических углеводородов, летучих неорганических гидридов, гексафторида серы, гомологов силана, алкилпроизводных силана, силоксанов, фторсилоксанов - всего 59 веществ. Из них 33 примеси идентифицированы впервые.

Пределы обнаружения примесей составили $8 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^{-9}$ мол. % и находятся на уровне лучших опубликованных.

ПРИМЕНЕНИЕ КОМПЛЕКСА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ К АНАЛИЗУ ПРИМЕСЕЙ В РАКЕТНЫХ ГОРЮЧИХ

С.А. Парамонов, А.В. Ульянов, А. К. Буряк

Учреждение Российской академии наук

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,
Москва

Эксплуатация ракетных горючих (РГ) содержащих примеси недопустима в ракетно-космической отрасли. В связи с этим важным является надежное определение примесных соединений в РГ.

Целью данной работы являлась разработка методов определения примеси 1,1-диметилгидразина (1,1-ДМГ) в РГ с применением методов газовой, жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии. Определение 1,1-ДМГ основано на переводе этого лабильного соединения в более удобную аналитическую форму использованием предколоночной дериватизации алифатическими и ароматическими изотиоцианатами. Изучено хроматографическое поведение производных 1,1-ДМГ в вариантах жидкостной и газовой хроматографии – масс-спектрометрии (ГХ-МС, ЖХ-МС). Установлены закономерности фрагментации молекулярных ионов производных 1,1-ДМГ с применением различных типов ионизации.

Для оценки надежности разработанных методов проведены сравнительные исследования анализа примеси 1,1-ДМГ в углеводородных горючих методами хромато-масс-спектрометрии. Достигнутые пределы обнаружения составляют $10^{-2}\%$ и $10^{-6}\%$ для методов ГХ-МС и ЖХ-МС соответственно.

ХРОМАТОГРАФИЯ БИОМАКРОМОЛЕКУЛ В КРИТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

А.В. Горшков, В.В. Евреинов, М.В. Горшков

Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, Москва

Последовательность аминокислот определяет структуру белков, следовательно, их биологические свойства. "Чтение текстов" последовательностей, идентификация "дефектности" в последовательности, вызванной мутациями, перестановками аминокислот или пост-трансляционной модификацией – одна из важных проблем современной науки о жизни. Химическое секвенирование связано с большим временем анализа. Альтернативное секвенирование методами масс-спектрометрии применимо для коротких пептидов – олигомеров, получающихся в результате ферментативного гидролиза макромолекул белков. При этом хроматография является необходимым этапом и используется для упрощения сложной смеси пептидов на стадии идентификации.

До последнего времени этим ограничивалась роль хроматографии в исследованиях последовательностей. Однако, физические процессы разделения макромолекул в критической точке таковы, что времена удерживания непосредственно связаны с их строением. Для белков время удерживания определяется корреляциями в пространственном расположении разных аминокислот, связанных в цепь. Следовательно, изменение их порядка в цепи отражается в изменении времени удерживания.

Может ли хроматография быть использована для "чтения текстов" пептидов и белков, и идентификации их последовательностей? Положительный ответ на этот вопрос дает в руки исследователей новый инструмент, дополнительный к существующим методам секвенирования. Предлагаемая модель разделения BioLCCC описывает основные черты разделения пептидов и белков и его связь с особенностями их первичной структуры. Это создает основу как для предсказания времени удерживания биомacroмолекул с разными последовательностями, так и для создания интегрированных систем идентификации последовательностей с использованием хроматографических и масс-спектрометрических данных.

КОМПЬЮТЕРЫ В ХРОМАТОГРАФИИ

Ю.А.Каламбет

ЗАО "Амперсенд"

Компьютеры стали неотъемлемой частью хроматографической системы. В докладе прослежена роль компьютеров на всех этапах хроматографического анализа:

- планирование эксперимента
- исполнение анализа
- оцифровка результатов измерения
- первичная обработка данных
- интерпретация полученных данных (качественный и количественный анализ)
- анализ пригодности метода
- оптимизация метода
- оформление результатов

Обращается внимание на разделение ролей оператора и настройщика метода.

КВАДРУПОЛЬНЫЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ АНАЛИТИКИ И ЭКОЛОГИИ

А.Г. Кузьмин, А.В. Крестина, Ю.А. Титов

Институт аналитического приборостроения РАН, СПб,

E-mail: agqz55@rambler.ru

Масс-спектрометрические детекторы позволяют не только регистрировать и определять содержание летучих соединений, концентрация которых очень мала (до 1 ppm), но так же производить надежную идентификацию зарегистрированных соединений по виду их масс-спектров. Приборы такого рода предназначены для оснащения в том числе и мобильных служб анализа и контроля, поэтому помимо высоких аналитических характеристик, они должны быть малогабаритными, а так же, по возможности, транспортабельными. Оптимальным по этим показателям является квадрупольный масс-спектрометр, который при малых габаритах и небольшой цене имеет высокие аналитические характеристики.

Нами разработаны автоматизированные малогабаритные масс-спектрометры с квадрупольным масс-анализатором и прямым вводом пробы непосредственно из атмосферы. Приборы реализованы в следующих исполнениях:

-Малогабаритный переносной автономный масс-спектрометр для анализа состава газовых смесей с диапазоном масс $2 \div 200$ а.е.м., вес – 20 кг. Прибор прошел испытания в условиях геологической экспедиции и позволяет определять содержание микропримесей в атмосферном воздухе на уровне 1 ppm и ниже.

-Настольный лабораторный высокочувствительный масс-спектрометрический детектор для отечественных хроматографов с диапазоном масс $2 \div 800$ а.е.м. и высокой скоростью сканирования - до 5000 а.е.м./сек.

ИЗМЕРЕНИЕ НА МЕСТОРОЖДЕНИИ ТЕПЛОТВОРНОЙ СПОСОБНОСТИ ПОПУТНОГО НЕФТЯННОГО ГАЗА

В.М. Грузнов В.Г. Рыболовлев, М.Н. Балдин

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН,
г. Новосибирск

Актуален оперативный контроль теплотворной способности попутного нефтяного газа для промысловых газопоршневых электростанций на скважинах. В докладе представлена методика измерения теплоты сгорания, числа Воббе и относительной плотности попутного нефтяного газа по результатам определения в составе попутного газа концентраций горючих и негорючих компонентов с использованием созданного газохроматографического комплекса ЭХО-ДТП2. Комплекс содержит портативный газовый хроматограф с двумя аналитическими каналами с насадочной колонкой и детектором по теплопроводности. Ввод проб с помощью 10 портового крана-дозатора. Данные анализа передаются в управляющий персональный компьютер. Прибор снабжен сертификатом № 30415. Специальная программа «СОРБАТ-АНАЛИТ» (Л.В. Блиновой) обеспечивает автоматическое вычисление по составу газа его параметров в соответствии с ГОСТ 22667-82. Для поверки и калибровки хроматографического комплекса используется имитатор природного газа № И-615. Представленная методика обеспечивает время анализа состава попутного нефтяного газа и определение его показателей не более 10 минут, погрешность определения теплотворной способности не более 0,3%. Комплекс успешно эксплуатируется на промысле предприятия «Новосибирскнефтегаз» в Новосибирской области. В докладе представлены результаты измерений.

ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ МИЦЕЛЛЯРНЫХ РАСТВОРОВ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ

Ларионов О.Г.

Учреждение Российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН

Современная технология столкнулась с проявлением уникальных свойств материалов при переходе к наноразмерным материалам, тем самым, поставив перед учёными уникальную задачу по исследованию вещества на нано-уровне. Существует ряд физико-химических методов исследования материи на нано-уровне, среди которых наибольшую популярность занимают методы электронной микроскопии, спектроскопии и магнитно-резонансные методы. Целью нашей работы является продемонстрировать возможности хроматографии при исследовании наночастиц.

Метод жидкостной хроматографии в исследовании наночастиц металлов является уникальным, потому что не требует специальной пробоподготовки для этого объекта. Это является особенно важным из-за того, что в большинстве случаев наноразмерные объекты синтезируют в виде растворов. Нами были выбраны обратномиецеллярные растворы наночастиц серебра, железа, никеля в качестве модельных растворов. Для демонстрации всех возможностей жидкостной хроматографии мы использовали следующие её варианты: адсорбционная, обращённо-фазовая, гидродинамическая, эксклюзионная.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 09-08-00566-а), а также
Программы Президиума РАН П-8.*

**ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ ИММОБИЛИЗОВАННЫХ НАНОЧАСТИЦ
МЕТАЛЛОВ IV-ГРУППЫ НА СЕЛЕКТИВНОСТЬ УДЕРЖИВАНИЯ
НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ**

Ланин С.Н., Власенко Е.В., Ковалева Н.В., Ланина К.С.,

Степанов И.С., Хохлова Т.Д., Хрящикова Д.Н.

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119992,
Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, ГСП-2, МГУ, Химический факультет

Синтезированы золото-, серебро- и медьсодержащие наноконпозиты на основе кремнезема и оксида алюминия с помощью сорбции и пропитки. Методом обращенной газовой хроматографии измерены удерживаемые объемы и теплоты адсорбции для *n*-углеводородов и ряда полярных адсорбатов, в том числе производных бензола, и рассмотрена зависимость адсорбции и селективности *n*-алканов/*n*-алкенов от условий иммобилизации соединений золота, меди и серебра. Селективность α ($V_{g \text{ н-алкенов}} / V_{g \text{ н-алканам}}$) падает в ряду 1% Ag/CX-1, 60 мин озон < 3% Cu(1)/CX-1 < 1% Ag⁰/CX-1 < 0,2 % Ag⁰/CX-1 < 1% Cu(1)/CX-1 < CX-1 1% Au⁰/CX-10; $\leq 0,4\%$ и <1% Au⁰/CX-1 (α падает от 45,7 к 2,2, соответственно). Показана взаимосвязь селективности адсорбции на композитах с частицами металлов IV-группы с особенностями электронной конфигурации атомов углерода для производных бензола с одинаковым числом атомов углерода: Ph-CH₂-CH₃ (этилбензола), Ph-CH=CH₂ (стирола) и Ph-C \equiv CH (фенилацетилена). Энергия специфического взаимодействия *n*-алкенов на исходных носителях γ - Al₂O₃ и CX-1 и исследованных наноконпозитах меньше таковой для *n* алкинов.

Наиболее высокой селективностью сорбции Ph-C \equiv CH/Ph-H ($\alpha = 25$) обладают активные центры 1%Cu(1)/CX-1; на 0,7%Au⁰/ γ -Al₂O₃ селективность сорбции для этой пары соединений $\alpha = 8$, а на поверхности 1% Ag/CX-1, обработанной 60 мин озоном, наблюдается хемосорбция Ph-C \equiv CH.

Работа проводилась при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 08-03-00824).

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕВОДОРОДОВ В ТЕТРАФТОРИДЕ КРЕМНИЯ
ЕСТЕСТВЕННОГО И ИЗОТОПНО-ОБОГАЩЕННОГО СОСТАВА
МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина

ГОУ ВПО «Нижегородский Государственный Университет
им. Н.И. Лобачевского», г.Нижний Новгород

Учреждение Российской академии наук

Институт химии высокочистых веществ, г.Нижний Новгород

Тетрафторид кремния широко применяется для получения полупроводниковых структур, легирования фтором волоконных световодов и является удобным соединением для разделения изотопов кремния и получения в конечном итоге изотопно- и химически чистого кремния – перспективного материала для микроэлектроники. Применение SiF₄ в качестве исходного материала в силановой технологии получения моноизотопного кремния требует контроля примесей углеродсодержащих веществ на уровне 10⁻⁵ об.%. Поэтому нами разработана методика газохроматографического определения углеводородов C₁-C₄ в SiF₄ с естественным содержанием изотопов и изотопно-обогащенном.

Предложено удаление основного вещества (SiF₄) из анализируемой пробы в предварительной колонке с сорбентом на основе NaF с последующим криофокусированием примесных компонентов. Для разделения углеводородов выбрана насадочная разделительная колонка с Al₂O₃+4%NaOH, для их определения - пламенно-ионизационный детектор. Было исследовано разделение углеводородов: CH₄, C₂H₆, C₂H₄, C₃H₈, C₃H₆, изо-C₄H₁₀, н-C₄H₁₀. Достигнуты пределы обнаружения (2-6)·10⁻⁶ об.%.

Установлено присутствие примесей углеводородов C₁-C₄ в образцах SiF₄ природного изотопного состава и ²⁸SiF₄, ²⁹SiF₄, ³⁰SiF₄. Их содержание находится на уровне 10⁻³ - 10⁻⁵ об.%.

**ПРОЦЕССЫ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ ПРИ АНАЛИЗЕ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В УСЛОВИЯХ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

А.Н Вилкова¹, Л.А.Карцова¹, Ю.Н. Мартыч¹

¹*Санкт-Петербургский государственный университет, kartsova@gmail.com*

Экспрессное определение содержания биологически активных веществ в пищевых продуктах, фармацевтических препаратах, биологических жидкостях (плазма и сыворотка крови, моча и т.д.) крайне важно для диагностики различных заболеваний, а также контроля качества лекарств и продуктов питания.

Для решения такого типа задач перспективным является метод высокоэффективной тонкослойной хроматографии с денситометрическим детектированием (ВЭТСХ), имеющий ряд достоинств: экспрессность, простота использования, возможность одновременного анализа различных объектов. При этом возникают проблемы обнаружения и количественного определения аналитов, не поглощающих в УФ-свете (многие амины, аминокислоты, сахара).

В рамках данной работы показано, что использование процессов комплексообразования, включая лигандный обмен, с катионами переходных металлов (Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+}) и компонентами организованных систем – макроциклами (циклодекстрины, краун-эфиры) и мицеллообразующие агенты катионной и анионной природы – при количественном хроматографическом ВЭТСХ-УФ-определении биологически активных веществ позволяет значительно увеличить селективность их разделения в сложных смесях, снизить пределы детектирования слабо поглощающих и обнаруживать не поглощающие в УФ-свете аналиты. Варьировались состав элюирующих систем, природа комплексообразующей добавки, способы модификации сорбента на основе силикагеля. Обсуждаются результаты анализа реальных объектов с использованием закономерностей, обнаруженных на модельных системах.

Работа выполнялась на аппаратуре для ТСХ с видеоденситометрическим детектированием (254 нм, 356 нм) (ООО «ИМИД», г. Краснодар).

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ СОРБЕНТОВ В ХРОМАТО-
ДЕСОРБЦИОННЫХ СИСТЕМАХ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И
ВЫДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ВОДНЫХ И
ВОЗДУШНЫХ СРЕД**

Е.А. Новикова, И.А. Платонов,* Л.А. Онучак,* В.А. Даванков,***

*М.П. Цюрупа,** Л.А. Павлова,** В.Г. Березкин****

*ГОУ ВПО Самарский государственный университет, г. Самара,

pia@ssu.samara.ru;

**Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова
Российской академии наук, г. Москва;

***Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской
академии наук, г. Москва.

Развитие и внедрение сорбционных технологий для очистки водных растворов различного происхождения, аналитического контроля состава природных и техногенных объектов имеет большое практическое значение как одно из направлений решения экологических проблем промышленных центров РФ, к которым принадлежит и Самарская область.

В настоящей работе экспериментально рассмотрено применение хромато-десорбционных систем со сверхсшитыми полимерными сорбентами для концентрирования и выделения капролактама и нитробензола из сложных органо-минеральных растворов для реализации сорбционного способа очистки и аналитического контроля данных объектов. Проведена сравнительная оценка эффективности концентрирования и десорбции капролактама и нитробензола на сорбентах различной природы из модельных и технологических органо-минеральных растворов. Проведено изучение процессов концентрирования летучих органических соединений из газовых сред с последующей десорбцией для реализации адсорбционного варианта хромато-десорбционного способа получения градуировочных газовых смесей легких углеводородов.

Работа выполнялась в рамках гранта РФФИ № 08-03-99039-р_офи

**ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ С
ЛАЗЕРНОЙ ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ В РАЗДЕЛЕНИИ
КОМПОНЕНТОВ СМЕСЕЙ ТЕЛЛУРОРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ**

А.А. Сорокин¹, Н.А. Редькин¹, В.П. Гарькин¹, А.К. Буряк²

1. Самарский государственный университет, Самара

2. Институт физической химии и электрохимии

им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва

В настоящее время интерес к теллуторганическим соединениям (ТОС) обусловлен тем, что в препаративной органической химии эти соединения находят применение в качестве реагентов (селективных окислителей, дегалогенирующих агентов при получении алкенов и алкинов), катализаторов в промышленности и проявляют противоопухолевую активность. Данное обстоятельство делает весьма актуальным решение задачи мониторинга технологических и биохимических процессов и, в первую очередь, качественного состава образцов, содержащих ТОС. Низкая летучесть и высокая термолабильность ТОС затрудняет использование газовой хроматографии и масс-спектрометрии электронного удара для их идентификации в смеси.

В данной работе изучено хроматографическое поведение диарилтеллуридов и их смесей в условиях ОФ ВЭЖХ. Рассчитаны значения фактора удерживания и разности дифференциальных мольных энергий Гиббса для адсорбции этих веществ. Изучены масс-спектры поверхностно активированной лазерной десорбции/ионизации (ПАЛДИ), полученные для данных веществ после их разделения методом ОФ ВЭЖХ. Показана сложность состава реакционных смесей исследуемых веществ.

Работа выполнена в рамках проекта № 02.740.11.0650 ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг.

ПРИМЕНЕНИЕ ВЭЖХ ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ПЕПТИДНЫХ ПРОДУКТОВ С АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ

¹О.С. Срибная, ¹П.П.Пурьгин, ²А.К. Буряк, ³М.В. Серебрякова

¹ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», Самара

²Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина, Москва

³Институт физико-химической медицины РАМН, Москва

Потенциал некоторых насекомых для химической и фармацевтической индустрии очень высок: область применения - от модельных систем в фармакологических исследованиях до источников новых антибиотиков, биовеществ для защиты растений и ценных химических соединений. Гусеницы большой восковой моли *Galleria mellonella* могут служить организмом-моделью для человеческих возбудителей болезней, а также источником пептидных продуктов с антибактериальными свойствами.

В предлагаемой работе впервые была изучена иммунизация личинок *Galleria mellonella* бактериями *E. coli* и *Bacillus cereus*. Полученные пептидные продукты гемолимфы разделяли на стальной колонке Zorbax SCX-300 (150 × 4.6 мм, 5 мкм, 300 Å) (Agilent Technologies, США), содержащей сильный катионит. Для проведения катионообменной ВЭЖХ условия хроматографирования были подобраны таким образом, чтобы вначале реализовались промывка от несорбирующихся компонентов и изократическое разделение, а затем произошло элюирование одновременным градиентом соли и органического растворителя.

Пептидный состав полученных фракций масс-спектрометрически исследован и на фоне множества неизученных пептидов идентифицированы шесть известных антибактериальных пептидов. Кроме того, с помощью тандемной масс-спектрометрии изучены спектры фрагментации преобладающих во фракциях новых пептидов и установлено, что два пептида в составе антибактериальных фракций являются фрагментами двух известных антимикробных пептидов.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

РАЗДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ И МИНЕРАЛЬНЫХ ИОНОВ В УСЛОВИЯХ НЕОБМЕННОЙ СОРБЦИИ НА НИЗКООСНОВНЫХ АНИОНООБМЕННИКАХ

Т.Н. Нефедова, О.Н. Хохлова, В.Ю. Хохлов

Воронежский государственный университет, Воронеж

Аминокислоты для различных отраслей промышленности получают гидролизом белкового сырья или микробиологическим синтезом в питательной органо-минеральной среде и для получения очищенной смеси цвиттерлитов или отдельных аминокислот используют различные методы, в первую очередь ионообменные. При этом создание новых безреагентных методов очистки и разделения веществ является актуальной задачей. Для ее решения представляется перспективным проведение сорбции в необменных условиях и десорбции поглощенного вещества водой.

Исследована необменная сорбция ароматических аминокислот, минеральных солей и их смесей низкоосновными анионообменниками различных типов. Установлено, что на анионообменнике АН-221 по сравнению с другими сорбентами сорбция аминокислот наибольшая, а минеральные соли не сорбируются, что может быть использовано при разделении этих веществ.

Исследовано влияние соотношения органического и минерального компонентов на величину их поглощения. Установлено, что в системах, содержащих моноаминомонокарбоновые кислоты и одно-одновалентные (типа NaCl) соли при соотношении 1:1, ни аминокислота, ни соль не поглощаются из-за образования органо-минерального комплекса в растворе. Эффективность разделения компонентов повышается с увеличением содержания соли, которая остается в растворе, а аминокислоту «высаливает» в сорбент. Использование разновалентных солей (типа CaCl₂) не дает подобного эффекта и разделение возможно при всех соотношениях концентраций.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ДОКРИТИЧЕСКОГО CO₂-ЭКСТРАКТА ЛИСТЬЕВ БРУСНИКИ (*VACCINIUM VITIS-IDAEA*)

М.С. Бобылева¹, Н.С. Куликов¹, А.А. Вьюков²

1 – Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва

2 – ООО «Биоцевтика», г. Москва

В последнее время широкое применение в пищевой, фармацевтической и косметической промышленности получили фитодобавки, большинство из которых представляют собой экстракты растительного происхождения. В значительной мере этому способствовало развитие современных технологий извлечения биологически активных соединений и антиоксидантов из растительного сырья сжиженным диоксидом углерода. Лечебные свойства брусники известны давно, водные и спиртовые экстракты ее листьев применяются для лечения сердечно-сосудистой, пищеварительной, иммунной и мочевыделительных систем организма.

В данной работе методом хромато-масс-спектрометрии исследован химический состав экстракта листьев брусники (*Vaccinium vitis-idaea*), полученного в режиме низкотемпературной докритической экстракции сжиженным диоксидом углерода (6,5 МПа, 23-28⁰С) из воздушно-сухого сырья. Измерения проводили на хромато-масс-спектрометре Finnigan MAT 112S в режиме электронного удара (70 эВ). Разделение проводили на капиллярной колонке (60 м) с неполярной жидкой фазой (DB-1).

В исследованном докритическом CO₂-экстракте листьев брусники обнаружено более 40 соединений, среди которых доминируют (до 30%) органические кислоты - капроновая (1,9%), пальмитиновая (15%), миристиновая (0,5%), линолевая (4%), линоленовая (4%), олеиновая (3,4%) и стеариновая (0,7%). В ряду тритерпеноидов (до 18 %) выделяются по содержанию α-амирин (14 %), β-амирин(1,9) и ферненол (1,6%). Присутствуют также терпены (5,5%), сесквитерпены и сесквитерпеноиды (5,7), а также ряд других соединений.

ПОРИСТОСЛОЙНАЯ КАПИЛЛЯРНАЯ КОЛОНКА НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА ДИВИНИЛБЕНЗОЛ-ВИНИЛИМИДАЗОЛ И ЕЕ СВОЙСТВА

О.А.Николаева, Ю.В.Патрушев, В.Н.Сидельников.

Институт катализа им. Г.К.Борескова Сиб.Отд. РАН, 630090,Новосибирск.

Капиллярные колонки на основе дивинилбензола (ДВБ) в качестве неподвижной фазы (НФ) применяются для решения различных аналитических задач в газовой хроматографии.

Известно, что путем сополимеризации дивинилбензола (ДВБ) с мономерами иной природы, можно получать сорбенты с различной полярностью и как следствие с различной хроматографической селективностью. Наиболее часто используемыми сополимерами для ДВБ являются стирол, 4-винилпиридин и этиленгликольдиметакрилат. Учитывая то, что ассортимент капиллярных пористослойных колонок с органическими полимерами довольно невелик, наличие колонок с различной полярностью расширяет круг решаемых задач разделения.

В работе представлен метод приготовления нового типа пористослойной капиллярной колонки на основе сополимера дивинилбензол – винилимимдазол. Данный тип колонок обладает уникальной селективностью и позволяет достигать эффективности до 3100 теор.тарелок/метр что несколько выше, чем для известных колонок с пористым слоем на основе ДВБ-стирольных сопролимеров.

Исследованы хроматографические характеристики приготовленных колонок, найдены оптимальные скорости потока носителя и определена зависимость эффективности колонки от фактора емкости. Показано, что загрузочные характеристики для колонки диаметром 0.32 мм с толщиной пленки фазы 1-5 мкм аналогичны тем, что известны для колонок с другими сополимерами ДВБ.

**АНАЛИЗ НЕКОТОРЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛАЗЕРНЫХ
КРАСИТЕЛЕЙ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.**

О.В. Пономарева, Г.Н. Туркельтауб

Московская Государственная Академия Тонкой Химической
Технологии имени М.В.Ломоносова, г. Москва

Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии подобраны условия анализа некоторых диметиламиностирилпиранов, кумаринов, 2-метил-5-фенилбензоксазола и 3,6-диоксисульфифлуоресцеина.

Эти органические вещества с интенсивными полосами поглощения используют в «лазерах на красителях». К красителям, используемым в лазерах, предъявляются жесткие требования по чистоте основного продукта и содержанию некоторых примесей. Такой контроль осуществлялся нами с помощью высокоэффективного жидкостного хроматографа HP-1100 с диодной матрицей фирмы «Hewlett Packard». Анализ этих соединений проводился на колонках 125x4 и 250x4 мм. В качестве сорбента использовался силикагель с ОДС: сферисорб с ОДС 2, гиперсил с ОДС, лихросфер 60 с “RP select B”(размер частиц 5 мкм). Подвижная фаза ацетонитрил с 0,06% фосфорной кислоты : вода = 60 : 40. Расход – 1 мл/мин. Соотношение компонентов подвижной фазы менялось в зависимости от присутствия дополнительных примесей в исходной смеси.

Было установлено, что концентрация основного вещества должна быть не ниже 99,0%, а содержание некоторых примесей не должно превышать 0,01%.

**ВЫДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИХ
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ
ПРЕПАРАТИВНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Г.Н. Туркельтауб, Н.Г. Комаленкова, Е.А. Чернышев
Московская Государственная Академия Тонкой Химической
Технологии имени М.В.Ломоносова, г. Москва

Методом газовой хроматографии подобраны условия анализа и препаративного выделения ряда высококипящих кремнийорганических мономеров с ароматическими, гетероциклическими и непредельными заместителями. Эти мономеры получены способом термической конденсации, заключающемся во взаимодействии хлористого арила или алкенила с органохлоркремнийгидридом в газовой фазе при температурах 500 - 700°C. Этот способ позволяет получить большое число уникальных мономеров, но при этом образуются многокомпонентные смеси. Анализ этих смесей и препаративное выделение индивидуальных соединений требуют колонок с большим числом теоретических тарелок.

Препаративное выделение проводилось на приборе фрактовап Р фирмы "Carlo Erba". Использовались колонки диаметром 16, 26 и 40 мм и длиной от 1 до 12 м. Колонки была заполнены хроматоном N AW с 5 % SE-30. Были выделены 1,1-дихлор-1-силациклогексадиена-2,4 , 1,1-дихлор-1-силациклогексадиена-2,5; 1,1-хлорметил-1-силациклогексадиена-2,4, 1,1-хлорметил-1-силациклогексадиена-2,5; 9,10-дисила-9,10-дигидроантрацен, 9-ортохлорфенил-9,10-дисила-9,10-дигидроантрацен и дисилатриптицен.

Все эти соединения были выделены с чистотой 99% и требуемой производительностью. Указанные соединения очень энергично взаимодействуют с влагой воздуха. Для предотвращения этого был разработан целый комплекс предохранительных мер.

**ВЭЖХ АНАЛИЗ ДИАМИНОВ В СЛЮНЕ ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ
С ОРТОФТАЛЕВЫМ АЛЬДЕГИДОМ/2-МЕРКАПТОЭТАНОЛОМ И
ОЧИСТКОЙ ДЕРИВАТОВ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ
(PUROSEP-200).**

*А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л. Титова, М.Н. Мищенко,
Е.Н. Федорова, Е.В. Беленькова, А.В. Ермолина, А.Н. Семенова.*
Медицинская Академия, Государственный Университет, Чита.

Алифатические диамины могут быть потенциальными маркерами галитоза [Goldberg et all, 1994; Ye et all, 2007], а ацетилованные производные полиаминов могут претендовать на роль онкомаркеров [Kawakita and Hiramatsu, 2006]. С учетом этого, нами был разработан простой и чувствительный метод определения диаминов в слюне. К 100 мкл слюны добавляли 20 мкл пентиламина (100 нг/мкл, IS). В другую пробирку добавляли по 10 мкл путресцина (1,4-diaminobutane, Fluka, 100 нг/мкл) и кадаверина (1,5-diaminopentane, Fluka, 100 нг/мкл), 80 мкл воды и 20 мкл IS. Затем в каждую пробирку добавляли по 50 мкл раствора ортофталевого альдегида/2-меркаптоэтанола в 0.1 М боратном буфере с pH 10.0 [Teerlink et all, 1994], выдерживали 2 мин и вводили в картридж с 10 мг Purosep-200, который предварительно кондиционировали 0.5 мл метанола и 0.5 мл воды. Промывали картридж 0.5 мл 10% водного ацетонитрила, подсушивали слабым вакуумом и элюировали дериваты 2 × 100 мкл ацетонитрила, содержащего 2% ДМСО. В петлю инжектора вводили 10 мкл элюата. Разделение на колонке Chromolith Performance RP-18e (Merck) 100 × 4.6 мм в изократическом режиме с УФ (SPD-M20A, Shimadzu) и флюориметрической детекцией (RF-10AXL, Shimadzu) при 230 нм и ex330-em440 нм, соответственно. Элюент ацетонитрил – 0.01 М фосфатный буфер с pH 6.8 (55:45, v/v) + 1% изопропанола, скорость потока 1400 мкл/мин, давление 28 бар. Полное разделение дериватов достигалось в течение 5 мин. Чувствительность (лимит детекции) на пробу составила для путресцина 100 и 40 пг (УФ и флюориметрическая детекция, соответственно), для кадаверина 50 и 40 пг и для IS – 100 и 50 пг. Это позволило определять диамины в эквиваленте 1 мкл слюны. Концентрация диаминов в слюне у здоровых людей составила: путресцин 2.18 ± 0.35 (n=13) и кадаверин 0.22 ± 0.08 мкг/мл (n=13), у больных со стоматологической патологией (гингивит) – 9.44 ± 0.44 (n=60) и 1.94 ± 0.14 (n=60) мкг/мл, соответственно.

**ВЭЖХ АНАЛИЗ АМИНОЛЕВУЛИНОВОЙ КИСЛОТЫ В МОЧЕ
ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ С FMOС-Cl И ОЧИСТКОЙ ДЕРИВАТОВ
НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ (PUROSEP-200).**

*А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л. Титова, М.Н. Мищенко,
Е.Н. Федорова, Е.В. Беленькова, А.В. Ермолина, А.Н. Семенова.*
Медицинская Академия, Государственный Университет, Чита.

Аминолевулиновая кислота (δ -aminolevulinic acid, Алк) является маркером порфирий и интоксикации свинцом. Известным методом ВЭЖХ анализа Алк в моче является реакция циклизации с формальдегидом – ацетилацетоном и последующей флюориметрической детекцией [Endo et all, 1994]. Однако реакция идет в жестких условиях (10 мин при 100⁰С) и не всегда стабильно. В качестве альтернативы нами разработан и оптимизирован метод анализа Алк в моче в виде Fмос-производных. К 10 мкл стандарта (100 нг/мкл) или мочи добавляли 10 мкл 0.1 М боратного буфера с рН 10.0, 20 мкл Fмос-Cl (Fluka, 2 мг/мл в ацетонитриле), выдерживали 5 мин при комнатной температуре, добавляли 10 мкл 0.4 М нейтрализующего буфера с рН 7.0 и воды до 100 мкл. Весь объем вводили в картридж с 10 мг Purosep-200, который предварительно кондиционировали 0.5 мл метанола и 0.5 мл воды. Промывали сорбент 0.3 мл воды, подсушивали под слабым вакуумом, элюировали дериваты 0.2 мл смеси ацетонитрил – метанол – вода (1:1:1, v/v/v) и 20 мкл вводили в петлю инжектора. Разделение на колонке Chromolith Performance RP-18e (Merck) 100 × 4.6 мм в изократическом режиме с УФ (SPD-M20A, Shimadzu) и флюориметрической детекцией (RF-10AXL, Shimadzu) при 260 нм и ex260-em315 нм, соответственно. Элюент ацетонитрил – 0.01 М фосфатный буфер с рН 5.0 (40:60, v/v), 2000 мкл/мин, 44 бар. Время удерживания Алк 1.8, Fмос – 4.2 мин. Селективная очистка дериватов позволила в 12 раз уменьшить пик дериватизационного реагента и минимизировать количество интерферирующих пиков экстракта биопробы. Чувствительность (лимит детекции) на пробу составила для Алк 1 и 0.2 пг при УФ и флюориметрической детекции, соответственно. Метод может быть использован в клинической лабораторной практике для диагностики порфирий и интоксикации свинцом.

**ИЗОКРАТИЧЕСКИЙ ВЭЖХ АНАЛИЗ АРОМАТИЧЕСКИХ КИСЛОТ В
МОЧЕ ПОСЛЕ ДЕРИВАТИЗАЦИИ С 1-БРОМОАЦЕТИЛПИРЕНОМ И
ЭКСТРАКЦИЕЙ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ
(PUROSEP-200).**

*А.А. Дутов, Д.А. Никитин, О.Н. Литвинцева, Ю.Л. Титова, М.Н. Мищенко,
Е.Н. Федорова, Е.В. Беленькова, А.В. Ермолина, А.Н. Семенова.*
Медицинская Академия, Государственный Университет, Чита.

Ваниллилминдальная кислота (4-hydroxy-3-methoxymandelic acid) является одним из маркеров феохромоцитомы, а гомогентизиновая кислота (2,5-dihydroxyphenylacetic acid) – врожденной патологии обмена аминокислот (алкаптонурия). Одновременный ВЭЖХ анализ нативных ароматических кислот затруднен из-за больших различий в полярности (необходим градиент) и множества интерферирующих веществ в моче (низкая селективность и проблемы с разделением). Для преодоления этих проблем был разработан простой метод. Картриджи с 10 мг Purosep-200 регенерировали 0.5 мл метанола, 0.5 мл воды и 200 мкл мочи, консервированной борной кислотой (1г/л), вводили в картридж. Стандарты ароматических кислот по 10 мкл каждой (1000 нг/мкл в ацетоне), упаривали досуха, растворяли в 200 мкл воды и вводили в картридж. Промывали 0.2 мл воды, высушивали 3 мин и элюировали органические кислоты 2 × 150 мкл этилацетата – метанола (4:1, v/v) в 2-мл реакционную виалу Pierce. Упаривали досуха при 80⁰С. К сухому остатку добавляли 75 мкл 1% триэтиламина в ацетоне (10 мкл в 1 мл) и 25 мкл 1-(Bromoacetyl)pyrene (Aldrich, 5 мг/мл в ацетоне, свежий). Закручивали крышку и помещали в термостат на 10 мин при 60⁰С. После охлаждения в петлю инжектора вводили 2 мкл стандартов (=200 нг каждого) или 5 мкл экстракта мочи (=0.01 мл). Разделение на колонке 150 × 4.6 мм Luna C18(2) (Phenomenex), УФ детекция при 360 нм, элюент ацетонитрил – вода - трифторуксусная кислота

(60:40:0.025, v/v/v), скорость потока 1000 мкл/мин, давление 50 бар. Последовательность выхода: ДОМА или 3,4-dihydroхуманделик acid, 3.90 мин – VMA или 4-hydroху-3-methохуманделик acid, 5.43 мин – 2,5-dihydroхуphenylacetic acid, 6.00 мин – ДОРАС 3,4-dihydroхуphenylacetic acid, 7.53 мин – НИАА или 5-hydroху-3-indoleacetic acid, 7.96 мин – НВА или 4-hydroху-3-methохуphenylacetic acid, 11.79 мин. Дериваты ароматических кислот рекомендуется записывать в течение 1-2 часов после дериватизации, поскольку при стоянии могут появляться лишние (интерферирующие) пики. В экстрактах мочи здоровых людей гомогентизиновая кислота отсутствует, а ДОМА и ДОРАС определяются в следовых количествах. При феохромоцитоме уровень VMA возрастает в 4-10 раз, а НВА – в 1.5-2 раза.

СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ C₁-C₆ ГАЗОВ.

*В.С. Сальников, А.Д. Морозов, С.В. Усова**

ООО «Научно-техническая фирма «Сибирская Технология», г. Омск

* ГОУ ВПО Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского

Достаточно часто возникают задачи определения состава сложных газовых смесей, содержащих группу постоянных (H₂, O₂, N₂, CH₄, CO) и углеводородных газов от C₁ и выше. Для первой группы газов классическим вариантом является хроматографическая колонка с молекулярными ситами на основе цеолитов. Для разделения УВ до C₄₋₅, включая изомеры, используют колонки как насадочные с полимерным наполнителем, так и капиллярные с фазой окиси алюминия. В большинстве случаев для эффективного разделения всех компонентов требуется либо последовательный анализ на каждой колонке, либо режим программирования температуры.

Для одновременного анализа газовой смеси с максимально возможным их количеством за требуемый интервал времени изучаемого технологического процесса осуществлена постановка методики с использованием крана с двумя дозами для двух аналитических каналов – детекторов ДТП и ПИД, при изотермическом режиме и кратковременном программировании температуры термостата колонок.

С использованием колонок: насадочная - СаА (2м*3мм) и кварцевая капиллярная с мезофазной мезопористой пленкой SiO₂ (15м*0,32мм; пр-во Россия) при изотермическом режиме 105⁰С происходит полное хроматографическое разделение постоянных газов и большой группы УВ до C₅ за время анализа 10 мин. При кратковременном программировании от 105 до 200⁰С с первоначальной выдержкой в изотермическом режиме возможно определение УВ до C₇ за время до 20 мин., включая время охлаждения термостата колонок.

ЖИДКОСТНАЯ МИКРОЭКСТРАКЦИЯ – НОВЫЙ МЕТОД ПРОБОПОДГОТОВКИ В ХРОМАТОГРАФИИ

Сергеев Г. М., Крылов А. В., Мосягин П. В., Крылов В.А.

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23

E-mail: k658995@mail.ru

Жидко-жидкостная экстракция (ЖЖЭ) является одним из традиционных методов концентрирования и широко применяется в аналитической практике. К недостаткам ЖЖЭ следует отнести использование больших объемов экстрагентов высокой чистоты, чаще всего дорогостоящих и токсичных. Преимуществами жидкостно-жидкостной микроэкстракции (ЖЖМЭ) являются предельно малые объемы экстрагента 1 – 50 мкл, экспрессность и значительные коэффициенты концентрирования, величиной до нескольких тысяч. Авторами первых работ по ЖЖМЭ являются Liu, Dasgupta, Jeannot и Cantwell (1996 г.). На данный момент можно выделить несколько подходов в ЖЖМЭ: классическая, мембранная, с диспергированием и с кристаллизацией экстрагента. Наиболее широкое применение технических решений ЖЖМЭ с классической микроэкстракцией. Стоит отметить развитие направления, связанного с диспергированием, поскольку первые публикации по этому способу микроконцентрирования появились только в 2006 году, а также общую тенденцию по росту числа публикаций, посвященных ЖЖМЭ. Увеличивается также и число матриц, из которых экстрагируют примеси. Это не только вода, но также и фруктовые соки, пиво, чай, кофе, газированные напитки, плазма крови и моча. В качестве аналитов могут выступать как органические, так и неорганические вещества. Сочетание метода ЖЖМЭ и хроматографии позволяет интегрировать концентрирование и дозирование. Достижимые при этом пределы обнаружения составляют 10^{-8} – $10^{-10}\%$.

**КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ МОНО- И ПОЛИАРОМАТИЧЕСКИХ
УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ
МИКРОЭКСТРАКЦИИ С ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ**

Крылов А. В., Мосягин П. В., Маткивская Ю.О., Бочкарева Л.В.

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23

E-mail: k658995@mail.ru

Традиционная жидкость-жидкостная экстракция требует больших объемов экстрагента, которые являются дорогостоящими, а зачастую и очень токсичными. В связи с этим получили развитие методы микроэкстракционного концентрирования. В настоящее время интенсивно развивается микроэкстракционное концентрирование.

В данном сообщении представлены результаты оригинального исследования по концентрированию примесей ароматических веществ четыреххлористым углеродом высокой чистоты методом микроэкстракции с диспергированием экстрагента. Показано, что в результате образования высокодисперсной эмульсии экстрагент практически мгновенно распределяется по всему объему исследуемого раствора. В результате чего равновесии достигается практически мгновенно. Основной стадией, лимитирующей экспрессность методики, является отделение экстрагента, которое проводили центрифугированием в течение 15 минут. Рассмотрены факторы, повышающие эффективность концентрирования примесей. Достоинства метода проиллюстрированы на примерах хромато-масс-спектрометрического анализа образцов воды различного происхождения – природной, водопроводной, дистиллированной, кипяченой. Разработанный метод применен для определения примесей моно- и полиароматических углеводородов в воздухе, путем экстрагирования примесей из воды, полученной конденсацией из воздуха. Достигнутые пределы обнаружения примесей составляют 10^{-9} - 10^{-10} %.

НОВЫЙ ПОДХОД В КОНЦЕНТРИРОВАНИИ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ ВОЗДУХА ДЛЯ ИХ ХРОМАТО-МАСС- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Мосягин П.В., Крылов А.В., Маткивская Ю.О. Крылов В.А.

Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,
Нижний Новгород

Впервые разработан конденсационно-экстракционный метод для концентрирования примесей из воздуха, заключающийся в использовании атмосферной влаги в качестве естественного сорбирующего материала. Для извлечения примесей из воды также использован новый подход - микроэкстракция с диспергированием экстрагента. Для анализа использован объем воздуха $0,1 \text{ м}^3$. Пределы обнаружения толуола и бензола составили $2 \cdot 10^{-5}$ и $1 \cdot 10^{-4} \text{ мг/м}^3$. Исследована эффективность двух разновидностей конденсационного концентрирования: проточного и статического. Установлен синергетический эффект концентрирования, заключающийся в том, что температура выделения примесей на поверхности проточного конденсатора на $20\text{-}30\text{К}$ выше необходимой для равновесного перехода. Наибольшая степень извлечения загрязнений в статическом варианте и составляет $85\text{-}90\%$. Интегральный коэффициент концентрирования примесей составил $(2\text{-}5) \cdot 10^3$. Для дозирования микролитровой пробы экстрагента в хромато-масс-спектрометре разработан метод бинарной фазы переменной емкости. Проведены анализы атмосферного воздуха в г. Н.Новгороде, г. Кстово, г. Дзержинске, г.Балахне, г.Богородске. Также конденсационно-экстракционный метод опробован для концентрирования из воздуха полициклических ароматических углеводородов. Уровень концентраций составляет $10^{-1} - 10^{-4} \text{ мг/м}^3$ для БТЕКс и $10^{-6} - 10^{-7} \text{ мг/м}^3$ для ПАУ. Разработанный метод позволил решить проблему фона сорбента, снизить пределы обнаружения, сократить затраты и время на пробоподготовку.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ,
СОДЕРЖАЩИХ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ
УГЛЕВОДОРОДЫ, МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Мосягин П.В., Крылов А.В., Бочкарева Л.В., Маткивская Ю.О.

Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,
Нижний Новгород

ПАУ являются достаточно устойчивыми соединениями, однако под действием света в присутствии некоторых соединений (хиноны, соли тяжелых металлов, четыреххлористый углерод) ПАУ могут окисляться с образованием хинонов и карбоксильных соединений.

Принципиальным вопросом при работе с образцами сравнения полициклических ароматических углеводородов (ПАУ), является проблема их стабильности при хранении, в процессе пробоподготовки. Дегградация ПАУ в отобранных пробах (природные и питьевые воды, атмосферный конденсат, вытяжки из образцов почв и т.д.) и экстрактах приводит к искажению результатов и влияет на правильность химического анализа.

В работе исследовано действие света люминесцентных ламп на стабильность ПАУ в четыреххлористом углероде – одном из самых распространенных экстрагентов для извлечения токсикантов. Диапазон концентраций ПАУ составлял 10^{-4} - 10^{-5} масс.%. Анализ осуществлялся с помощью метода хромато-масс-спектрометрии в режиме селективного ионного мониторинга. Для разделения примесей была использована тонкопленочная капиллярная колонка DB-5 (30м×0.25мм×0.1мкм). Установлено существенное различие в стабильности ПАУ (в том числе для изомеров) в зависимости от энергии ароматизации молекулы. Установлено, что наименее устойчивым из 16 приоритетных ПАУ является антрацен.

Показано, что для обеспечения стабильности образцов, содержащих ПАУ, необходимо использовать емкости, изготовленные из стекла, непрозрачного для света видимой области и ближнего УФ-излучения.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В СЕРОВОДОРОДЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

В.А. Крылов^{1,2}, А.Ю. Созин¹, О.Ю. Чернова¹

¹ Учреждение Российской академии наук Институт химии высокочистых веществ РАН, г. Нижний Новгород

² Нижегородский национальный университет им. Н.И. Лобачевского

В последнее время интерес к сероводороду значительно возрос в связи с газофазным получением и увеличивающимся применением сульфида цинка и других серосодержащих оптических материалов. Используемый для этой цели сероводород должен иметь высокую степень чистоты. Наиболее перспективным методом для этого является хромато-масс-спектрометрия с применением капиллярных газоадсорбционных колонок.

Исследован примесный состав образцов сероводорода, синтезированных из очищенной серы и водорода. Анализ проводили на установке, созданной на базе хромато-масс-спектрометра Agilent 6890/5973N с квадрупольным масс-анализатором. Ввод проб в хроматографическую систему осуществляли 6-портовым двухпозиционным автоматическим краном-дозатором фирмы «Valco Instruments Co. Inc» (Швейцария). Идентификацию примесей проводили путём сравнения экспериментальных масс-спектров примесей с масс-спектрами библиотеки NIST-98. В исследованных образцах сероводорода идентифицированы примеси N₂, O₂, Ar, COS, CS₂, SO₂, предельных, непредельных и ароматических углеводородов, метилмеркаптана, тиофена и его гомологов - всего 25 примесных компонентов. Установлено, что даже в самых чистых образцах сероводорода основными примесями являются углекислый газ $(7-3) \cdot 10^{-5}$ мол. %, COS $(2-4) \cdot 10^{-5}$ мол. %, азот $(4-8) \cdot 10^{-6}$ мол. % и аргон $(2-5) \cdot 10^{-6}$ мол. %. Пределы обнаружения атмосферных газов понижены по сравнению с известными из литературы в 10 раз, германа – в 70 раз, силана – в 90 раз. Правильность определения примесей подтверждена методом варьирования величины пробы.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ГЕРМАНЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДАМИ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ХРОМАТО-МАСС- СПЕКТРОМЕТРИИ

Крылов В.А.^{1,2}, Чернова О.Ю.¹, Созин А.Ю.¹, Ворожцов Д.Л.²

¹Учреждение Российской академии наук Институт химии высокочистых веществ РАН, ул. Тропинина 49, 603950 Нижний Новгород

²Нижегородский национальный университет им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина 23, 603950 Нижний Новгород.

Герман высокой чистоты является исходным материалом для получения высокочистого германия и рабочим веществом для определения германия в экспериментах по регистрации нейтрино Ga-Ge детектором. Получение надёжной информации о примесном составе моногермана – актуальная задача.

Исследованы образцы германа, полученные по реакции тетрахлорида германия с борогидридом натрия. Анализ проводили на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890/MSD 5973N с квадрупольным масс-анализатором и газовом хроматографе Цвет-500 с пламенно-ионизационным детектором. Разделение примесей выполнено с использованием капиллярных и насадочных колонок с сорбентами политриметилсилилпропином, модифицированным силикагелем и карбопаком ВНТ. Идентификацию примесей проводили сравнением их масс-спектров с масс-спектрами базы данных NIST, с известными из литературы и на основе собственной расшифровки спектров. В образцах германа установлено 47 примесных веществ, среди которых атмосферные газы, сероводород, предельные и непредельные углеводороды C₁-C₉, фтор- и хлорсодержащие углеводороды, ароматические углеводороды, эфиры, гомологи германа, алкил- и хлорпроизводные германа. Из них 22 идентифицированы впервые. Пределы обнаружения примесей составили $5 \cdot 10^{-6}$ – $4 \cdot 10^{-8}$ мол.%. Их значения находятся на уровне лучших известных из литературы и ниже до 250 раз.

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕВОДОРОДОВ
И ГЕКСАФТОРИДА СЕРЫ В ТЕТРАФТОРИДЕ ГЕРМАНИЯ
ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ**

В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина

ГОУ ВПО «Нижегородский Государственный Университет им. Н.И.
Лобачевского», г.Нижний Новгород

Учреждение Российской академии наук Институт химии высокочистых
веществ, г.Нижний Новгород

В связи с применением GeF_4 в процессах получения кремний-германиевых тонкопленочных структур, изотопно-обогащенного германия, в том числе изотопом ^{76}Ge для детекторов двойного бета-распада, проблема исследования примесного состава GeF_4 очень важна. Содержание примесей в получаемом германии не должно превышать 10^{-5} мол.%, поэтому разработка высокочувствительного газохроматографического определения углеводородов $\text{C}_1\text{-C}_4$ и гексафторида серы в GeF_4 , как естественного, так и изотопно-обогащенного состава, представляло собой актуальную задачу.

Дозирование газообразного GeF_4 осуществлялось посредством вакуумной системы ввода проб. Газ-носитель гелий дополнительно очищали до содержания воды $<1 \cdot 10^{-5}$ об.%, углеводородов $\text{C}_1\text{-C}_4$ $<1 \cdot 10^{-7}$ об.%. Тетрафторид германия удаляли из анализируемой пробы с помощью хемосорбента NaF . Использовалась насадочная разделительная колонка с $\text{Al}_2\text{O}_3 + 4\% \text{NaOH}$. Определены пределы обнаружения углеводородов $\text{C}_1\text{-C}_4$ пламенно-ионизационным детектором, равные $(2-6) \cdot 10^{-6}$ об.%, и гексафторида серы электрозахватным детектором, равным $8 \cdot 10^{-8}$ об.%..

При анализе образцов GeF_4 установлено, что концентрации примесей углеводородов $\text{C}_1\text{-C}_4$ и SF_6 в GeF_4 природного изотопного состава находятся на уровне 10^{-4} об.%, в образцах $^{72}\text{GeF}_4$ и $^{74}\text{GeF}_4$ содержание углеводородов снижается на порядок, а SF_6 - 2.5 раза.

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ
ИЗУЧЕНИЯ ПРОЦЕССА ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ
ГЕКСАФТОРСИЛИКАТА НАТРИЯ**

В.А.Крылов, Т.Г.Сорочкина

ГОУ ВПО «Нижегородский Государственный Университет им. Н.И.
Лобачевского», г.Нижний Новгород

Учреждение Российской академии наук Институт химии высокочистых
веществ, г.Нижний Новгород

Одним из способов получения SiF_4 является термическое разложение гексафторсиликата натрия, осуществляемое по реакции:



При исследовании происхождения примесей углеводородов в SiF_4 было показано, что их основным источником является Na_2SiF_6 , из которого получают тетрафторид. Было изучено выделение углеводородов в процессе разложения гексафторсиликата натрия в интервале температур от 315 до 710⁰С. Рассчитано количество SiF_4 , выделенного при температурах: 315⁰С, 415⁰С, 480⁰С и 540⁰С. По результатам газохроматографического анализа было рассчитано количество углеводородов, содержащихся в выделенном при данных температурах SiF_4 . При температуре 540⁰С весь образовавшийся SiF_4 из баллона с гексафторсиликатом натрия был удален вакуумированием. При дальнейшем повышении температуры до 710⁰С осуществлялся процесс получения тетрафторида кремния.

В ходе исследования установлено, что по мере роста температуры степень выделения углеводородов возрастает с уменьшением их молекулярного веса. При удалении углеводородов в процессе терморазложения содержание метана, этана и этилена в получаемом тетрафториде кремния было снижено на 1-2 порядка, что позволило повысить чистоту получаемого продукта.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ГЖХ ДЛЯ СОПРОВОЖДЕНИЯ СИНТЕЗА ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ СУРЬМЫ

Л.К.Прыткова^а, А.В.Гущин^а, В.И.Рыкалин^б

^а Нижегородский государственный университет
им. Н.И.Лобачевского, г. Нижний Новгород

^б Институт физики высоких энергий, г. Протвино (Московская обл.)

Для качественного проведения синтеза органических производных сурьмы необходимо применение достаточно чистых реагентов. Также важен контроль чистоты получаемых веществ. Чистоту исходных соединений и конечных продуктов легко определить с помощью метода газо-жидкостной хроматографии.

Характерной примесью в трифенилсурьме является дифенил. Его легко определить в гексане на хроматографе ЛХМ-80 с детектором по теплопроводности, колонка 3000×2 мм, газ-носитель – гелий, неподвижная фаза 5% SE-30, на носителе Chromaton N-AW DMCS. Температура термостата, испарителя и детектора 180°C.

В реакции взаимодействия трифенилсурьмы с трет-бутилпероксидом в уксусной кислоте образуется не только диацетат трифенилсурьмы, но и трет-бутиловый спирт. Спирт легко определяется на колонке 2000×2.5 мм, газ-носитель – гелий, неподвижная фаза 15% Carbovax-6000, на Chromaton AW при температуре 80°C.

С другой стороны, газо-жидкостная хроматография используется для установления непрореагировавших исходных веществ. В качестве такого реагента часто выступает третбутилгидропероксид, который определяется на колонке 1000×3.15 мм, газ-носитель – гелий, неподвижная фаза 15% ДНФ, на Chromaton N-AW HMDS при температуре термостата 110°C, испарителя – 150°C, детектора – 120°C.

Сурьмаорганические соединения имеют важное научное и прикладное значение и находят широкое применение в самых разнообразных областях практической деятельности. Сополимеры различных соединений сурьмы (акрилаты, метакрилаты, винилбензоаты) с органическими мономерами могут быть использованы для синтеза сурьмасодержащих органических полимеров (в том числе органических стекол), проявляющих фунгицидную и биоцидную активность.

ИЗУЧЕНИЕ ПРОДУКТОВ РАСПАДА СОЕДИНЕНИЙ СУРЬМЫ(III) И ВИСМУТА(III) МЕТОДОМ ГЖХ

Гущин А.В.^а, Прыткова Л.К.^а, Шашкин Д.В.^а, Рыкалин В.И.^б

^а Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского (г. Н. Новгород),

^б ГНЦ Институт физики высоких энергий (г. Протвино, Московская область)

Известно, что дикарбоксилаты трифенилвисмута и –сурьмы $\text{Ph}_3\text{M}(\text{O}_2\text{CR})_2$ (где $\text{M} = \text{Bi}, \text{Sb}$; $\text{R} = \text{H}, \text{Me}, \text{CH}=\text{CH}_2, \text{Et}, \text{Ph}$) являются стабильными соединениями, устойчивыми к действию кислорода и влаги воздуха. Они не разлагаются при температуре 100-200°C.

Установлено, что наличие даже очень малых количеств солей палладия может приводить к быстрому разложению указанных соединений при температуре 20-50°C. Так, 0.1М раствор $\text{Ph}_3\text{Bi}(\text{OAc})_2$ в ацетонитриле или бензоле при добавлении 0.01-0.04 моля хлорида палладия на моль МОС уже при 20°C через несколько минут темнеет и выпадает осадок ацетата висмута(III). Для определения продуктов реакции жидкую часть переконденсировали в ловушку, охлаждаемую жидким азотом. Твердую часть заливали 8 мл гексана и полученный раствор фильтровали на короткой колонке с силикагелем с целью отделения от палладиевого катализатора. Методом ГЖХ в гексановом растворе найден основной продукт распада – дифенил с выходом 0.8-1.3 моля на моль исходного МОС. Анализ проводился на хроматографе GC-14B Shimadzu с детектором пламенно-ионизационным, колонка Restek-1, 60 м, газ-носитель – азот.



Побочным продуктом распада является бензол. Его определяли в растворе ацетонитрила. Выход составлял 0.3-0.7 моль на 1 моль исходного МОС.

Диакрилат, дибензоат, дипропионат трифенилвисмута ведут себя аналогично. Дикарбоксилаты трифенилсурьмы разлагаются при более высокой температуре. При 50°C выход дифенила и бензола ограничен несколькими мольными процентами на МОС.

Показано, что если в системе присутствуют дикарбоксилаты трифенилвисмута (сурьмы), метилакрилат и соль палладия, то основным направлением распада МОС $\text{Bi}(\text{V}), \text{Sb}(\text{V})$ до $\text{Bi}(\text{III}), \text{Sb}(\text{III})$ является C-фенилирование метилакрилата до метилциннамата. Последний определяли также методом ГЖХ.

Таким образом, методом ГЖХ проведено изучение продуктов каталитического распада МОС $\text{Bi}(\text{V}), \text{Sb}(\text{V})$ до $\text{Bi}(\text{III}), \text{Sb}(\text{III})$.

ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ФЕРРОЦЕН-МОДИФИЦИРОВАННЫЕ НУКЛЕИНОВЫЕ ОСНОВАНИЯ

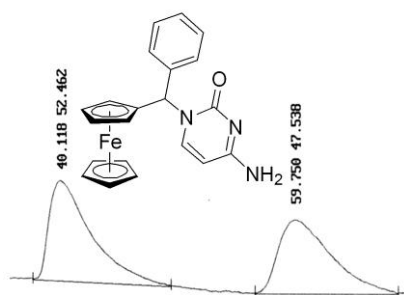
С.И. Зыкова^{1,2}, Л.В. Снегур¹, А.А. Сименел¹, М.М. Ильин¹

1. Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова
Российской академии наук, Российская Федерация, 119991 Москва,
ул. Вавилова, 28
2. Российский заочный институт текстильной и легкой промышленности,
Российская Федерация, 123298 Москва, ул. Народного ополчения, 38/2
svetlana-zykova@mail.ru

Еще в 1960-х годах К. Шлэгль, а затем И. Уги успешно изучали стереохимические аспекты химии ферроцена. При исследовании биологической активности производных ферроцена показана возможность их применения в медицинской практике.

Данное исследование обусловлено потребностью в энантимерно чистых фармакологических препаратах. Нами разработан эффективный способ синтеза оптически активных ферроценосодержащих нуклеиновых оснований.*

При взаимодействии эквимольных количеств ферроценовых спиртов,



$\text{FcCH}(\text{OH})\text{R}$ ($\text{Fc} = \text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4$), с нуклеиновыми основаниями в ДМСО синтезированы с высокими выходами в виде смесей энантимеров биологически активные ферроценил-(алкил)пурины и ферроценил(алкил)пиримидины.

Рис.1 Хроматограмма разделения рацемической смеси на энантимеры, элюент гексан : изопропанол (9:1).

Рис. 2 Ферроцен-модифицированные нуклеиновые основания.

Разработаны методики аналитического разделения полученных смесей энантиомеров и определения энантиомерного избытка методом ВЭЖХ. На колонках Chiralcel на сорбентах с модифицированной целлюлозой разделены на энантиомеры ферроценсодержащие соединения аденина, 5-йодцитозина и цитозина (Рис. 1, 2).

Таблица 1. Разделение на энантиомеры ферроцен-модифицированных нуклеиновых оснований методом ВЭЖХ.

Соединение	k'_1	k'_2	α
ферроценил(этил)аденин	5,87	6,38	1,09
ферроценил(этил)-5-йодцитозин	4,86	5,87	1,21
ферроценил(бензил)-5-йодцитозин	6,69	9,61	1,44
ферроценил(бензил)цитозин	12,37	18,92	1,53

Работа выполнена при финансовой поддержке программ Президиума Российской академии наук «Фундаментальные науки – медицине» и Отделения химии и наук о материалах Российской академии наук (проект ОХ 9), гранта РФФИ №09-03-00535.

*A.A. Simenel, E.A. Morozova, L.V. Snegur, S.I. Zyкова *et al.*, Simple route to ferrocenylalkyl nucleobases. Antitumor activity in vivo, *Appl. Organomet. Chem.* **2009**, 23, 219-224.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ДИМЕТАКРИЛАТОВ ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕЙ МЕТОДОМ ВЭЖХ

Куликова Т.И., Глухова Т.А.

Учреждение Российской академии наук Институт металлоорганической химии им. Г.А.
Разуваева РАН, Нижний Новгород

Диметакриловые эфиры полиэтиленгликолей входят в состав большинства фотополимеризующихся композиций (ФПК) отверждающихся по радикальному механизму, которые позволяют с высокой скоростью, точностью и при низкой температуре получать полимерные изделия с заданными физико-механическими и оптическими характеристиками. Использование ФПК является неотъемлемым компонентом современных технологий в полиграфии, электронике, стереолитографии, оптике, зубоврачебной практике. Реакционная способность исходных олигомеров, с одной стороны, и физико-механические характеристики конечных полимеров во многом определяются не только природой самих диметакрилатов, но и тем набором примесей, которые они содержат. В связи с этим возникает фундаментальная и практическая потребность в знании реального состава коммерческих и синтезируемых в исследовательских коллективах олигомеров.

В данной работе методом нормально-фазовой ВЭЖХ исследовали состав олигоэфирметакрилатов с числом оксиэтиленовых звеньев 1-8,

известных под марками ДМЭГ, ДМДЭГ, ТГМ-3, ДМПЭГ-330, ДМПЭГ-400, а так же ОКМ-2, МДФ-2 и некоторых олигоэфиракрилатов. Отработаны методики определения низкомолекулярных и высокомолекулярных примесей в целевых продуктах реакций и их идентификация. Наиболее удачной подвижной фазой в анализе диметакриловых эфиров полиэтиленгликоля оказался бинарный элюент гексан/тетрагидрофуран в соотношении 5:1 при элюировании на гидроксилированном силикагеле и на силикагеле с привитыми CN-группами.

**ИССЛЕДОВАНИЕ БИОПОЛИМЕРОВ МЕТОДОМ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ
ИСПОЛЬЗОВАНИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ТРАКТА
ЖИДКОСТНОГО ХРОМАТОГРАФА В БЕЗМЕТАЛЛИЧЕСКОМ
ИСПОЛНЕНИИ**

В.Б. Хабаров, А.Я. Пронин, А.К. Буряк

Учреждение российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва. E-mail:

Khabarov@phychе.ac.ru

При анализе методом ВЭЖХ хитозана и использовании элюента - водного раствора уксусной кислоты происходит коррозия нержавеющей стали хроматографического тракта. При коррозии образуются оксиды металлов (Fe, Cr, Ni), которые с аминными, карбонильными и гидроксильными группами хитозана и аминными группами хитозан-хитина и хитозан-белка образуют комплексы, которые сорбируются и десорбируются потоком элюента в хроматографическом тракте жидкостного хроматографа.

При определении методом ВЭЖХ на колонке из стекла с высокосшитым полидивинилбензольным (ВПДВБ) сорбентом ММР полимерных молекул хитозана, содержания примесных соединений и при использовании элюента – водного раствора уксусной кислоты [1], необходимо использовать рефрактометрический детектор, в котором крепление кварцевой кюветы и жидкостный тракт выполнены из фторопласта [2, 3], в насосе жидкостный тракт и инжектор выполнены из ПИИК и фторопласта.

При использовании жидкостного хроматографа с хроматографическим трактом в безметаллическом исполнении и анализе на колонке с ВПДВБ-сорбентом (4 %-й водный раствор уксусной кислоты) хитозана, полимерные молекулы хитозана, гетерогенные молекулы с хитозан-хитиновыми звеньями и молекулы хитозан-белкового комплекса не образуют комплексы с

оксидами металлов (Fe, Cr, Ni) в виду их отсутствия, что подтверждено на УФ детекторе $\lambda = 254$ нм.

1. Хабаров В.Б., Пронин А.Я., Самуйленко А.Я., Гринь А.В. Способ определения полимерных молекул хитозана в препаратах хитозана // Пат. РФ № 2295127. МПК⁷ G01N 30/02. Бюл. 2007. № 7.

2. Хабаров В.Б., Пронин А.Я., Панина Л.И., Буряк А.К. Устройство крепления и герметизации кварцевой кюветы в рефрактометрическом детекторе для жидкостной хроматографии // Пат. РФ № 2362143. МПК⁷ G01N 21/05. Бюл. 2009. № 20.

3. Хабаров В.Б., Пронин А.Я. Устройство безметаллического крепления кварцевой кюветы в рефрактометрическом детекторе при анализе биополимеров методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Материалы международной научно-практической конференции, посвящённые 40-летию ВНИТИБП, 9-10 декабря 2009. Щёлково, 2009, с. 569-575.

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВВОДА ПРОБ ВЫСОКОКИПАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, СКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ НА СОРБЕНТАХ, В НАСАДОЧНУЮ АНАЛИТИЧЕСКУЮ КОЛОНКУ МЕТОДОМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ДЕСОРБЦИИ

В.Б. Хабаров

Учреждение российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва. E-mail:

Khabarov@phycbe.ac.ru

При газохроматографическом анализе на насадочной аналитической колонке (НАК) высококипящих органических веществ (фталатов, фенолов), сконцентрированных на сорбентах, применяют устройство для ввода проб методом термической десорбции, которое исключает непродуваемый объем между иглой патрона-концентратора и мембраной испарителя при анализе на НАК (рис. 1) [1].

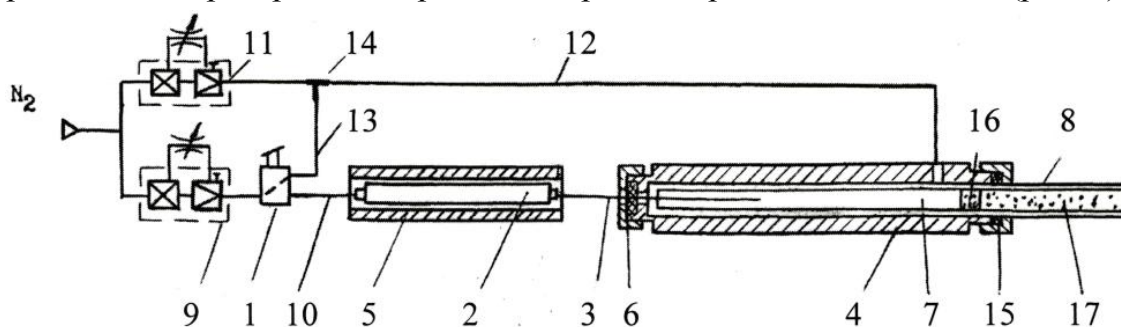


Рис. 1. Устройство для ввода проб высококипящих органических веществ, сконцентрированных на сорбентах, в насадочную аналитическую колонку.
1 – кран-переключатель потоков; 2 – патрон-концентратор; 3 – полая игла; 4 – испаритель; 5 – электрическая печь; 6 – самоуплотняющаяся мембрана испарителя; 7 – испарительная камера; 8 – насадочная аналитическая колонка; 9, 11 – регуляторы расхода; 10, 12, 13 – каналы газа-носителя в испаритель; 14 – тройник; 15 – графитовое уплотнение; 16 – стекловата; 17 – сорбент.

Работа устройства. Патрон-концентратор 2 помещают в электрическую печь 5 для десорбции сконцентрированных органических веществ, а игла 3 вводится через мембрану 6 в испарительную камеру 7. При этом газ-носитель от регулятора расхода 9 и 11 объединяется и по каналам 12 и 13 проступает в испаритель 4. По окончании термической десорбции кран-переключатель потоков 1 ставят в положение "анализ" и газ-носитель от регулятора 9 расхода по каналу 10 поступает в патрон-концентратор 2 и с десорбированными органическими веществами через полую иглу 3 поступают в испарительную камеру 7 и объединяется с потоком от регулятора расхода 11 по каналу 12, который продувает

объём между отверстием иглы 3 патрона-концентратора 2 и мембраной испарителя 6 и далее поступает в аналитическую колонку 8.

В табл. 1 приведены эффективность НАК и результаты анализа фенолов при использовании разработанного устройства.

Таблица 1. Зависимость эффективности НАК и результатов количественного анализа фенола и м-крезола от соотношения линейных скоростей газа-носителя ($V_{л}$) в патроне-концентраторе и испарительной камере при вводе пробы из патрона-концентратора в НАК методом термической десорбции

Определяемое вещество	$V_{л}$ в патроне-концентраторе составляет в % от $V_{л}$ в испарительной камере	N, ЧТТ	S пика, мм ²	Процент определения вещества	Относительная погрешность результатов измерений, %
Фенол	50,0	1039	823	100	1,4
М-крезол	50,0	1099	375	100	1,2
Фенол	46,9	955	684	83	3,8
М-крезол	46,9	1033	336	90	4,4
Фенол	53,5	1031	686	83	1,2
М-крезол	53,5	1091	332	89	1,9
Фенол	*56,3	1034	711	86	3,5
М-крезол	*56,3	1093	329	88	3,9

НАК (2 м x 3 мм) с 2 % ПЭГА на полихроме-1, фр. 0,25-0,50 мм, температура колонки – 160 °С. Патрон-концентратор (15 см x 4 мм) с полихромом-3, фр. 0,25-0,50 мм, температура десорбции - 160 °С, время десорбции - 10 мин. *Не исключали непродуваемый объём между иглой патрона-концентратора и мембраной испарителя.

Из табл. 1 видно, что наиболее высокая эффективность разделения органических веществ на НАК достигается при создании линейной скорости газа-носителя в патроне-концентраторе, равной 50 % линейной скорости газа-носителя в испарительной камере и достигается такое соотношение линейных скоростей при отношении внутренних диаметров испарительной камеры и патрона-концентратора равном 1:1,33.

1. Хабаров В.Б. Разработка сорбентов и методических подходов к санитарно-химической оценке композиционных строительных материалов методом газовой хроматографии. Дисс. ... канд. хим. наук. М, 1997. 258 с.

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПАРОФАЗНОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОМПОЗИЦИОННЫХ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

В.Б. Хабаров

Учреждение российской академии наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва. E-mail:

Khabarov@phyche.ac.ru

При определении санитарно-химических характеристик (СХХ) композиционных строительных материалов (КСМ) – фанеры, ДСП, ДВП и др. (мг/м^3 , мг/100 г , $\text{мг/м}^2 \cdot \text{ч}$) используют устройства для парофазного анализа с петлями объёмом $0,5\text{-}2,0 \text{ см}^3$, которые не обеспечивают высокой чувствительности определения летучих органических соединений. Для повышения чувствительности анализа разработано устройство для парофазного анализа с петлями объёмом $5\text{-}20 \text{ см}^3$ (рис. 1) [1]. На газовом хроматографе 1 устанавливают в термостате колонок кран-дозатор 2 с дозирующей петлей 3 (объёмом $15\text{-}20 \text{ см}^3$), дроссели 4, 5 и мембранный клапан 6 на линию 7 регулятора расхода газа-носителя 8.

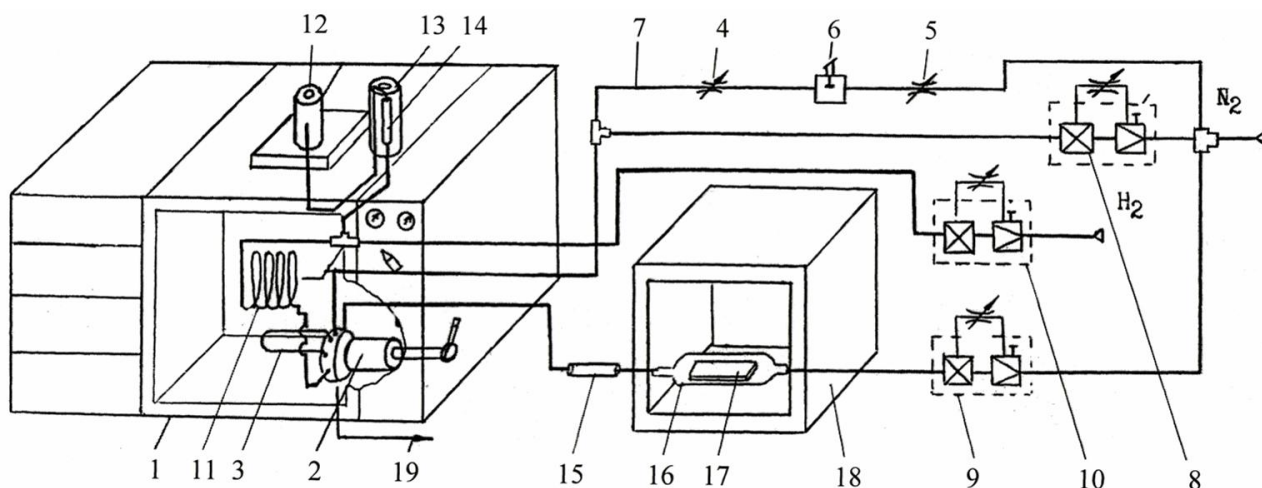


Рис. 1 Устройство для парофазного анализа для определения СХХ КСМ.

1 – газовый хроматограф; 2 – кран-дозатор; 3 – дозирующая петля; 4, 5 – дроссели; 6 – мембранный кран; 7 – линия газа-носителя; 8-10 – регуляторы расхода газа-носителя и водорода; 11 – насадочная аналитическая колонка (2 м x 4 мм) с 15 % ДЭАСК на полихроме-1, фр. 0,25-0,50 мм; 12 – ПИД; 13 – электрическая печь; 14 – ячейка с никелем Реня; 15 – патрон-концентратор с полихромом-3; 16 – стеклянная камера; 17 – образец ДСП; 18 – термостат; 19 – канал азота крана-дозатора.

Работа парофазного устройства. Регулятор расхода 9 создаёт газообмен азотом в камере 16 с исследуемым образцом КСМ 17, который термостатируют в 18. Патрон-концентратор с полихромом-3 15 подсоединяют к крану-дозатору 2 и камере 16 для концентрирования фенолов (при определении СХХ КСМ на основе фенолоформальдегидных смол). При положении крана-дозатора 2 "отбор пробы" газ-носитель из камеры 16 поступает в дозирующую петлю 3 и по каналу 19 в атмосферу.

Для ввода пробы из петли 3 в насадочную аналитическую колонку (НАК) 11 применяют следующий приём. При переводе крана-дозатора 2 в положение "анализ", мембранный клапан 6 ставят в положение "открыто" и газ-носитель через дроссели 4 и 5 по каналу 7 объединяются с каналом от регулятора расхода 8 и вводит пробу из петли 3 в НАК 11. После установления исходного давления газа-носителя перед аналитической колонкой, мембранный клапан 6 ставят в положение "закрыто", при этом газ-носитель через петлю 3 в колонку 11 поступает от регулятора расхода 8.

При введении парогазовой пробы из дозирующей петли объёмом 15 и 20 см³, внутренним диаметром 0,6 см, без дополнительного её вымывания газом-носителем в НАК концентрация формальдегида увеличивается на 14 и 44 % и метанола на 15 и 43 %. При введении парогазовой пробы из дозирующей петли с дополнительным её вымыванием газом-носителем со скоростью 360 и 180 см³/мин в НАК концентрация формальдегида и метанола не увеличивается и приближается к результатам расчёта концентраций указанных веществ по потере массы фторопластовой ампулы (при анализе градуировочной смеси формальдегида и метанола в соответствии с [2]). Из этого следует, что использование дозирующей петли объёмом 15 и 20 см³ выполненной внутренним диаметром в соотношении 1,5:1 по сравнению с НАК, обеспечивает компактный ввод паро-газовой пробы в аналитическую колонку и позволяет использовать указанные петли в устройстве для парофазного анализа, что обеспечивает повышение чувствительность анализа органических соединений, содержащихся и выделяющихся из КСМ.

1. Хабаров В.Б., Мальцев В.В. Устройство для парофазного анализа // Авт. св. СССР № 1728793. МКИ G01N 30/10. Бюл. 1992. № 15.

2. Хабаров В.Б., Мальцев В.В. Способ получения калибровочных смесей паров формальдегида в инертном газе и устройство для его осуществления // Авт. св. СССР № 1350610. МКИ G01N 30/04. Бюл. 1987. № 41.

**ИЗУЧЕНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ
АЛИФАТИЧЕСКИХ И АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА
СВЕРХСШИТЫХ ПОЛИСТИРОЛАХ В СИСТЕМАХ С
НЕПОЛЯРНЫМИ ЭЛЮЕНТАМИ.**

А.В. Сухоженко¹, О.Г. Ларионов²

¹ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии», Москва. utriv@mail.ru

²Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва.

Сверхсшитый полистирол (ССПС) благодаря своим уникальным физико-химическим свойствам, является перспективным сорбентом для использования в ТФЭ и ВЭЖХ. Изучение хроматографического поведения различных соединений в различных хроматографических системах с участием ССПС необходимо для адекватного и эффективного использования данного сорбента для ТФЭ и ВЭЖХ.

В данной работе было исследовано хроматографическое поведение алифатических соединений различных классов: спирты, сложные эфиры, монокарбоновые кислоты, амины, кетоны, а так же ароматических соединений: толуол, нитробензол, диметиланилин, трет-бутилфенол и др. на ССПС Purosep 200, Purosep 270, и их нитрованных и сульфированных производных в хроматографических системах ССПС-неполярный элюент. В качестве элюента были использованы смеси гексана с добавкой этилацетата, дихлорметана, метанола, изопропанола, н-бутанола, н-пентанола, уксусной кислоты, диоксана и др.

На основании полученных данных построены элюотропные ряды для различных классов соединений и сделан вывод, что Purosep 200, Purosep 270 содержат достаточное количество функциональных групп, которые могут вносить основной вклад в удерживание сорбатов как ароматической, так и алифатической природы.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА ДЛЯ ТФЭ ПРИ ГХ-МС АНАЛИЗЕ ПАУ В МОРСКИХ ГИДРОБИОНТАХ.

А.В. Сухоженко¹, О.Г. Ларионов²

¹ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии», Москва. utriv@mail.ru

²Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва.

Классические процедуры пробоподготовки при решении подобной задачи весьма трудоемки, поэтому увеличение экспрессности, эффективности, а так же минимизация трудозатрат весьма актуальны.

В данной работе, была исследована возможность применения сверхсшитых полистиролов Purosep 200, Purosep 270, а так же их нитрованных и сульфированных производных для ТФЭ ПАУ из гексановых экстрактов образцов гидробионтов для последующего ГХ-МС (ЭУ, Q) анализа. Для каждого сорбента была произведена оптимизация условий ТФЭ для достижения максимальной степени извлечения аналитов и, по возможности, максимальной очистки от возможных сопутствующих компонентов матрицы. После этого был сделан вывод о не целесообразности использования для поставленной задачи сульфированных Purosep 200, Purosep 270, а так же Purosep 270. С использованием нитрованных Purosep 200, Purosep 270, а также Purosep 200 и выбранной схемы пробоподготовки, методом ГХ-МС (SIM и SCAN) были проанализированы тридцать образцов морских гидробионтов: кальмаров, мидий, скатов, акул, морских гребешков и др. Наиболее успешные результаты, относительно степени извлечения аналитов и степени очистки, были получены на нитрованном Purosep 200.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ ПЕСТИЦИДОВ,
ОСНОВАННОЕ НА ЭЛЕМЕНТНОМ АНАЛИЗЕ И СОПОСТАВЛЕНИЕ
С ДРУГИМИ МЕТОДАМИ**

М.В. Федосеева, И.А. Ревельский, Е.Н. Капинус, А.И. Ревельский

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Москва

При производстве пестицидов и их закупках требуется контроль их качества (определение содержания основного компонента). Для определения степени чистоты пестицидов применяют методы дифференциальной сканирующей калориметрии, высокоэффективной жидкостной хроматографии, газовой хроматографии и другие, требующие использования специальных условий, для селективного определения активного компонента в каждом анализируем образце. Кроме того, эти методы анализа предполагают использование соответствующих образцов сравнения определяемых соединений, и их анализ обычно занимает достаточно много времени.

Актуальной задачей является разработка метода, обеспечивающего высокопроизводительный и высокоэффективный контроль качества пестицидов, основанный на экспрессном и универсальном определении содержания активного вещества.

Перспективен подход, позволяющий проводить быстрый и сравнительно недорогой анализ пестицидов на основе органического элементного анализа на содержание азота, так как большинство образцов пестицидов содержат азот в составе молекулы.

В связи с этим целью настоящей работы являлась разработка способа быстрого, недорогого и универсального определения содержания активного азотсодержащего компонента в различных пестицидах, основанного на элементном анализе.

Исследования проводились при использовании элементного анализатора "Dumatherm". Содержание активного компонента в исследуемых образцах составляло от 2 до 9 мг, а содержание азота в молекуле активного компонента – от 6.11% до 17.26%.

Показано, что погрешность определения содержания активного вещества составляла не более 0.85% отн. Проведено сопоставление результатов определения с данными, полученными методом ГХ, ВЭЖХ и ДСК.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВАХ – НОВЫЙ ПОДХОД, ОСНОВАННЫЙ НА СОЧЕТАНИИ КАПИЛЛЯРНОЙ ХРОМАДИСТИЛЛЯЦИИ И ХРОМАТОГРАФИИ

А.А. Жуховицкий, И.А. Ревельский, Д.А. Чепелянский, И.В. Гуляев,

А.И. Ревельский

Химический факультет МГУ, Москва, avmsu@mail.ru

Определение примесей в высокочистых органических веществах представляет наиболее сложную проблему в анализе сложных смесей при использовании даже наиболее эффективного хроматографического метода – капиллярной газовой хроматографии и ее сочетания с масс-спектрометрией с электронной ионизацией.

Состав (число и природа) примесей, как правило, заранее неизвестны, поэтому оптимизация условий разделения ведется вслепую – перебором колонок различной полярности, длины и диаметра. Концентрация примесей на порядки меньше, чем основного компонента, поэтому ввод пробы на колонку, позволяющей реализовать максимальную эффективность колонки, невозможен в связи с вводом на колонку примесей в количествах, не позволяющих зарегистрировать примеси даже в том случае, если бы они были отделены от основного компонента. При вводе же пробы порядка 1 мкл возможности отделения примесей, близких по свойствам к основному компоненту, резко уменьшаются.

Актуальным является увеличение селективности определения примесей по сравнению с основным компонентом при их регистрации универсальным детектором (ПВД, либо масс-спектрометрическим в режиме регистрации полного ионного тока).

Задача может быть решена, как показало проведенное нами исследование, при сочетании off-line капиллярной хроматодистилляции и капиллярной газовой хроматографии.

При использовании в качестве модельного вещества образца стандарта n-додекана ($C_{12}H_{26}$) для газовой хроматографии показана возможность увеличения селективности регистрации примесей по сравнению с основным компонентом (додеканом) более чем в 10 раз и зарегистрировать примеси, коэлируемые из хроматографической колонки одним пиком.

АНАЛИЗ ТЕХНИЧЕСКОГО ОКСИМА ДИКАМБЫ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Л.Н.Шарифьянова, Л.Н.Коломиец, О.Г.Ларионов

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН

Оксим дикамбы (N-циклогексил –о- (2-метокси-3,6-дихлорбензоил)-оксим предложен в качестве гербицида для борьбы с многолетними двудольными сорняками.

Для аналитического контроля технологического процесса синтеза возникла необходимость разработки методики анализа. Работу проводили на жидкостном хроматографе модели 330 (фирма Бекман, США) с ультрафиолетовым детектором при длине волны 220 нм. Колонка (25x0,46 см) заполнена партисил ODS с размерами частиц 5 мкм. Для защиты аналитической колонки от загрязнения между дозатором и колонкой устанавливают предколонку, заполненную тем же сорбентом. В результате проведенных исследований в качестве подвижной фазы выбрана смесь ацетонитрила, метанола и воды в объемном соотношении 59:9,2631,8 с добавлением двух капель орто-фосфорной кислоты на 1 л элюента. Анализ проводят при комнатной температуре при скорости элюента 0,7 мл/мин, чувствительности детектора 0,2 опт.единиц при 10 мв шкалы самописца. Эти условия позволяют проводить анализ 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты, который является исходным сырьем синтеза оксима дикамбы.

Количественный расчет хроматограмм проводят методом нормирования площадей пиков или методом внутреннего стандарта. Внутренний стандарт – N-4-метил-3-хлорфенилпропиоанилид.

Предлагаемая методика использована при отработке технологии синтеза дикамбы и предложена для определения действующего начала в препарате вигокс.

**ВЭЖХ ЛИПИДОВ С УНИКАЛЬНЫМ МЕТАБОЛИЗМОМ:
ТРИГЛИЦЕРИДЫ С РАДИКАЛАМИ МАСЛЯНОЙ И УКСУСНОЙ
КИСЛОТ**

А.В. Туртыгин, В.И. Дейнека, Л.А. Дейнека

ГОУ ВПО Белгородский государственный университет, г. Белгород

Триглицериды (ТГ), содержащие радикалы средне- и короткоцепочечных жирных кислот, из желудочно-кишечного тракта без изменения поступают в портальную венозную систему, в то время как обычные длинноцепочечные ТГ транспортируются лимфатической системой. Пациентов с недоеданием или с синдромом мальабсорбции лечат среднецепочечными жирами, т.к. они не требуют энергии для поглощения и утилизации организмом. Если к этому добавить существующее мнение о том, что триглицериды с масляной кислотой особенно важны в частности для предотвращения онкологических заболеваний, то понятно, почему в последнее время развиваются технологии переэтерификации традиционных растительных масел с добавлением в реакционную среду короткоцепочечных кислот.

В работе исследовано хроматографическое поведение таких необычных ТГ в условиях метода обращенно-фазовой ВЭЖХ для контроля состава соответствующих реакционных смесей. Исследована применимость инкрементного подхода, и установлены особенности применения метода относительного анализа удерживания для индексации удерживания и предсказания состава. Метод применен для исследования жирнокислотного состава масел семян некоторых растений семейства бересклетовые, уникальных присутствием в основной части триглицеридного состава радикалов уксусной кислоты. Расчетные данные подтверждены прямым исследованием кислот после омыления масла и его отдельных фракций.

ВЭЖХ КАРОТИНОИДОВ: КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ

И.А. Гостищев, Л.А. Дейнека, М.Ю. Третьяков, В.И. Дейнека

ГОУ ВПО Белгородский государственный университет, г. Белгород

В последнее время серии исследований показали, что не только β -каротин и другие каротиноиды, обладающие провитаминной (А) активностью важны для нормального развития и профилактики заболеваний человека. К числу таких соединений относятся и ксантофиллы, такие как лютеин и зеаксантин, астаксантин и капсантин и ликопин, как представитель каротинов, также не обладающий провитаминной активностью.

Нехватка этих природных соединений в современной диете человека может быть компенсирована введением в рацион так называемых функциональных продуктов, обогащенных различными биологически активными веществами, к числу которых относятся и каротиноиды. Поскольку по экспериментальным данным высокой биодоступностью обладают липидные композиции каротиноидов, то наиболее перспективными являются с одной стороны опосредованные технологии (например, в птицеводстве увеличение путем специальных подкормок уровня накопления лютеина и зеаксантина в желтке куриных яиц). С другой стороны более короткий путь - восполнение нехватки каротиноидов с употреблением растительных масел, направленно обогащенных каротиноидами. Оба варианта являются объектами наших исследований, а для их сопровождения нами разработаны методы аналитического контроля каротиноидов в соответствующих функциональных продуктах с использованием комбинации спектрофотометрического и хроматографических методов: нормально-фазовой и обращенно-фазовой ВЭЖХ.

КОМПОЗИЦИОННЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ДИНАМИЧЕСКОГО ТВЕРДОФАЗНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АНТОЦИАНОВ

А.Н. Чулков, Л.А. Дейнека, В.И. Дейнека

ГОУ ВПО Белгородский государственный университет, г. Белгород

Серией исследований было показано, что природные слоистые материалы – глины монтмориллонитового типа, обладают необычайно высоким сродством к антоцианам, - веществам, рассматриваемым в качестве заменителей синтетических красителей для медицинской и пищевой промышленности. Существенным недостатком глин является их высокая дисперсность, что предполагает использование глин только в технологиях, включающих отделение сорбатов с сорбированными веществами от жидкой фазы центрифугированием, в то время как новые хроматографические технологии («simulated moving bed») потенциально способны реализовать непрерывные процессы. Использование композиционных органо-минеральных (с глинами в качестве последних) сорбентов хорошо известно, а нами разработана технология получения композиционных сорбентов, синтезированных из природных глин различных месторождений и неорганической матрицы, основанной на силикагеле.

Исследования полученных сорбентов в условиях динамической сорбции антоцианов из подкисленных водных экстрактов в сравнении с наиболее эффективными из известными обращенно-фазовыми сорбентами показало сопоставимость их сорбционной емкости при несопоставимой стоимости и простоте синтеза. Показано, что, как и в случае обращенно-фазовых сорбентов, добавки органических растворителей резко снижают сорбционную активность сорбентов, что позволяет проводить дешевую и эффективную очистку природных антоцианов не только от сопутствующих экстрактивных веществ но и от спор грибков.

ПРИМЕНЕНИЕ ХРОМАТОГРАФИИ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

Л.В. Рудакова. О.Б. Рудаков** Григорьев А.М.**

** Воронежская государственная медицинская академия*

*** Воронежский государственный архитектурно-строительный
университет, 394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, д.84.*

E-mail: robi@vmail.ru

Проведен наукометрический анализ фармакопей: Международной, Европейской, Американской, Фармакопеи Великобритании, Украины и России. Оценен уровень востребованности хроматографических методов в фармацевтическом анализе. Доля хроматографических методик, приводимых в фармакопеях, имеет следующее распределение: в Международной фармакопее она составляет 23%; в Европейской и Украинской – 29%; в Фармакопее США – 30%; в Фармакопее Великобритании – 38%. Самый низкий уровень востребованности хроматографии оказался в отечественном фарманализе. В Фармакопее РФ XII издания только 19% методик хроматографические. Среди хроматографических методов чаще всего применяют ТСХ и ВЭЖХ (см. табл.).

Метод	Фарм-я США	Фарм-я Велико- британии	Европейская Фарм-я	Международная Фарм-я	Фарм-я России
ТСХ	30,3%	46,3%	65,8%	92,0%	46,8%
ВЭЖХ	54,5%	40,9%	27,7%	3,4%	51,9%
ГЖХ	13,7%	11,2%	6,5%	3,4%	1,3%

Отмечена консервативность во внедрении в фарманализ таких методов как МС-ГЖХ и МС-ВЭЖХ, Мало востребованными пока остаются также приемы хемометрики и использование обобщенных показателей в оценке подлинности и качества фармацевтической продукции.

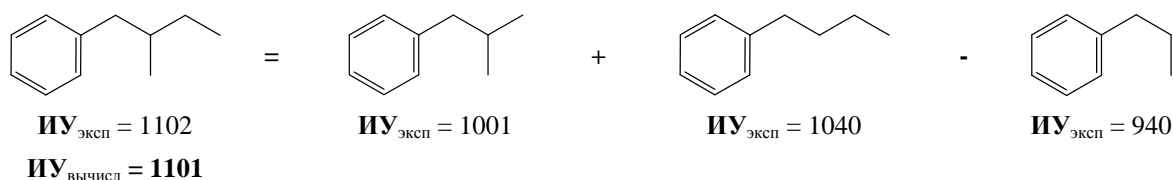
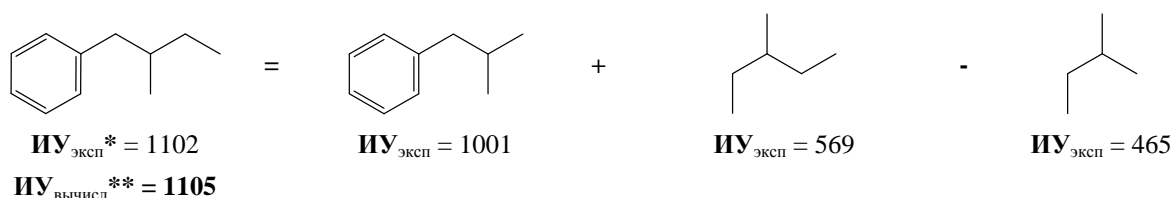
УСТАНОВЛЕНИЕ СТРУКТУРЫ ИЗОМЕРНЫХ АЛКИЛАРЕНОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АДДИТИВНЫХ МЕТОДОВ РАСЧЕТА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИНДЕКСОВ УДЕРЖИВАНИЯ

Уколов А.И., Зенкевич И.Г.

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет;
Санкт-Петербург; UkolovAnton01@rambler.ru

Установление структуры изомерных продуктов алкилирования ароматических соединений является одним из примеров задач, в которых масс-спектральные сведения оказываются малоинформативными. Использование аддитивных методов расчета газохроматографических индексов удерживания (**ИУ**) позволяет с достаточной степенью точности определять состав реакционных смесей.

Ниже приведены схемы расчета **ИУ** 2-метилбутилбензола. Учет структурных особенностей углеродного скелета алкильного заместителя производится комбинированием структур соответствующих алканов или алкиларенов. Со значениями их **ИУ** при этом производят простейшие арифметические действия:



* - **ИУ** зарегистрированный в базе данных NIST/EPA/NIH

** - **ИУ** вычисленный с помощью аддитивной схемы расчета

Расчитанное среднее отклонение вычисленных значений **ИУ** от экспериментальных составляет 11 ед. инд., что сравнимо с межлабораторной воспроизводимостью **ИУ**.

МОДИФИКАЦИЯ МЕТОДА СТАНДАРТНОЙ ДОБАВКИ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНАЛИТОВ В СЛОЖНЫХ МАТРИЦАХ

Т.Е. Морозова, И.Г. Зенкевич

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет;
Университетский пр., 26, С.-Петербург 198504;

E-mail: t-morozova07@yandex.ru

В таком методе количественного газохроматографического анализа, как метод однократной стандартной добавки содержание целевого компонента рассчитывают по формуле:

$$M_x = m_{\text{доб}} / (P_2 / P_1 - 1), \quad (1)$$

где M_x – масса определяемого компонента, $m_{\text{доб}}$ – масса стандартной добавки, P_1 и P_2 – площади пиков определяемого компонента до и после добавки соответственно.

Известна модификация этого метода, заключающаяся в последовательном добавлении стандарта в образец (метод последовательных стандартных добавок), для которого:

$$M_{xi} = \Sigma m_{\text{доб}/i} / (P_i / P_1 - 1), \quad (2)$$

где M_x – масса определяемого компонента, $\Sigma m_{\text{доб}/i}$ – сумма масс стандартных добавок, P_1 и P_i – площади пиков определяемого компонента до и после i -й добавки соответственно.

Такое дублирование определений позволяет экстраполировать результаты на «нулевую» стандартную добавку ($M_x = b$) по уравнению линейной регрессии:

$$M_{xi} = a \Sigma m_{\text{доб}/i} + b, \quad (3)$$

Целесообразность подобного варианта проверена на модельных образцах, содержащих сложные матрицы, обладающих сорбционными свойствами.

ПРИМЕНЕНИЕ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ В СИНТЕЗЕ МОС

Шашкин Д.В.^а, Гуцин А.В.^а, Верховых Р.А.^а, Рыкалин В.И.^б

^а Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
(г. Н. Новгород),

^б ГНЦ Институт физики высоких энергий (г. Протвино, Московская область)

При синтезе органических производных сурьмы и висмута необходимым условием качественного проведения процесса является использование достаточно сухих растворителей. Присутствие воды в органических растворителях приводит к невозможности получения реактива Гриньяра, используемого в синтезах, вследствие его легкой гидролизуемости. Поэтому контроль содержания воды в исходных растворителях является важной задачей.

Метод Фишера - наиболее распространенный метод определения малых количеств воды. Сущность метода заключается во взаимодействии йода с сернистым ангидридом в присутствии воды с образованием йодистоводородной и серной кислоты в среде метанола и пиридина. Точка эквивалентности определяется по изменению цвета индикатора или потенциометрически. Главные недостатки метода – невозможность длительного хранения реактива Фишера в готовом состоянии, а также его высокая стоимость. Поэтому для определения содержания воды в растворителях нами выбран более дешевый метод газо-жидкостной хроматографии.

Анализ проводился на хроматографе ЛХМ-80 с детектором по теплопроводности, колонка 2000×3 мм, газ-носитель – гелий, неподвижная фаза Полисорб-1. Результаты исследований по определению содержания воды приведены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты эксперимента.

Растворитель	Метод осушки	Температура колонки, °С	Содержание воды, %
Диэтиловый эфир	Выдерживание над натриевой проволокой	130	0.01
	Перегонка над CaH ₂	130	0.02
Тetraгидрофуран	Выдерживание над натриевой проволокой	130	0.02
Смесь ТГФ с бензолом (2:1 по объему)	Выдерживание над CaCl ₂ и перегонка над P ₂ O ₅	150	<0.1

СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИНДЕКСОВ УДЕРЖИВАНИЯ

Е.С. Ивлева, И.Г. Зенкевич

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет;
Университетский пр., 26, С.-Петербург 198504; E-mail: Lenaivleva07@mail.ru

Классический способ расчета индексов удерживания (ИУ) предполагает регистрацию времен, соответствующих максимумам хроматографических пиков. В условиях перегрузки колонок или при нелинейности изотерм сорбции аналитов наблюдаются существенные искажения формы пиков, однако профили и положения их начальных участков остаются практически неизменными. Вычисление ИУ по максимумам хроматографических пиков осложняется их зависимостью от соотношения количеств аналитов и реперных компонентов [1]. Для получения более воспроизводимых значений ИУ их рекомендуется вычислять по передним фронтам хроматографических пиков в точках, соответствующих одинаковым интенсивностям сигналов.

Таблица. Воспроизводимость ИУ нитробензола, вычисленных по максимумам хроматографических пиков [$RI_{(max)}$] и по их переднему фронту

$RI_{(max)}$	RI (8 мВ)	RI (4 мВ)	RI (2 мВ)
1051.6	-	1081.1	1076.4
1084.2	1086.5	1078.8	1075.2
1096.4	1092.6	1082.5	1077.7
1111.4	1090.4	1081.7	1077.2
1109.6	-	1082.6	1076.7
1118.3	-	1081.5	1074.2
1132.9	1085.0	1077.8	1077.3
1126.2	-	1081.5	1077.1
1143.4	-	1079.8	1076.4
Средние значения ИУ			
1108 ± 28	1088 ± 3.5	1080.8 ± 1.7	1076.5 ± 1.1

В таблице приведены ИУ нитробензола на насадочной колонке с SE-30. Видно, что уменьшение уровня регистрации сигнала приводит к повышению воспроизводимости ИУ (s_{RI} уменьшаются с 28 до 1.1 ед. инд.) и уменьшению их абсолютных величин.

Литература:

[1] И.Г. Зенкевич, Е.С. Ивлева. Журн. аналит. химии. 2010. В печати

ОПТИМИЗАЦИЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ПО СОСТАВУ ПОДВИЖНОЙ ФАЗЫ

Н. А. Эльтекова, Ю. А. Эльтеков

Учреждение Российской Академии Наук Институт физической химии и электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН, Москва

E-mail: ninel-elt@yandex.ru

В жидкостной хроматографии, в отличие от газовой хроматографии, оптимизация процессов разделения осуществляется, как правило, путем подбора состава и химической природы подвижной фазы. Существенное влияние на эффективность разделения в жидкостной хроматографии оказывают также величины удерживаемых объемов и коэффициентов удерживания органических соединений. Для описания зависимости удерживания молекул органических соединений в хроматографических колонках, упакованных углеродным сорбентом - Гиперкарбом и модифицированным кремнеземом - Сепароном CN, от состава бинарной подвижной фазы использовано уравнение изотермы обратимой квазихимической реакции [1]. Из экспериментально измеренных времен удерживания молекул органических соединений определены коэффициенты предложенного уравнения, отражающие характер обмена в хроматографической системе и позволяющие оптимизировать процесс разделения по составу бинарной подвижной фазы.

Обсуждены причины различий рассчитанных по этому уравнению параметров (коэффициентов удерживания, коэффициентов распределения и констант Генри) при изменении состава бинарной подвижной фазы и в зависимости от химического строения адсорбируемых молекул органических соединений и природы сорбента.

1. Н. А. Эльтекова, Ю. А. Эльтеков, Ж. физ. химии 2000, Т. 74, С. 1468.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИХЛОРОПРЕНОВОГО КАУЧУКА С НАПОЛНИТЕЛЕМ

М. А. Сухова, Н. А. Эльтекова, Ю. А. Эльтеков

Учреждение Российской Академии Наук Институт физической химии и
электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН, Москва

E-mail: ninel-elt@yandex.ru

Жидкостная хроматография является эффективным аналитическим методом в органической химии высокомолекулярных соединений и полимеров. Синтетический хлорсодержащий каучук-хлоропрен (ХП) обладает важными свойствами - термо- и химической стойкостью. Резиновые изделия на основе отечественного ХП-наирита и наполнителей типа сажи и оксидов, нашли широкое применение в разных отраслях машиностроения.

В данной работе приведены результаты хроматографического и адсорбционного изучения молекулярно-массового распределения (ММР) шести образцов ХП, полученных меркаптановой полимеризацией. Исследовано также изменение ММР ХП при взаимодействии с высокодисперсными наполнителями - канальной сажой ДГ-100 и пористыми кремнеземными сорбентами с преимущественными диаметрами пор от 2 до 160 нм и удельной поверхностью от 20 до 720 м²/г.

Для всех шести образцов ХП были определены значения характеристической вязкости в растворе толуола при 293К. Анализ кинетики взаимодействия ХП с частицами углеродного наполнителя ДГ-100 и пористого кремнезема в течение 36 час показал, что при взаимодействии образца ХП МС-10 с сажой ДГ-100 при 333К изменение в ММР происходит только в первые 60 мин. Проведено сопоставление ММР ХП, полученных из хроматографических и адсорбционных данных, и обнаружено характерное для изученных образцов ХП бимодальное ММР.

**ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОГЕСТЕРОНА
В ПОДВИЖНЫХ ФАЗАХ
НА ОСНОВЕ ОРГАНИЗОВАННЫХ НАНОСИСТЕМ**

Е.Г. Сумина¹, О.Н. Сорокина², Е.В. Белая¹, В.З. Атаян¹

¹Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского,

²Саратовский государственный аграрный университет им. Н.И. Вавилова,
г. Саратов

Методами колоночной и планарной жидкостной хроматографии проведено определение женского полового гормона – прогестерона в лекарственных препаратах в подвижных фазах, содержащих мицеллы поверхностно-активных веществ (ПАВ) и молекулы-рецепторы. В качестве мицеллярных подвижных фаз (МПФ) апробированы водные растворы анионных, катионных и неионных ПАВ. В качестве молекул-рецепторов использовали β -циклодекстрин и 2-гидроксипропил- β -циклодекстрин. В варианте тонкослойной хроматографии (ТСХ) неподвижными фазами служили полярные, слабополярные и неполярные сорбенты. В варианте высокоэффективной хроматографии (ВЭЖХ) использовали колонки с неполярным сорбентом. Установлено, что как в обращенно-фазовой ТСХ, так и в ВЭЖХ из всех исследуемых систем оптимальными подвижными фазами являются мицеллярные растворы ДДС, характеризующиеся наибольшей хроматографической эффективностью по сравнению с водно-ацетонитрильными и водно-изопропильными ПФ, а также элюентами, содержащими ЦД. Найдено, что при хроматографировании в МПФ число теоретических тарелок возрастает в 4-6 раз, соответствующим образом уменьшаются значения ВЭТТ. Разработаны ТСХ- и ВЭЖХ-методики определения прогестерона в лекарственных препаратах: суспензии “Депровера” и таблетках “Дюфастон”.

Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ, заявка № 08-03-00725.

**ПРИМЕНЕНИЕ МИЦЕЛЛЯРНЫХ ПОДВИЖНЫХ ФАЗ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ
КОРТИКОСТЕРОИДНЫХ ГОРМОНОВ
МЕТОДАМИ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Е.Г. Сумина¹, О.Н. Сорокина², Д.О. Афонина¹, В.З. Атаян¹

¹Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского,

²Саратовский государственный аграрный университет им. Н.И. Вавилова,
Саратов

Методами тонкослойной (ТСХ) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) изучены хроматографические свойства кортикостероидных гормонов преднизолона, дексаметазона и гидрокортизона в водных подвижных фазах (ПФ), содержащих мицеллы анионных, катионных и неионных поверхностно-активных веществ (ПАВ) в отсутствие и присутствии органических модификаторов и сильного электролита. На основании варьирования природы неподвижной фазы (НФ) и состава ПФ в ТСХ и ВЭЖХ выбраны оптимальные хроматографические системы и условия их применения в ЖХ кортикостероидных гормонов (КСГ).

Установлено, что из МПФ наилучшей является система додецилсульфат натрия – КС1 – Н₂О в соотношении компонентов (40:10:50) в обращено-фазовом варианте ТСХ и ВЭЖХ. По сравнению с водно-ацетонитрильной ПФ значения числа теоретических тарелок возрастают в 2-6 раз, значения ΔR_f между зоной основного вещества и примесей увеличивается в 1.5-2 раза.

На основании полученных данных разработаны методики определения чистоты синтетических КСГ в фармацевтических препаратах методами планарной и колоночной ЖХ.

Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ, заявка № 08-03-00725.

ПРИМЕНЕНИЕ ХРОМАТО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОГО МЕТОДА ДЛЯ РЕШЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЗАДАЧ

А.С. Кушакова, И.Г. Зенкевич

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет;
Университетский пр., 26, С-Петербург 198504; E-mail: saby1@yandex.ru

Хромато-распределительный метод основан на распределении аналитов в гетерофазных системах органических растворителей и последующем газохроматографическом анализе каждого из слоев. Это позволяет характеризовать аналиты одновременно индексами удерживания (RI) и коэффициентами распределения (K_p), а также дифференциальными параметрами j , являющимися инвариантами гомологических рядов [1]:

$$j = a \cdot \text{RI} - \lg K_p, \quad (1)$$

где коэффициент a характеризует селективность системы к различным рядам. Метод позволяет:

1. Выявлять изомеры в сложных смесях веществ. Для изомеров значение $K_p \approx \text{const}$, для гомологов $K_p \neq \text{const}$; $j \approx \text{const}$;
2. Однозначно идентифицировать компоненты сложных смесей, при условии, что состав подобных смесей уже был охарактеризован ранее;
3. Выявлять конгенеры, отличающиеся на определенные фрагменты состава молекул (X), и определять количество этих фрагментов (иллюстрировано примерами $X = \text{C1}$ и $X = \text{двойная связь C=C}$).

1. И.Г.Зенкевич, А.В.Васильев. Журн. аналит. химии. 1993. Т. 48, вып. 3, С.473-486.

**СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННОГО
МИЦЕЛЛЯРНЫМИ НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА ПОРИСТОГО
ПОЛИМЕРА DOWEX L-285**

В.Ю. Гуськов¹, А.А. Ревина², Ф.Х. Кудашева¹, Д.А. Сухарева¹

¹ Башкирский государственный университет, г. Уфа

² Учреждение Российской академии наук Институт физической химии и электрохимии им. Фрумкина РАН, г. Москва

В настоящей работе изучено влияние модифицирования мицеллярными наночастицами серебра на сорбционные свойства пористого полимера Dowex L-285. Исследования проводились на хроматографе «Хром-5» с пламенно-ионизационным детектором. В качестве сорбатов были выбраны органические вещества различной природы.

Показано, что в результате модифицирования удельные удерживаемые объёмы (V_g) становятся независимыми от величины вводимой пробы, в отличие от немодифицированного образца. Это свидетельствует о большей энергетической однородности модифицированного образца. Установлено, что модифицирование приводит к снижению V_g у лёгких, полярных молекул, в то время как для неполярных молекул наблюдался рост удерживаемых объёмов.

В результате исследования показано, что модификация приводит к снижению способности поверхности к специфическим взаимодействиям, а модифицированный полимер становится более неполярным, не снижая при этом своей сорбционной активности. Можно утверждать, что модифицирование наночастицами также снижает вклад абсорбции. Полученные результаты позволяют предложить данный образец в качестве более эффективного сорбента для нужд микроцентрирования.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**1,1- ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

М.В. Хмелева, Н.Е. Тюлина, В.Ф. Занозина, Е.Н. Каратаев.

Научно-исследовательский институт химии Нижегородского
государственного университета им. Н.И. Лобачевского
г. Нижний Новгород

1,1-диметилгидразин (НДМГ) – вещество 1-го класса токсической опасности широко используется в синтезе производных органических веществ и является одним из основных компонентов ракетных топлив. После заправки ракет топливом необходима очистка средств измерения (СИ), мановакуумметров, от остатков НДМГ. Последнее обусловлено требованиями обеспечивающими возможность повторного использования СИ в технологических процессах. В качестве средств применяемых для очистки применяются органические растворители, в частности этиловый спирт.

Содержание НДМГ в этиловом спирте, после использования в средствах измерения, контролировался газохроматографическим методом. Анализ проводился на хроматографе «Цвет-800» с термоионным детектором, со стеклянной колонкой длиной 2 м, наполненной Хроматоном N-AW-HMDS предварительно обработанным 5 % спиртовым раствором КОН и с нанесенным на него 15 % Карбоваксом 20М.

На анализ отбирался 1 см³ этилового спирта, который помещали в герметичные флаконы со щелочью (КОН) и затем добавляли 1 см³ 1,5 % раствора H₂SO₄ и выдерживали в течение 15 мин при 80°C. Для хроматографического анализа из флакона отбирали 1 см³ газовой фазы.

Диапазон измерения составляет от 0,00001 мг/см³ – 0,5 мг/см³.

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА И ПРОДУКТОВ ЕГО
ОКИСЛЕНИЯ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.**

Н.Е. Тюлина, М.В. Николаева, М.В. Хмелева, В.Ф. Занозина

Научно-исследовательский институт химии Нижегородского
госуниверситета им. Н.И. Лобачевского
г. Нижний Новгород

В связи с проводящимся в последние годы сокращением стратегических наступательных вооружений стала весьма актуальной проблема утилизации ракетного топлива, при этом не исключается вероятность загрязнения окружающей среды. Несимметричный диметилгидразин (НДМГ) относится к веществам I класса токсической опасности и потому необходим контроль за качеством воздушной среды, где проводятся работы с НДМГ.

Разработана методика одновременного определения НДМГ и продуктов его трансформации в атмосферном воздухе.

Отбор проб воздуха осуществлялся на сорбционные трубки СТ 212, наполненные хемосорбентом – серной кислотой. Абсорбированные вещества в виде сульфатов аминов извлекались дистиллированной водой. После специальной обработки водного раствора из газовой фазы бралась проба на анализ. Анализ проводили на газовом хроматографе «Цвет-800», снабженным термоионным детектором. Разделение газовой смеси осуществлялось в стеклянной колонке. В качестве сорбента использовали Хроматон N-AW- HMDS, обработанный спиртовым раствором КОН и нанесенным на него 15 % Карбовакса 20 М.

Данная методика успешно применяется при определении указанных веществ в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ γ -ЛЮИЗИТА И
ТЕТРАХЛОРВИНИЛДИАРСИНА В ГРУНТЕ КОМБИНАЦИЕЙ
ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДОВ**

Швецов С.М., Каратаев Е.Н., Занозина В.Ф.,

Научно-исследовательский институт химии ННГУ им. Н.И. Лобачевского
(г. Нижний Новгород)

При изучении грунта на территории бывшего производства люизита, были обнаружены значительные загрязнения его γ -люизитом и тетрахлорвинилдиарсином (ТХВДА). Методик по их определению в настоящее время нет.

Из-за отсутствия государственных стандартных образцов определяемых компонентов в химически чистом состоянии, прямое количественное определение их невозможно.

Предложен способ определения γ -люизита и ТХВДА в грунте комбинацией хроматографического и фотометрического методов.

Оба компонента извлекали из пробы грунта путем экстракции хлороформом.

Газохроматографическим методом определяли относительное содержание компонентов друг относительно друга по соотношению площадей пиков обоих компонентов на хроматограмме, приведенных к площади пика внутреннего стандарта, в качестве которого использовали декан.

Суммарное содержание γ -люизита и ТХВДА определяли фотометрическим методом по мышьяку. Хлороформный экстракт обрабатывали раствором едкого натра и измеряли содержание мышьяка в щелочном рэкстракте.

Сочетанием результатов двух методов анализа, устанавливали раздельное содержание в грунте γ -люизита и ТХВДА.

**ХРОМАТОГРАФИЯ И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ПРОДУКТОВ
ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И
НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА**

И. С. Пыцкий, А. К. Буряк

Учреждение Российской академии наук

**Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,
Москва**

Запуски ракетно-космической техники отражаются на экологической обстановке в областях прилегающих к местам падения отделяемых частей ракетносителей. Поверхности, контактирующие несимметричным диметилгидразином (горючее), при взаимодействии с воздухом подвергаются интенсивной коррозии за счёт образования продуктов трансформации. В первую очередь это амины, такие как метиламин, диметиламин, нитрозоамин. Поверхность конструкционных материалов (КМ) АМг-6 и Ад-0, из которых производятся топливные баки, покрыта слоем оксида и похожа на пластину для ТСХ. Образец подходящего размера был использован для проведения разделения методом ТСХ. Исследованы продукты коррозии, образовавшиеся на поверхности при контакте с воздухом. Идентификация разделённых ТСХ продуктов проведена методом SALDI (surface-assisted laser desorption/ionization) на масс-спектрометре Bruker Daltonics Ultraflex II. Ионизация проводилась непосредственно в ионном источнике с реальных поверхностей КМ.

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ И МОЛЕКУЛЯРНО-СТАТИСТИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ АДсорбЦИИ АМИНОКИСЛОТ НА ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ

Кузнецова Е.С., Ульянов А.В., Буряк А.К.

Учреждение Российской Академии Наук Институт физической химии
и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, 119991 Москва, Ленинский пр., 31,
корп. 4. e-mail:eskuznetsova8@yandex.ru

При анализе аминокислот в биологических объектах, сложных смесях и определении последовательности пептидов в белках во многих случаях необходима информация о характеристиках удерживания свободных аминокислот. Молекулярно-статистический метод расчета термодинамических характеристик адсорбции (ТХА) веществ для молекул разных классов на поверхности модельного углеродного сорбента – графитированной термической сажи (ГТС) представляет фактически единственно надежный подход для теоретического определения ТХА свободных аминокислот. Проведен расчет ТХА для ароматических (фенилаланин, тирозин), гетероциклических аминокислот (триптофан) и ассоциатов ароматических аминокислот с уксусной, трифторуксусной и пентафторуксусной кислотами. Константы Генри и теплоты адсорбции аминокислот и их ассоциатов возрастают с увеличением молекулярного веса этих соединений.

Сопоставлены имеющиеся в литературе экспериментальные результаты, полученные методом ОФ ВЭЖХ на сорбенте Гиперкарб, и рассчитанные молекулярно-статистическим методом ТХА для протеиногенных аминокислот на ГТС. Корректность такого сопоставления обусловлена близостью химии поверхности ГТС и Гиперкарба. Наблюдается удовлетворительная корреляция, с коэффициентом 0.95 - 0.98, в зависимости от количества рассмотренных аминокислот, между экспериментальными и расчетными значениями.

**ФРОНТАЛЬНЫЙ, ИМПУЛЬСНЫЙ И ЦИРКУЛЯЦИОННЫЙ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТЕРМ
АДСОРБЦИИ**

А. Ю. Эльтеков, А. К. Буряк

Учреждение Российской Академии Наук Институт физической химии и электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН, Москва

Более 30 лет назад на I-ой Всесоюзной конференции по жидкостной хроматографии (Дзержинск 1979г.) были продемонстрированы возможности ЖХ при решении задач физико-химических исследований, в частности, для изучения межмолекулярных взаимодействий. Большой вклад в постановку и решение этих задач были внесены научной школой А.В.Киселева.

В данной работе тремя разными вариантами ЖХ (фронтальная, циркуляционная и импульсная) были получены параметры удерживания ПАВ на колонке с мезопористым сорбентом СБА-15. Элюентом служила деионированная дистиллированная вода. По данным ЖХ были рассчитаны константы межмолекулярных взаимодействия в системе ПАВ-сорбент, коэффициенты распределения молекул ПАВ между подвижной и адсорбционной фазами и изотермы адсорбции ПАВ мезопористым сорбентом СБА-15 при двух температурах. Эти данные были дополнены молекулярно-статистическими расчетами для прогнозирования термодинамических характеристик взаимодействия в системе модельная молекула ПАВ-твердое тело.

Анализ полученных результатов показал, что использованные варианты ЖХ позволяют с достаточной точностью рассчитывать изотермы адсорбции и константы взаимодействия в изученных коллоидных системах.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РАСТИТЕЛЬНЫХ ЭКСТРАКТОВ И ЛЕКАРСТВЕННЫХ ФОРМ, СОДЕРЖАЩИХ СТИЛЬБЕНОИДЫ

П.Н.Колотилов, К.Е.Полунин, И.А.Полунина., А.В. Ларин

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН,
Москва, larin@phychе.ac.ru

Хроматографический метод анализа имеет огромные перспективы использования в решении задачи контроля качества косметической, фармацевтической и пищевой продукции. Растительные стильбеноиды, обладающие сильными антиоксидантными, гепатопротекторными и противовирусными свойствами, часто используются в качестве биологически активной основы такой продукции. Малая доступность и высокая цена стильбеноидов приводит к появлению фальсифицированных БАДов, например, препарата «Максар» – сухого экстракта из древесины *Маакии амурской*. Анализ качества спиртовых экстрактов препарата «Максар» на содержание резвератрола, пицеатаннола, рапонтигенина и других гидроксид-, метоксипроизводных стильбена может быть значительно упрощен путем использования массива данных о хроматографических свойствах стильбеноидов, полученных в [1]. Ускорить проведение препаративного разделения экстрактов из древесины *Маакии амурской* позволяет использование корреляции между параметрами хроматографического удерживания стильбеноидов, полученными методами ТСХ и НФ ВЭЖХ: $1/R_f = 0.06 + 1.44V_{rm}$. (V_{rm} - удельный удерживаемый объем). Анализ экстрактов проводился на пластинках Silica gel 60 F₂₅₄ (Merck) и на хроматографе «Милихром 1А» (Силасорб–600) в изократическом режиме элюирования (смесь этилацетата и *n*-гексана (1:1)).

Работа поддержана грантами РФФИ 08-08-00845 и 09-08-01231.

1. Колотилов П.Н., Полунин К.Е., Ларин А.В. и др. Физикохимия поверхности и защита материалов. 2010. Т.46. №1. С.60.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЭСТРОГЕННЫХ ГОРМОНОВ СО СТРУКТУРОЙ СТИЛЬБЕНА

П.Н.Колотилов, К.Е.Полунин, И.А.Полунина И.А., А.В. Ларин

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н.Фрумкина РАН,
Москва, polunina@phyche.ac.ru

В состав многих лекарственных препаратов, используемых в гормонозаместительной терапии, входят соединения со структурой стильбена, обладающие гормональной активностью, но не являющиеся стероидными гормонами. Это хорошо известные препараты синэстрол, диэтилстильбэстрол, димэстрол, октэстрол и фолликулин. Наиболее селективными при определении микроколичеств этих соединений в биологических жидкостях и экстрактах являются хроматографические методы анализа. В [1] показано, что в случае отсутствия стандартного вещества (например, диэтилстильбэстрола) в смеси стандартов гормонов можно идентифицировать наличие нестероидных гормонов в исследуемом образце методом НФ ВЭЖХ, используя коэффициенты уравнения Снайдера для созданного массива данных, задавая параметры хроматографической системы. Метод ВЭЖХ удобно использовать также для оценки гидрофобных свойств этих биологически активных соединений. Измеренная методом ВЭЖХ константа Генри является не только мерой хроматографического удерживания стильбенсодержащих гормонов, но позволяет описать их поведение в биологических системах, а также моделировать некоторые процессы, лежащие в основе функционирования биологических структур, например, взаимодействие лекарственных препаратов с липидными клеточными мембранами.

Работа поддержана грантами РФФИ 08-08-00845 и 09-08-01231.

1. Колотилов П.Н., Полунин К.Е., Ларин А.В. и др. Коллоидный журн. 2010 (в печати).

**ВЭЖХ В ТЕХНИКО-КРИМИНАЛИСТИЧЕСКОЙ
ЭКСПЕРТИЗЕ ДОКУМЕНТОВ.**

**УСТАНОВЛЕНИЕ ДАВНОСТИ ВЫПОЛНЕНИЯ ДОКУМЕНТА
НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЧЕРНИЛ**

К.В. Пономарев, О.Г. Ларионов

Учреждение Российской академии наук Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, г. Москва, E-mail: pokival@gmail.com

В настоящее время перед экспертами-криминалистами всё чаще ставится задача определения возраста документа. Для решения этой проблемы в большинстве случаев используются различные способы, в том числе и хроматографические (ВЭЖХ, ТСХ и др.).

Целью данной работы было исследование химического состава чернил и изучение процесса их старения для различных авторучек (гелиевых, шариковых).

Для моделирования процесса старения было взято несколько образцов чернил. Образцы, с определённым временным интервалом, наносились на поверхность подложки и исследовались по истечении различных временных периодов.

Из исследуемого документа вырезали образец длиной 1 см и помещали в вialу с тефлоновой пробкой, добавляли 250 мкл тетрагидрофурана (ТГФ) и помещали на 10 мин в ультразвуковую ванну. Затем проводили центрифугирование в течение 10 минут.

Общая картина процесса старения представляет собой удаление (испарение, истирание и пр.) некоторых компонентов чернил с поверхности подложки (бумага, пластмасса и пр.) с течением времени. Было выяснено, что концентрация компонентов чернил с течением времени уменьшается нелинейно. Также выявлено появление новых пиков, что может свидетельствовать о химическом превращении одних компонентов чернил в другие, прежде в чернилах не содержащиеся.

**МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ С ИНИЦИИРОВАННОЙ
МАТРИЦЕЙ/ПОВЕРХНОСТЬЮ ЛАЗЕРНОЙ
ДЕСОРБЦИЕЙ/ИОНИЗАЦИЕЙ КАК ДЕТЕКТОР ХРОМАТОГРАФА
ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ**

Т.М. Сердюк, А.К. Буряк

Учреждение Российской академии наук

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН

119991 г. Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 4

E- mail: АКBuryak@ipc.rssi.ru тел. 330-19-29

Масс-спектрометрии с инициированной (активированной) матрицей лазерной десорбцией/ионизацией (МАЛДИ) и масс-спектрометрии с активированной поверхностью лазерной десорбцией/ионизацией (ПАЛДИ) – одни из высокоперспективных современных методов анализа. Метод ПАЛДИ позволяет исследовать вещества без использования матрицы, что открывает большие возможности для установления состава низкомолекулярных соединений, поскольку многие неорганические и некоторые органические ингибиторы относятся к низкомолекулярным соединениям.

В настоящей работе методами МАЛДИ и ПАЛДИ были получены масс-спектры неорганических и органических ингибиторов, традиционно применяемых для защиты конструкционных материалов от коррозии.

Ингибиторы анализировали до и после их взаимодействия с поверхностями конструкционных материалов в условиях протекания процесса коррозии. Продукты коррозии и трансформации ингибиторов анализировали непосредственно на поверхности материала методом МАЛДИ/ПАЛДИ и после смыва и хроматографического разделения. Показано, что хроматографическое разделение методом ВЭЖХ существенно повышает эффективность идентификации продуктов трансформации ингибиторов.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРЕМНЕЗЕМОВ С ОЛИГОМЕРНЫМ ОКТИЛСИЛИЛЬНЫМ ПОКРЫТИЕМ

Т.М. Рощина^а, Н.К. Шония^а, О.Я. Таякина^а, А.Ю. Фадеев^б

^а Химический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва

^б Department of Chemistry and Biochemistry, Seton Hall University, USA

Исследованию и применению алкилсилильных покрытий, включая октилсилильные, посвящено множество публикаций. Однако в литературе практически отсутствуют сведения о газохроматографических характеристиках олигомерных химически привитых слоев.

В работе исследованы свойства адсорбентов, полученных модифицированием кремнезема октилтрихлорсиланом в присутствии воды. Показано, что образование привитого слоя полимерного типа (образец С₈) позволяет создавать поверхности со сравнительно высокой энергией дисперсионных взаимодействий, что интересно с практической точки зрения, в частности, может быть полезно при использовании такого типа сорбентов для концентрирования. Дополнительная силанизация С₈ (образец С₈(е. с.)) приводит к резкому снижению величин адсорбции и индексов удерживания *I* органических соединений, способных к образованию водородной связи, электростатическому и донорно-акцепторному взаимодействию. По отношению к алкилбензолам и хлорзамещенным метана С₈(е. с.) менее полярен, чем сквалан или метилсиликон OV-1. Наличие остаточных силанольных групп является причиной заметного роста *I* кислород- и азотсодержащих молекул на С₈(е. с.) по сравнению с OV-1. В то же время достаточная химическая однородность и гидрофобность поверхности позволяет использовать адсорбент с олигомерным привитым слоем после дополнительной силанизации в ГХ высокополярных соединений, включая ацетонитрил и фенол.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 08-03-00929а)

РАСЧЕТ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМА ИЗ ИЗОТЕРМ АДСОРБЦИИ, ОПРЕДЕЛЕННЫХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Т.М. Рощина, Н.К. Шония, Н.В. Волкова, О.Я. Таякина

Химический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва

Важнейшей характеристикой адсорбентов является величина удельной поверхности $S_{уд}$. Основным современным методом служит расчет $S_{уд}$ из статических изотерм адсорбции N_2 , измеренных объемным методом с помощью автоматизированных приборов – сорбтометров. Значительно реже применяют весовой статический метод из-за его трудоемкости. Хотя газовая хроматография (ГХ) широко используется в научных исследованиях, возможностям этого метода для определения $S_{уд}$ уделяется мало внимания.

Целью нашей работы является расчет величины $S_{уд}$ широкопористого кремнезёма (средний диаметр пор ≈ 50 нм) на основании изотерм адсорбции бензола и гексана, измеренных методом ГХ в области 343-423 К и объемов проб 0.1-9 мкл, а также изотерм адсорбции C_6H_6 (при 298 К) и N_2 (при 77 К), полученных с помощью статических методов с применением пружинных весов Мак-Бэна-Бахра и сорбтометра ASAP-2020 Micromeritics соответственно.

Показано, что уравнение БЭТ является предпочтительным по сравнению с уравнением Лэнгмюра для определения $S_{уд}$ из статических данных и дает хорошо согласующиеся значения: $99 \text{ м}^2/\text{г}$ – по N_2 и $96 \text{ м}^2/\text{г}$ – по C_6H_6 в области p/p_s 0.02-0.3.

ГХ изотермы гексана плохо линеаризуются в параметрах уравнения БЭТ. Обнаружено, что величина емкости монослоя по БЭТ для C_6H_6 растет со снижением температуры измерения изотерм адсорбции методом ГХ и при 343 К практически достигает значения, при котором $S_{уд} = 96 \text{ м}^2/\text{г}$, как и полученное из статических данных. Таким образом, метод ГХ может быть рекомендован для определения $S_{уд}$ широкопористых кремнеземов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 08-03-00929а)

СИНТЕЗ И АДсорбЦИОННЫЕ СВОЙСТВА СЕРЕБРОСОДЕРЖАЩИХ НАНОКОМПОЗИТОВ РАЗНОЙ СТЕПЕНИ ОКИСЛЕНИЯ

Ланин С.Н., Власенко Е.В., Горленко Л.Е., Емельянова Г.И., Ланина К.С.

Хохлова Т.Д., Хрящикова Д.Н.

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,

119992, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, ГСП-2, МГУ,

Химический факультет

Синтезированы композиты, содержащие 0,2 и 1% наночастиц серебра $\text{Ag}(0)$, иммобилизованные на поверхность кремнеземных носителей - силихромов СХ-1 и С-120 ($S_{\text{уд}}$ 24 и 120 $\text{м}^2/\text{г}$, соответственно). Варьируя время обработки озоном образцов $\text{Ag}(0)/\text{SiO}_2$ получены Ag -содержащие нанокompозиты с разной степенью окисления.

Показано, что озонирование значительно увеличивает адсорбцию фенилацетилена из раствора в *n*-октане. Методом газовой хроматографии (ГХ) определено, что влияние озонирования выражается в росте вклада специфических взаимодействий π -электронных связей молекул *n*-алкенов с активными центрами нанокompозитов. На синтезированных серебрясодержащих нанокompозитах ГХ измерены теплоты адсорбции *n*-углеводородов и ряда полярных адсорбатов и определены электроноакцепторные (K_A) и электронодонорные (K_D) характеристики поверхности. Исследование влияния природы и размера наночастиц на адсорбционные свойства поверхности показало, что электроноакцепторные свойства нуль-валентных Ag -композитов близки, а электронодонорные свойства убывают по мере увеличения количества наночастиц. Озонирование композитов в течение 90 мин приводит к росту электронодонорных характеристик поверхности. $\text{СХ-1} \geq 1\% \text{Ag}/\text{СХ-}(90 \text{ мин озон}) > 0,2\% \text{Ag}(0)/\text{СХ-1} > 1\% \text{Ag}(0)/\text{СХ-1}$; а также - $0,2\% \text{Ag}(0)/\text{SiO}_2\text{-120} > 1\% \text{Ag}(0)/\text{SiO}_2\text{-120}$.

Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что при озонировании поверхности в течение 90 мин. происходит уменьшение размеров наночастиц серебра в композитах $1\% \text{Ag}/\text{СХ-1}$ от 20 до 7 нм.

Работа проводилась при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 08-03-00824).

ВЫДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА α -АМИЛАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АМИНОКАРБОКСИЛЬНЫХ ИОНООБМЕННИКОВ

И.В. Шкутина, О.Ф. Стоянова, В.Ф. Селеменев

Воронежский государственный университет, г. Воронеж

Амилазы способны осуществлять расщепление крахмала с образованием разнообразных продуктов гидролиза, что находит применение в спиртовом, пивоваренном, крахмало-паточном производстве, легкой промышленности.

Для использования ферментных систем на практике необходимо детально изучить их свойства и специфичность действия, что возможно только при использовании высокоочищенных ферментных препаратов.

Выделение и очистка ферментов из нативных или производственных растворов является сложной технологической задачей ввиду высокой лабильности макромолекул белков. Широко применяемый в настоящее время метод высаливания требует дополнительной очистки от соосажденных белков и избытка солей. Поэтому одним из перспективных направлений в этой области является использование сорбционных методов выделения.

В настоящей работе исследован процесс адсорбции гидролитического фермента α -амилазы на аминокарбоксильных ионообменниках ФИБАН К-3, АК-22-1, X-1. Выявлены кинетические закономерности сорбции белка на рассматриваемых волокнах, рассчитаны коэффициенты диффузии. Получены изотермы сорбции α -амилазы на амфолитах. Проанализирована зависимость количества связанного с полиэлектролитами фермента от значений pH среды извлекаемых растворов. Полученные данные могут служить основой для выбора оптимальных условий процесса выделения и дальнейшего использования α -амилазы в промышленном масштабе.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГИДРОДИНАМИЧЕСКОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ.

Е.Н.Викторова, А.А. Королев, С. Родионов, А.А. Курганов

Учреждение Российской Академии наук Институт нефтехимического синтеза
им. А.В. Топчиева
119991 Москва, Ленинский проспект 29
kurganov@ips.ac.ru

Для характеристики высокомолекулярных соединений был использован метод разделения, основанный на иных принципах, нежели распределение между двумя фазами, а именно, метод гидродинамической хроматографии (ГДХ).

Чтобы наблюдать разделение веществ по размерам их молекул, необходимо, чтобы диаметр канала r_0 был сопоставим с размером разделяемых молекул. Прямолинейная попытка использовать для этой цели капиллярные трубки малого диаметра (порядка 1 мкм) [1] показала принципиальную правильность предложенной модели, но выявила большие сложности в детектировании разделенных полимеров, поскольку длина оптического пути кюветы, сформированной прямо на капилляре, оказывается очень малой. Более широкое распространение получила ГДХ на наполненных колонках. Однако колонки, наполненные стандартными сорбентами с зернением 3-10 мкм, оказались пригодными для анализа только очень высокомолекулярных полимеров с массой более 10^6 Da [2].

Альтернативой наполненным колонкам являются монолитные колонки.

Для ГДХ полимеров нами были использованы полученные в лаборатории монолитные капиллярные колонки. Полистирольные стандарты с узким молекулярно-массовым распределением были получены от Polymer Labs (Англия), MZAnalysentechnik (Германия) и PSS (Германия). Характеристики стандартов (M_p и полидисперность): 500, 1,3; 1640, 1,10; 4250, 1,11; 11000, 1,08; 50000, 1,06; 76000, 1,05; 180000, 1,10; 500000, 1,10; 770000, 1,10; 1800000, 1,09; 3340000, 1,09; 20000000, 1,20.

Литература:

1. R. Tjissen, J. Bos, M.E. van Kreveld // Anal. Chem. 1986. V. 58 P. 3036.
2. M.A. Langhorst, F.W. Stanley, Jr., S.S. Cutie, J. H. Sugarman, L. R. Wilson, D. A. Hagland, R. K. Prudhomme // Anal. Chem. 1986. V. 58. P. 2242

**СОРБЦИЯ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ ХРОМАТ-,
СУЛЬФАТ- И ХЛОРИД-ИОНОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ
ГАЛЬВАНИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА**

О.Ф.Стойнова, И.В. Шкутина, В.Ф.Селеменев

Воронежский государственный университет, г.Воронеж

В связи с усиливающимся загрязнением окружающей среды отходами промышленных предприятий, особой токсичностью соединений хрома и для решения ряда экологических проблем, связанных с охраной водных ресурсов, приоритетной задачей является разработка эффективных технологических процессов регенерации отработанных хромовых растворов гальванических производств.

При разработке сорбционных технологий очистки хромсодержащих промывных вод особое внимание следует уделять анионному составу очищаемого стока (содержание хромат-, сульфат- и хлорид-ионов и др.) и их соотношению с ионами хрома (VI).

В настоящем сообщении показана возможность существенного увеличения хроматографической эффективности разделения неорганических анионов с применением волокнистых сорбентов ПАН ПМВП, АК-22-1, содержащих группы различной кислотности и основности. Определены основные параметры сорбции неорганических анионов на изучаемых сорбентах и выявлены закономерности удерживания хромат-, сульфат- и хлорид-ионов на волокнах при варьировании концентрации хрома (VI).

Показана возможность оптимизации процесса хроматографического разделения анионов для более полного извлечения хрома (VI) из промстока и осуществления оборотного водоснабжения.

КОНТРОЛЬ ОСТАТОЧНОГО МОНОМЕРА ПРИ БЕЗЭМУЛЬГАТОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ С ПРИВЛЕЧЕНИЕМ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА

Т.А. Асламазова

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской Академии Наук; 119991 Москва, Ленинский проспект, д.31

Вопросы получения и применения в промышленности полимеров в форме латексов приобретают все большую актуальность, что обусловлено экономичностью и удобством применения, нетоксичностью, пожаробезопасностью, возможностью использования таких систем для разнообразных целей.

В данной работе проводятся исследования по созданию стирол-алкил(мет)акрилатных латексов с целью их использования как связующее для водорастворимых фталоцианиновых наноматериалов. Кинетика безэмульгаторной латексной полимеризации мономеров с участием персульфатного инициатора исследована с привлечением метода газожидкостной хроматографии для определения остаточного содержания.

Из-за взрывоопасности и токсичности самих мономеров важно определение их остаточного содержания в готовом латексе, для чего также был привлечен метод газожидкостной хроматографии диметилформамидных растворов латексного полимера.

Концентрацию остаточного мономера определяли на хроматографе «Биохром» с использованием предварительно установленной зависимости «концентрация мономера - высота хроматографического пика». На основании этих зависимостей рассчитывали конверсию (превращение мономера в полимер) в ходе полимеризации и скорость процесса.

Из хроматографических данных следует, что изменение в общей скорости полимеризации в первую очередь обусловлено скоростью инициирования; это может определять конверсию и концентрацию остаточного мономера.

ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ТОНКОСЛОЙНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦЕФАЛОСПОРИНОВЫХ АНТИБИОТИКОВ

Е.Н. Евтюгина¹, В.Г. Березкин², Онучак Л.А.¹, Н.А. Пивоварова¹

¹ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», г. Самара

²Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, г. Москва

Цефалоспорины – антибиотики, в основе химического строения которых лежит

7-аминоцефалоспориновая кислота. По спектру антимикробной активности и чувствительности к бета-лактамазам выделяют цефалоспорины I, II, III и IV поколений. Нами была исследована возможность определения цефалоспоринов I поколения (цефазолин) и III поколения (цефоперазон, цефтазидим, цефтриаксон) с использованием капиллярного варианта жидкостной хроматографии в тонком слое [1,2].

В работе впервые проведено качественное и количественное определение бесцветных цефалоспориновых антибиотиков с использованием планарной и капиллярной ТСХ. Использовали капилляры из плавленого кварца (50×0,5 мм) фирмы «Phenomenex» (США). В качестве сорбента использовали предварительно снятый с поверхности пластин Sorbfil сорбент ПТСХ-АФ-В-УФ. В качестве подвижных фаз использовали смеси этанола, этилацетата, метанола и уксусной кислоты. Цефалоспорины определяли по способности поглощать в УФ-свете (254 нм). Изображения капилляров в УФ-свете получали с помощью микроскопа МБС-10 (ОАО «ЛЗСО») и стандартной цифровой камеры. Обработку пластин проводили с использованием программного комплекса Sorbfil Videodensitometr TLC Quantitative Evaluation.

Установлено, что капиллярная ТСХ отличается от планарной ТСХ более высокой воспроизводимостью (в связи с отсутствием влияния состава газовой среды на хроматографический процесс), эксперссностью, минимальным расходом сорбента и элюента, отсутствием необходимости использования камер, насыщенных парами элюента. Капиллярную ТСХ можно с успехом применять для осуществления экономичного экспресс-анализа подлинности лекарственных средств.

1. Березкин. В.Г., Онучак Л.А., Евтюгина Е.Н. // Докл. АН. 2008. Т. 421. № 2. С. 1-3.

2. Березкин. В.Г., Онучак Л.А., Евтюгина Е.Н. // Журн. прикл. химии. 2009. Т. 82. Вып.2. С. 317-321.

**ОЦЕНКА ПОДЛИННОСТИ ЛЕКАРСТВЕННОГО РАСТИТЕЛЬНОГО
СЫРЬЯ ПО СОВОКУПНОСТИ ЛИНЕЙНЫХ ИНДЕКСОВ
УДЕРЖИВАНИЯ ПРИ ПРОГРАММИРОВАНИИ ТЕМПЕРАТУРЫ
КОМПОНЕНТОВ РАВНОВЕСНОЙ ПАРОВОЙ ФАЗЫ**

*Л.А. Онучак¹, Ю.И. Арутюнов¹, В.А. Куркин², И.А. Платонов¹,
Н.В. Никитченко¹*

¹ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», г. Самара

²Самарский государственный медицинский университет, г. Самара

Растительные лекарственные средства, или фитопрепараты, как правило, сочетают в себе широту терапевтического действия и относительную безопасность [1]. В связи с этим, как в нашей стране, так и за рубежом, постоянно растёт интерес к использованию фитопрепаратов в виде настоек, таблеток или капсул. В фармацевтической промышленности при изготовлении фитопрепаратов определение подлинности и качества лекарственного растительного сырья представляет собой достаточно сложную аналитическую задачу.

В работе была поставлена задача отработки методики определения подлинности лекарственного растительного сырья на основании газохроматографического определения линейных индексов удерживания при программировании температуры I^T компонентов паровой фазы на капиллярной колонке со стандартной неполярной неподвижной фазой.

Эксперимент проводили на хроматографе «Кристалл 5000.2» ЗАО СКБ «Хроматэк» с пламенно-ионизационном детектором. Использовали капиллярную колонку VF-1 фирмы «Varian» (30м×0,32мм×0,5мкм) с полидиметилсилоксановой неподвижной фазой. Газ-носитель – азот. Объектами исследования являлись равновесные паровые фазы (60°C) следующего растительного сырья: плодов расторопши пятнистой, травы мелиссы, тархуна, листьев мяты перечной, цветков лаванды, календулы лекарственной, травы зверобоя, плодов софоры японской и листьев эвкалипта прутовидного.

Сравнение совокупности значений I^T компонентов равновесной паровой фазы и высот их пиков показывает существенное различие этих характеристик для девяти исследованных лекарственных растений, что может служить основой для их стандартизации в виде спектра аналитических сигналов («отпечатков пальцев»).

1. Куркин В.А. Фармакогнозия. Учебник для студентов фармацевтических вузов (факультетов). 2-е издание. 2007. Самара: Изд-во «Офорт». – 1239 с.

БИНАРНЫЙ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫЙ СОРБЕНТ НА ОСНОВЕ ЖИДКОГО КРИСТАЛЛА МЭАБ И АЦЕТИЛИРОВАННОГО β -ЦИКЛОДЕКСТРИНА

Л.А. Онучак, Е.А. Спиряева, И.М. Муханова, Р.Ю. Попов, Ю.Г. Кураева

ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», Самара

Распознавание оптических изомеров играет важную роль в функционировании живых систем и проявлении биологической активности. Анализ оптической чистоты имеет также большое значение для химии природных соединений, фармакогнозии, парфюмерии, агропромышленности, аналитической и экоаналитической химии. Ранее нами была показана перспективность применения бинарных сорбентов на основе низкотемпературного смектико-нематического жидкого кристалла (ЖК) 8 ОЦБ и хиральных модифицированных β -циклодекстринов для газохроматографического разделения изомеров различного типа. Установлен ассоциативный (супрамолекулярный) характер сорбента «ЖК-макроцикл» в области мезофаз.

В настоящей работе продолжены исследования сорбционных и селективных свойств сорбентов этого типа на примере среднетемпературного нематического ЖК 4-ме-токси-4'-этоксиязоксibenзола (МЭАБ) и ацетилированного β -циклодекстрина (Acetyl- β -ЦД). Для бинарного сорбента, содержащего 10% массовых Acetyl- β -ЦД определены константы Роршнайдера ($x = 2,01$, $y = 3,49$, $z = 3,08$, $u = 4,57$, $s = 3,52$) и установлено, что добавка макроциклического Acetyl- β -ЦД к МЭАБ приводит к слабому возрастанию этих констант по сравнению с «чистым» МЭАБ.

Исследованный сорбент обладает высокой *мета*-, *пара*-селективностью смешанной нематической мезофазы ($\alpha_{п/м} = 1,10$, 98°C) и *цис*-*транс*-селективностью в широком интервале температур мезофазы и изотропной фазы ($\alpha_{ц/т} = 1,10$, 95 - 170°C). Добавка хирального Acetyl- β -ЦД приводит к возникновению умеренной энантиоселективности по отношению к оптическим изомерам малополярных камфена и лимонена ($\alpha_{+/-} = 1,03$ - $1,05$) и полярного бутандиола-2,3 ($\alpha_{+/-} = 1,08$, 95).

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕРОДНОГО
АДСОРБЕНТА, МОДИФИЦИРОВАННОГО
ТЕТРАКИС(ДОДЕКАНОИЛОКСИ)-1,4-ГИДРОХИНОНОМ**

М.Ю. Павлов, Л.А. Онучак, С.Ю. Кудряшов

ГОУ ВПО "Самарский государственный университет", г. Самара

Модифицирование поверхности углеродных адсорбентов малолетучими жидкостями является одним из методов регулирования их сорбционных свойств. В качестве модификаторов могут быть использованы вещества с анизометричными молекулами, например, мезогены каламитного типа, причем вытянутая форма молекул особенно благоприятна для формирования на углеродных подложках ориентационно упорядоченных монослоев.

В работе исследован углеродный адсорбент Carborack Y (Supelco Inc, USA) с удельной поверхностью ~ 25 м²/г, который является аналогом графитированных термических саж (ГТС). Поверхность адсорбента Carborack Y была модифицирована тетракис(додеканоилокси)-1,4-гидрохиноном (синтезирован и предоставлен для исследования О.Б. Акоповой). Мезоморфных свойств у модификатора не обнаружено, однако пространственное строение его молекул позволяет ожидать их упорядоченного расположения в монослое на однородной плоской поверхности подложки. Исследование адсорбции показало, что в случае предельных и ароматических углеводородов после нанесения модификатора наблюдается значительное уменьшение теплот адсорбции, изменение энтропии адсорбции на модифицированном адсорбенте в случае *n*-алканов несколько больше по абсолютной величине, чем на исходном. В случае спиртов теплоты адсорбции и абсолютные значения изменения энтропии на модифицированном адсорбенте существенно выше по сравнению с исходным. Найденные закономерности косвенно свидетельствуют об образовании молекулами модификатора плотного монослоя, хорошо экранирующего поверхность подложки. Полярные соединения на исследованном модифицированном адсорбенте адсорбируются сильнее, чем неполярные с тем же числом атомов углерода (зависимость логарифма константы Генри адсорбции от числа углеродных атомов в молекулах *n*-алканов (при $T_C=503,15$ К) описывается уравнением $\ln K_{1,C} = 0,89n_C - 8,09$; для *n*-алканолов — $\ln K_{1,C} = 1,28n_C - 8,26$). Установлено, что модифицированный адсорбент селективно адсорбирует все изомерные ксилолы, причем порядок, в котором увеличиваются константы Генри адсорбции этих изомеров (*m* → *n* → *o*), совпадает с тем, который наблюдается при формировании на углеродных подложках ориентационно упорядоченных монослоев жидких кристаллов.

СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА СУПРАМОЛЕКУЛЯРНОЙ СИСТЕМЫ «ПОЛИМЕРНАЯ ФАЗА – МАКРОЦИКЛ»

Ю.Г. Кураева, Л.А. Онучак, В.О. Чванов,

З.П. Белоусова, В.И. Платонов

ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», г. Самара

Использование макроциклических агентов (циклодекстринов, краун-эфиров, каликсаренов и др.) в качестве компонентов подвижных и неподвижных фаз позволяет расширить аналитические возможности хроматографических методов. Это обусловлено, в первую очередь, уникальной способностью макроциклов образовывать с субстратами различной природы комплексы по типу «гость-хозяин».

Целью работы являлось газохроматографическое изучение термодинамических характеристик сорбции органических соединений разных классов, в том числе оптически активных, из газовой фазы бинарной изотропной полимерной системой, содержащей модифицированный β -циклодекстрин. В качестве полимерной матрицы был выбран полидиметилсилоксан ПМС-100, а в качестве макроциклической добавки *гептакис*(2,3,6-три-*O*-ацетил)- β -циклодекстрин (Acetyl- β -ЦД), содержание которого в полимерной фазе составило 10% масс.

На основании величин удерживания на смешанной неподвижной фазе рассчитаны термодинамические характеристики сорбции для 26 органических соединений разных классов. Показано, что внесение макроциклической добавки Acetyl- β -ЦД в полимерную неподвижную фазу ПМС-100 приводит к повышению удерживания сорбатов, способных к специфическим взаимодействиям. Наибольшее увеличение удерживания наблюдается для небольших полярных молекул нитрометана. Установлено, что значение теплоты сорбции на смешанном сорбенте в гомологических рядах зависит не только от молекулярной массы, но и размера молекулы, что связано с возможностью проникновения молекул сорбата в полость макроцикла. Так теплота сорбции $|A_{sp}U|$ для алканолов на колонке с «чистым» ПМС-100 возрастает с увеличением длины молекулы спирта. На колонке же с бинарным сорбентом «ПМС-100 – Acetyl- β -ЦД» максимальное значение $|A_{sp}U|$ наблюдается для пропанола-1, размер молекулы которого оптимален для осуществления комплексообразования по типу «гость-хозяин».

Установлено, что бинарная неподвижная фаза «ПМС-100 – Acetyl- β -ЦД» обладает энантиоселективностью к оптическим изомерам камфена и лимонена вследствие комплексообразования по типу «гость-хозяин».

**ИЗУЧЕНИЕ АДсорбЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ
ГАЗОВОЙ ФАЗЫ НА УГЛЕРОДНОЙ ПОДЛОЖКЕ,
МОДИФИЦИРОВАННОЙ ПРОИЗВОДНЫМИ β -ЦИКЛОДЕКСТРИНА**

К.А. Копытин, С.Ю. Кудряшов, Ю.Г. Кураева, Л.А. Онучак, А.Р. Хафиятова

ГОУ ВПО «Самарский государственный университет», г. Самара

Различные макроциклические соединения, образующие комплексы включения, находят широкое применение как компоненты изомерселективных неподвижных фаз.

В работе газохроматографическим методом исследована адсорбция хиральных и ахиральных органических соединений из газовой фазы на двух модифицированных углеродных адсорбентах. В качестве подложки в обоих случаях использовался Carborack Y (Supelco Inc., USA) с удельной поверхностью $25 \text{ м}^2/\text{г}$; в первом случае модифицирование проводилось мономолекулярным слоем перметилированного β -циклодекстрина, а во втором — мономолекулярным слоем пербензилированного β -циклодекстрина. Были определены константы Генри адсорбции $K_{1,c}$, на основании которых рассчитывались теплоты адсорбции $\bar{q}_{dif,1}$ и изменения энтропии $\Delta\bar{S}_{1,c}^{s^o}$.

Модифицирование макроциклическими молекулами усиливает межмолекулярные взаимодействия "адсорбат – адсорбент", что выражается в увеличении теплот адсорбции $\bar{q}_{dif,1}$, кроме того приводит к возрастанию (по абсолютной величине) изменения энтропии $\Delta\bar{S}_{1,c}^{s^o}$ по сравнению с исходным адсорбентом, что свидетельствует о локализации адсорбции вследствие включения молекул адсорбатов в полости молекул модификаторов, причем на прочность образованных комплексов существенное влияние оказывают размеры и пространственное строение молекул адсорбатов, а также характер заместителей в производных β -циклодекстрина.

Были проанализированы две простейшие модели адсорбции. В случае адсорбента Carborack Y величины $\Delta\bar{S}_{1,c}^{s^o}$ согласуются с моделью делокализованной адсорбции. Рост абсолютной величины $\Delta\bar{S}_{1,c}^{s^o}$ при переходе к модифицированным адсорбентам описывается моделью локализованной адсорбции только в первом приближении. Видимо это связано с тем, что выбранная модель не учитывает вырождения поступательных степеней свободы молекул в колебательные при локализации.

Показано, что модифицированные адсорбенты проявляют изомерселективные и энантиоселективные свойства.

**РАЗРАБОТКА КОМПОЗИЦИОННОГО ИЗОМЕРСЕЛЕКТИВНОГО
СОРБЕНТА ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ОСНОВЕ
СМЕШАННОЙ МЕЗОФАЗЫ И ХИРАЛЬНОЙ
МАКРОЦИКЛИЧЕСКОЙ ДОБАВКИ**

Л.А. Онучак, З.П. Белоусова, Т.С. Бурматнова

ГОУ ВПО "Самарский государственный университет", г. Самара

Хроматографическое поведение изомеров в различных сорбционных системах имеет важное значение для их разделения и идентификации. Использование жидкокристаллических (ЖК) сорбентов в газовой хроматографии основано на эффекте их повышенной селективности по отношению к структурным изомерам.

Целью работы являлась разработка принципов создания многокомпонентных ЖК сорбентов нового типа, обладающих высокой селективностью как к структурным, так и к оптическим изомерам, с регулируемой посредством температуры сорбционной емкостью и селективностью. Анализ литературных данных и проведенных нами предварительных исследований показал, что наиболее оптимальным подходом для получения сорбентов нового типа является использование систем, в которых при смешении двух ахиральных нематических ЖК образуется высокоселективная эвтектика или индуцированная смектика с широким температурным интервалом мезофазы. Эти системы используются как основной (матричный) компонент сорбента, к которому добавляется третий компонент – хиральное макроциклическое соединение.

В работе проведен сравнительный анализ сорбционных и селективных свойств по отношению к изомерам различного типа индивидуальных нематических ЖК, их бинарных смесей с ацетилированным β -циклодекстрином, смеси нематических ЖК эвтектического состава и трехкомпонентного сорбента на основе эвтектики и ацетилированного β -циклодекстрина. Показано, что композиционный трехкомпонентный сорбент является универсальным изомерселективным сорбентом в условиях газомезофазной хроматографии.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ НЕКОТОРЫХ РЕАКЦИЙ ГИДРИРОВАНИЯ

Буланова А.В., Шафигулин Р.В., Федичев И.С., Землянов С.А.

Самарский государственный университет, Самара

bulanova@ssu.samara.ru

Исследованы каталитические свойства силохромов, модифицированных наночастицами (НЧ) Ni в различных условиях (с предварительной пропиткой смесью (2-этилгнксил)сульфосукцината натрия (АОТ)-гептан и без пропитки) методом газовой хроматографии в динамическом и статическом режимах. Разработана оригинальная методика и аппаратное оформление исследования кинетики реакции гидрирования октена и бензола, заключающаяся в том, что реакцию проводили статическим методом в термостатируемом реакторе, а качественный и количественный состав реакционной смеси определяли на аналитической хроматографической колонке, соединенной последовательно с реактором. Предлагаемая схема аппаратного оформления позволяет достаточно точно определять кинетические параметры изучаемых реакций.

Определены константы скорости реакции гидрирования бензола и октена на силохроме С-120, модифицированном наночастицами никеля, полученных различными методами и рассчитаны энергии активации реакций гидрирования бензола и октена.

Установлено, что константа скорости реакции в присутствии нанокатализатора, полученного без предварительной пропитки смесью АОТ-гептан, значительно выше, чем на нанокатализаторе с предварительной пропиткой этой смесью.

**ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ
ВПЕРВЫЕ СИНТЕЗИРОВАННЫХ КИСЛОРОД- И
АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

Шафигулин Р.В., Власова Ю.В., Чиндяева Е.Г., Буланова А.В.

Самарский государственный университет, Самара

shafiro@mail.ru

С помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) изучено хроматографическое поведение впервые синтезированных кислород- и азотсодержащих гетероциклических соединений (производных индола и фурана) и получены корреляционные зависимости, связывающие фактор удерживания с физико-химическими параметрами сорбатов и их структурой. Такие исследования позволяют, во-первых, изучать механизм удерживания сорбатов, а, во-вторых, выявлять влияние различных заместителей на свойства соединений, что позволяет осуществлять направленный синтез веществ.

Рассчитаны термодинамические характеристики сорбции изучаемых сорбатов, такие как константа распределения сорбата между подвижной объемной и сорбционной поверхностной фазами (K_x); изменение стандартной дифференциальной мольной энергии Гиббса адсорбции $\Delta_a G^0$. Показано, что с увеличением объемной доли воды в элюенте увеличиваются значения термодинамических характеристик сорбции, что соответствует сольвофобной теории в ОФ ВЭЖХ. Рассмотрена применимость моделей удерживания Снайдера-Сочевинского, Скотта-Кучеры, Эльтекова и Ланина-Никитина к описанию хроматографического поведения изучаемых биологически активных соединений и показано, что эти модели удовлетворительно описывают удерживание азотсодержащих гетероциклов и неудовлетворительно кислородсодержащих гетероциклов.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО УДЕРЖИВАНИЯ
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА СВЕРХСШИТОМ
ПОЛИСТИРОЛЕ ИЗ ВОДНО-АЦЕТОНИТРИЛЬНЫХ РАСТВОРОВ
МЕТОДОМ ВЭЖХ**

Шафигулин Р.В., Мякишев А.А., Буланова А.В.

shafiro@mail.ru

Изучены закономерности сорбции впервые синтезированных кислород- и азотсодержащих гетероциклических биологически активных соединений (производных индола и фурана) из водно-ацетонитрильного элюента на монодисперсном микросферическом (~ 4 мкм) сверхсшитом полистироле. Получены однопараметрические корреляционные уравнения, связывающие фактор удерживания с физико-химическими параметрами сорбатов, а также с числом π -электронов в молекулах сорбатов. Показано, что помимо дисперсионных взаимодействий молекул сорбатов с поверхностью сверхсшитого полистирола большой вклад в процесс сорбции их из водно-ацетонитрильных элюентов вносят π - π – взаимодействия. Рассчитаны величины разности изменений свободной энергии адсорбции из бесконечно разбавленных растворов $\delta(\Delta G)_{i,st}$ и изучено изменение этой величины от состава подвижной фазы для различных гидрофобных заместителей в молекулах сорбатов. Получены двухпараметрические уравнения, связывающие фактор удерживания с дипольным моментом и фактором гидрофобности молекул сорбатов и показано, что гидрофобные взаимодействия молекул сорбатов с неполярной поверхностью сверхсшитого полистирола вносят больший вклад в удерживание, чем специфические взаимодействия сорбатов с компонентами подвижной фазы. Полученные двухпараметрические уравнения удовлетворительно предсказывают факторы удерживания соединений данного класса.

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНО-СОРБЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕКОТОРЫХ ПОЛИФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Егорова К.В., Шафигулин Р.В., Буланова А.В.

Самарский государственный университет, Самара

shafiro@mail.ru

Полифенольные соединения растительного происхождения, в частности, катехины, обладают широким спектром биологической активности (БА) различной направленности действия. За основу возможного механизма БА многими авторами принимается сорбция веществ клеточной мембраной. Эксперимент проводили в условиях ОФ ВЭЖХ, с полным разделением катехинов. Стандартами являются катехин ((+)С), эпикатехин (ЕС), эпигаллокатехин (EGC), эпигаллокатехингаллат (EGCG), эпикатехингаллат (ECG) фирмы Janssen Chimica и Sigma (USA). Элюентом служила вода с добавлением органических модификаторов - ацетонитрила и метанола. Термодинамические характеристики сорбции рассчитывали по формулам:

$$K_{Г.с} = k \cdot \frac{V_M}{W_a \cdot s_{y\delta}}; K_x = 1 + k \cdot \frac{V_M}{V_a}; \Delta_a \bar{G}^o = -RT \cdot \ln K_x; \delta(\Delta G)_{i,st} = -RT \ln \left(\frac{k_i}{k_{st}} \right),$$

где t_R - время удерживания исследуемого соединения, t_M - мертвое время удерживания, рассчитанное по удерживанию нитрита калия, V_M - мертвый объем колонки, V_a - объем адсорбционного слоя в колонке, W_a и $s_{y\delta}$ - масса (г) и удельная поверхность адсорбента (m^2/g), k_i и k_{st} - факторы удерживания исследуемого соединения и стандарта ((+)С), соответственно.

В качестве структурных характеристик использовали топологические индексы Винера (W), индексы связанности Рандича различных порядков (χ^n), а также площадь молекулы (S_{qr}). Изучали корреляции указанных структурных параметров с величинами $\ln K_{Г.с}$, $\ln K_x$, $\Delta_a \bar{G}^o$ и $\ln k$, которые могут быть использованы для оценки эффективности биологического действия соединения. Показано, что базовой структурой является (+)С; состояние термодинамического равновесия и направление процесса сорбции удовлетворительно коррелирует с природой и структурой заместителей, а также степенью соответствия поверхностей сорбата и адсорбента.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЖИДКОЙ ФРАКЦИИ ПИРОЛИЗА АВТОШИН

А.А. Королев, В.Е. Ширяева, Т.П. Позднова, Т.П. Попова, А.А. Курганов*

Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, Москва

*Московское государственное унитарное предприятие

«Промотходы».Москва

Вопросу переработки отработанных автопокрышек во всех индустриальных странах уделяется большое внимание, наша страна не является исключением. В данном сообщении приведены результаты исследования фракционного состава жидких продуктов, получаемых при пиролизе отработанных автошин методом газожидкостной хроматографии с использованием капиллярной колонки (12м x 200мкм с жидкой фазой SE-54) и программирования температуры (изотерма 60°C- 10 мин, программа - 6°C/мин до 280°C). Как видно из рисунка, анализируемая смесь содержит до 49 компонентов, относительное количество которых превышает 0,5%. Нанесенная внизу хроматограммы шкала выхода нормальных углеводородов позволяет сориентироваться по температурам кипения компонентов. Основные компоненты нормального бензина выходят до углеводорода C₁₀ (т. кип. 174°C). Соответствующая фракция продуктов пиролиза автошин составляет примерно 40% от общей массы и содержит в основном ароматические углеводороды (1-бензин, 4-толуол, 8- этилбензол, 9 – м/п – ксилолы, 10-о-ксилол, 11– стирол, 12-18-алкилстиролы). Последующие фракции (пики 19-34) содержат более высококипящие продукты, которые, по-видимому, являются димерами и содимерами стирола, бутадиена, акрилонитрила и других мономеров, полимеры которых составляли основу резины шин. Температура кипения этих компонентов выше, поскольку углеводород C₁₁ кипит при температуре 195°C, а C₁₃ – при температуре 235°C. Суммарная доля этой фракции также составляет примерно 40%. Компоненты (35-49), выходящие из колонки позже углеводорода C₁₃ содержат более высокие олигомеры (тримеры, тетрамеры и т.д.), но доля этой фракции не

превышает 10%. Как и следовало ожидать по условиям пиролиза (температура 400°C) на хроматограмме отсутствуют какие-либо соединения, выходящие позже углеводорода C₂₂ (т. кип. 369°C).

Таким образом, жидкие фракции продуктов пиролиза содержат значительное количество ароматических углеводородов. Но следует иметь в виду, что продукты пиролиза содержат значительное количество серы. В исследованном образце жидких продуктов пиролиза содержание серы составило 0,8%, что значительно превышает допустимые нормы.

ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОЗОНИРОВАННЫХ ПИТЬЕВЫХ ВОД НА СОДЕРЖАНИЕ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ БРОМАТ-ИОНОВ

Е.В. Елипашева, Г.М. Сергеев, В.А. Крылов

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
г. Нижний Новгород

В соответствии с рекомендациями Всемирной организации здравоохранения, концентрация BrO_3^- –ионов в питьевой воде не должна превышать 10 мкг/дм^3 . Ещё жестче требования к минеральным водам: 3 мкг/дм^3 . В России нормативные документы таких ограничений, к сожалению, не содержат. Это объясняется тем, что отсутствуют отечественные разработки с использованием современных жидкостных хроматографов, снабженных высокочувствительными и селективными детекторами.

Для решения вышеуказанной задачи нами предлагается использовать хроматограф "844 UV/VIS Compact IC" с анионитовой колонкой "Phenomenex Star-Ion A 300TM HC" высокой обменной емкости. Применялось спектрофотометрическое детектирование триодид-ионов как продукта постколоночной реакции. Предел обнаружения ионов BrO_3^- составил $0,5 \text{ мкг/дм}^3$; область определяемых концентраций $1 - 20 \text{ мкг/дм}^3$; суммарная погрешность $5 - 10 \%$.

Выполнен анализ 20-ти питьевых столовых минеральных и очищенных (кондиционированных) вод. Кроме этого, объектами анализа являлись артезианская и озонированная вода централизованного водоснабжения. В некоторых из них содержание бромат - ионов находится в диапазоне $4 - 15 \text{ мкг/дм}^3$. Полученные данные свидетельствуют о необходимости регулярного контроля качества питьевых вод по действующим Международным стандартам, ограничивающих в них концентрацию BrO_3^- - ионов до безопасного уровня.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ СОРБЦИИ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ЦИКЛОАЛКИЛТИОФЕНОВ

Н.С. Емельянова, С.В. Курбатова

Самарский государственный университет, г. Самара

Целью настоящей работы явилось изучение зависимости удерживания циклоалкилтиофенов от их строения в условиях ОФ ВЭЖХ.

Хроматографирование нитрил-, формил-, гидроксипроизводных циклоалкилтиофенов и циклоалкилбидтиофенов осуществляли с использованием колонки Диасфер-110-С₁₆, в качестве элюента были выбраны смеси ацетонитрил–вода различного состава.

Проанализированы основные закономерности удерживания в условиях ОФ ВЭЖХ некоторых производных циклоалкилтиофенов. Выявлено влияние природы и числа заместителей на значения величин удерживания. Установлено, что хроматографическое поведение молекул сорбата определяется интенсивностью различных межмолекулярных взаимодействий в системе сорбат–сорбент и сорбат–элюент. Так, введение электроноакцепторных заместителей в молекулу циклоалкилтиофенов приводит к снижению удерживания, что, по-видимому, объясняется увеличением дипольного момента и, как следствие, более сильным специфическим взаимодействием сорбат–элюент. Введение электронодонорных заместителей вызывает перераспределение электронной плотности в молекуле циклоалкилтиофенов, в результате чего происходит возрастание фактора удерживания, вероятно, вследствие усиления дисперсионного взаимодействия с алкильными лигандами сорбента и большей интенсивности гидрофобных взаимодействий в растворе. Проанализированы структурно-сорбционные корреляции в ряду циклоалкилтиофенов, получены зависимости величин удерживания этих веществ от разных дескрипторов молекулярной структуры.

**ВЫЯВЛЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СИНГЛЕТНОГО КИСЛОРОДА НА ОСНОВЕ
РЕАКЦИИ С α -ТЕРПИНОМ**

А.С. Овечкин¹, М.Д. Рейнгеверц², Л.А. Карцова¹

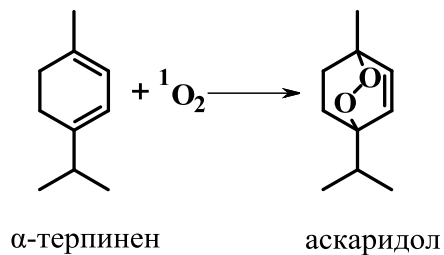
¹Санкт-Петербургский государственный университет, lackser@yandex.ru

²ФГУП «РНЦ Прикладная химия», rein_m_d@mail.ru

¹Санкт-Петербургский государственный университет, kartsova@gmail.com

Синглетный кислород – это возбуждённое состояние молекулярного кислорода. Он находит применение в таких областях, как медицина: при стерилизации крови и в фотодинамической терапии рака, химический синтез, очистка стоков и т.д. Однако синглетный кислород обладает и рядом негативных свойств: способствует старению полимеров, является компонентом фотохимического смога, вызывает программируемое старение клеток – апоптоз.

В [1] описан метод определения синглетного кислорода в атмосфере с использованием α -терпинена. Суть в следующем: через трубочку, заполненную сорбентом с нанесённым на него α -терпином, прокачивается воздух. В результате взаимодействия α -терпинена с синглетным кислородом образуется аскаридол, по количеству которого рассчитывается содержание синглетного кислорода. При этом возможно протекание побочных параллельных и последовательных процессов, на которые в имеющихся публикациях внимание не акцентируется: озонлиз α -терпинена с образованием других продуктов, [2+2]-циклоприсоединение, расщепление аскаридола в ходе анализа до изоаскаридола.



Работа посвящена выявлению возможностей и ограничений реакции α -терпинена с синглетным кислородом для определения последнего в воздухе.

В качестве источника используется генератор синглетного кислорода фирмы ЗАО «ОПТЭК». Помимо синглетного кислорода генератор создаёт озон, также реагирующий с α -терпиненом.

На стандартных растворах аскаридола и α -терпинена оптимизированы условия газохроматографического разделения компонентов системы (газовый хроматограф HP 6890 с ПИД, кварцевая капиллярная колонка HP-5, неподвижная фаза фенил(5%)-полиметилсилоксан).

Осуществлена градуировка по аскаридолу для последующего количественного анализа синглетного кислорода.

Проведена серия экспериментов по улавливанию синглетного кислорода твёрдыми поглотителями (сорбент с XAD-2, покрытый 0,5% α -терпиненом) и жидкими поглотителями (растворы α -терпинена в гексане, четырёххлористом углероде, хладоне 113). Согласно полученным данным количество улавливаемого кислорода не зависит от мощности генерации.

С помощью метода хромато-масс-спектрометрии установлены основные продукты озонлиза α -терпинена: (*E*)-6-оксо-3-(проп-2-ил)-гепт-2-еналь, (*Z*)-3,7-диметил-6-оксоокт-2-еналь.

Литература

1. S. Ogawa, S. Fukui, Y. Hanasaki, K. Asano, H. Uegaki, S. Fujita, R. Shimazaki, Determination method of singlet oxygen in the atmosphere by use of α -terpinene, *Chemosphere*, **22**, № 12, 1211 (1991).

**ПОЛУЧЕНИЕ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МОНОЛИТНЫХ И
ДЕНДРИМЕРНЫХ PLOT-КОЛОНОК ДЛЯ АНАЛИЗА БЕЛКОВ
МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОЙ ЭЛЕКТРОХРОМАТОГРАФИИ**

Н.А. Поликарпов, Л.А. Карцова, Е.А. Бессонова, В.Е. Потолицына

Санкт-Петербургский государственный университет

Институт Аналитического приборостроения РАН

Lena_pol@inbox.ru, kartsova@gmail.com

Важной задачей биохимических исследований является качественный и количественный анализ биологических образцов, содержащих белковые смеси. Перспективным направлением развития аналитической биохимии является использование капиллярного электрофореза (КЭ) для анализа белков. Использование немодифицированных кварцевых капилляров в КЭ ограничено из-за сорбции положительно заряженных биополимеров на внутренних стенках капилляров, что приводит к невоспроизводимости параметров миграции.

Для решения этой проблемы существует несколько подходов: модификация поверхности кварцевого капилляра с использованием ковалентного или динамического покрытия, что влияет на электроосмотический поток (ЭОП) и, как следствие, на электрофоретическую подвижность белка, и модификация рабочего буфера (использование граничных значений pH и увеличение ионной силы буферного электролита).

Нами проведена серия специальных экспериментов по модификации поверхности капилляра с использованием ковалентного покрытия сульфопропилметакрилатом и динамического покрытия сверхразветвленным полимером. Для этой цели синтезированы водорастворимые олигосахаридные производные сверхразветвленного полиэтиленimina. Это высокоструктурированные и сверхразветвленные трехмерные макромолекулы с молекулярной массой в диапазоне $10-10^3$ кДа, имеющие сходную с мицеллами внутреннюю и внешнюю топологию. Проверку

качества покрытия проводили по зависимости величины ЭОП от pH буферного электролита.

В первом случае сильноионизированные поверхностные сульфогруппы обеспечивали стабильный ЭОП в широком диапазоне pH (2-11). Однако воспроизводимость ЭОП с использованием такого капилляра оказалась недостаточной, а время, потраченное на его модификацию, – значительно. Во втором, – добавка дендримера в состав буферного электролита обеспечила динамическую модификацию поверхности кварцевого капилляра, что препятствовало адсорбции белков на его стенках. Это, в свою очередь, привело к увеличению воспроизводимости параметров миграции аналитов, росту эффективности и селективности разделения.

Альтернативой динамического покрытия внутренней поверхности капилляра являются капиллярные колонки с нанесенным тонким пористым слоем сорбента на внутреннюю поверхность кварцевого капилляра - PLOT-колонки. Нами синтезированы PLOT-колонки на основе сверхразветвленного полимера и полиметакрилатного монолитного сорбента. Проведена оценка воспроизводимости покрытия по величине ЭОП и изучено влияние состава, концентрации и pH буферного электролита на разделение белков в условиях КЭХ с использованием PLOT-колонок.

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СЕРОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОНЕНТОВ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ФРАКЦИОННОГО ЭЛЮИРОВАНИЯ НА
СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ**

А.В. Николаев, Л.А. Карцова, В.А. Даванков***

* Санкт-Петербургский государственный Университет, Химический
факультет

** Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН,
Москва

kartsova@gmail.ru

Одним из важнейших показателей качества дизельного топлива (ДТ) является содержание сернистых компонентов, которые в основном представлены гомологами тиофена, бензо- и дибензотиофенов. Основная сложность заключается в необходимости определения малых концентраций (10 – 500 ppm) серосодержащих веществ на фоне углеводородов (алканов, циклоалканов и аренов). С этим связан и ряд проблем при проведении количественного и качественного анализа, вызванных влиянием матрицы: без специальной пробоподготовки даже при использовании пламенно-фотометрического и масс-спектрометрического детекторов идентификация серосодержащих компонентов затруднена. Метод масс-фрагментографии не всегда гарантирует корректность их определения из-за сложности состава дизельного топлива, что было показано нами в специальных экспериментах. Сложности количественного анализа обусловлены в основном отсутствием стандартов и эффектом "гашения пламени" пламенно-фотометрического детектора.

В качестве выхода из данной ситуации предложено:

1. Проведение ТФЭ на сверхсшитом полистироле Purosep 200 для отделения алканов и циклоалканов от ароматических углеводородов и ароматических сернистых соединений.
2. Фракционное элюирование серосодержащих компонентов из ДТ,

богатых аренами, с использованием принципа лигандного обмена

Проведена серия экспериментов в условиях ТФЭ на сверхсшитом полистироле Purosep 200 с использованием модельных систем ароматических серосодержащих органических соединений и реальных образцов дизельного топлива. Элюирование гексаном позволило практически полностью удалить из исходного образца ДТ алканы и циклоалканы. Арены и ароматические серосодержащие соединения ДТ элюировали с сорбента хлористым метиленом.

Для образцов ДТ, богатых аренами, не представляется возможным провести отделение последних от сернистых органических соединений на сверхсшитом полистироле. Для этой цели оптимизирована процедура фракционного элюирования серосодержащих компонентов дизельного топлива на сверхсшитом полистирола *Purosep 200*, модифицированном катионами Ag^+ и Pd^{2+} . Последний вариант оказался предпочтительным.

Хроматографический анализ проводился на газовом хромато-масс-спектрометре GCMS-QP 2010 фирмы Shimadzu.

МОДЕЛИРОВАНИЕ УДЕРЖИВАНИЯ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ АДАМАНТАНА В ВЭЖХ

С.В. Прокопов, С.В. Курбатова

Самарский государственный университет, г. Самара

Целью настоящей работы явилось изучение хроматографического поведения амидразонов и триазолов адамантанового ряда, установление взаимосвязи между термодинамическими характеристиками сорбции этих соединений, строением и физико-химическими параметрами их молекул в условиях обращенно-фазового варианта высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ). Эксперимент выполнен на жидкостном хроматографе “Цвет-Яуза” с УФ-спектрофотометрическим детектором. Детектирование проводили при длине волны 254 нм. Сорбентом служил коммерческий модифицированный кремнезем – Диасфер-110-С₁₈, размеры хроматографической колонки 4.0x150 мм. В качестве элюента применяли смеси ацетонитрил–вода с содержанием ацетонитрила от 50 до 90% (по объему). Для описания хроматографического поведения исследованных соединений были использованы адсорбционно-вытеснительные модели Снайдера - Сочевинского, Скотта - Кучеры, а также квазихимические модели Эльтекова и Ланина - Никитина. Показано, что границы применимости этих моделей изменяются в зависимости от химической природы исследованных соединений и концентрации органического модификатора. Сочетание адамантанового каркаса и азотсодержащих заместителей в молекулах аналитов приводит к усложнению механизма их удерживания и появлению существенных отклонений от линейных зависимостей, характеризующих вышеперечисленные модели.

Анализ установленных соотношений позволил сделать предположения о преимущественной ориентации исследованных соединений относительно сорбента в процессе сорбции.

ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТИ ЗАГРЯЗНЕНИЯ НЕФТЕПРОДУКТАМИ
ПОЧВЫ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

*И.Я. Шахтамиров**, *Л.Ф. Коржова*, *С.Л. Цыбина*, *З.К. Амирова*, *Э.А. Круглов*

*Комитет по экологии Чеченской Республики, г. Грозный,
ГУ «Башкирский республиканский научно-исследовательский экологический
центр» (ГУ БРЭЦ), г. Уфа

Существует, по крайней мере, четыре стандартизированных метода определения содержания «нефтепродуктов» в объектах окружающей среды, хотя само понятие «нефтепродукты» строго не определено. К ним относятся - экстракционно-спектрометрический (ИК-область), экстракционно-флуориметрический, экстракционно-хроматографический.

Наиболее универсальным методом определения содержания нефтепродуктов в объектах окружающей среды, который определяет как содержание, так и качественный состав нефтепродуктов, является метод хромато-масс-спектрометрии с предварительным экстракционным выделением последних и очисткой их на колонке с силикагелем от высокомолекулярных соединений.

Используя в качестве внутреннего стандарта дейтерированные углеводороды, с помощью хромато-масс-спектрометра можно достаточно точно определить содержание углеводородов нефти, выкипающих от 120° до 400°С по масс-хроматограммам, снятым по общему току.

Регистрируя масс-хроматограммы по ионам, характерным для тех или иных углеводородных групп, можно определить качественный состав нефтепродуктов, что позволяет решить проблему неоднозначности при определении содержания «нефтепродуктов», особенно в почве.

Использование такого подхода при мониторинге содержания нефтепродуктов на территории Чеченской Республики позволило по-новому взглянуть на зараженность почвы на больших территориях.

АДСОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ИСХОДНОГО И МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ НИКЕЛЯ

Ланин С.Н., Банных А.А., Ковалева Н.В., Вирысов М.Б., Обрезков О.Н.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
Ленинские горы, д.1/стр.3, Химический факультет МГУ, 119992, Москва,

SNLanin@phys.chem.msu.ru

Для понимания механизма каталитических реакций, протекающих на иммобилизованных наночастицах металлов, необходима информация о силе и природе их взаимодействия с носителями и реагентами.

В данной работе газохроматографическим методом при малых заполнениях поверхности исследованы адсорбционные свойства γ - Al_2O_3 , исходного (широко применяемого в качестве носителя гетерогенных катализаторов различных важных процессов) и модифицированного наночастицами никеля (3 и 6 % $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), который используется как катализатор в частности в реакциях гидрогенизации и гидродехлорирования.

В качестве тестовых адсорбатов использовали бензол, стирол, фенилацетилен, хлорбензол и о-дихлорбензол.

Для каждого адсорбата при разных температурах в области малых заполнений поверхности были определены удельные удерживаемые объемы, измерены изотермы адсорбции и рассчитаны изостерические теплоты адсорбции. При всех температурах на всех образцах ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) величины удерживаемых объемов увеличиваются в ряду $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_2\text{H}_5 < \text{C}_6\text{H}_5\text{C}_2\text{H}_3 < \text{C}_6\text{H}_5\text{C}_2\text{H}$. В той же последовательности изменяется ход изотерм и селективность адсорбции этих адсорбатов поверхностями исходного и модифицированного $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Это связано с дополнительным к дисперсионному специфическим взаимодействием π -электронных связей сорбатов с активными центрами поверхности адсорбентов (образование π -комплексов донорно-акцепторного типа).

Удерживаемые объемы, величины и селективность адсорбции при одних и тех же равновесных давлениях увеличиваются при переходе от $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$ к о- $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$.

Нанесение на поверхность $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ наночастиц Ni сопровождается уменьшением V_m для всех адсорбатов и уменьшением селективности адсорбции этих соединений по сравнению с исходным носителем ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) в случае 6% $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ и увеличением - в случае 3% $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Работа проводилась при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 08-03-00824).

**ОЦЕНКА НАДЕЖНОСТИ КОНСЕРВАЦИИ И ХРАНЕНИЯ ПРОБ,
ОТОБРАННЫХ ДЛЯ АНАЛИЗА МЕТОДОМ ВЭЖХ С ПОМОЩЬЮ
ИЗМЕРЕНИЯ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО
ПОТЕНЦИАЛА**

Н. А. Хохрина¹, В.А. Колесников¹, С.А. Парамонов², А. К. Буряк²

¹ ГОУ ВПО Российский химико-технологический университет
имени Д.И. Менделеева

² Учреждение Российской академии наук
Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,
Москва

При проведении скрининговых анализов на обширных территориях с целью определения целевых компонентов необходим надежный метод контроля за качеством хранения отобранных проб. При наличии в водных пробах окислителей или восстановителей, возможно их взаимодействие с анализируемыми веществами. Для предотвращения такого взаимодействия необходимо «консервировать» пробы, добавляя окислитель или восстановитель в зависимости от потенциала раствора пробы. Проведено исследование влияния концентрации, ионной силы и рН растворов нитробензойных кислот и производных изотиоцианатов с помощью редоксометрического стеклянного Eh-электрода (измерение потенциала) и стеклянного электрода ЭСЛ-43-07-СР (измерение рН). Для рН и Eh построены кинетические кривые, демонстрирующие стабильность проб в выбранных оптимальных условиях хранения. Методом ВЭЖХ проведен анализ целевых компонентов и их метаболитов, образовавшихся при различных условиях хранения. Даны рекомендации по оптимизации условий «консервации» и хранения водных проб исследованных соединений.

АДСОРБЦИЯ ВИТАМИНА Е НА МЕЗОПОРИСТОМ МАТЕРИАЛЕ МСМ-41

*Е.В. Бородина¹, О.О. Крижановская¹, Ф. Ресснер², С.И. Карпов¹,
В.Ф. Селеменев¹*

¹ Воронежский государственный университет, 394054, Воронеж,
Университетская площадь, д. 1

² Carl v. Ossietzky University, Industrial Chemistry 2, D-26111,
Oldenburg, Germany

e-mail: evborodina@gmail.com, frank.roessner@uni-oldenburg.de

Витамин Е (α -токоферол) является важнейшим природным антиоксидантом, предотвращает липиды от окислительного распада и служит в качестве консервантов для них. Витамин Е применяется во время восстановительной терапии больных, перенесших инфаркт миокарда с целью раскупорки кровеносных сосудов. Адсорбция витамина Е на сорбентах различного типа представляет интерес ввиду применения насыщенных α -токоферолом образцов в фармацевтической промышленности и медицине [1].

В последнее время интенсивно развивается направление сорбции биомакромолекул на упорядоченных мезопористых материалах силикатной и углеродной природы. Подобные материалы являются перспективными адсорбентами благодаря наличию упорядоченной структуры и пор, строго определенной формы и размера, наряду с высокими площадью поверхности и объемом пор [1].

Исследована сорбция α -токоферола из этанольного раствора на мезопористом адсорбенте типа МСМ-41. Показано, что данный материал является эффективным сорбентом для извлечения витамина Е.

G. Chandrasekar, A. Vinu, V. Murugesan, M. Hartmann Adsorption of vitamin E on mesoporous silica molecular sieves / Studies in Surface Science and Catalysis, V. 158, p. 1169 – 1176

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ВЫДЕЛЕНИЯ ФЕНИЛАЛАНИНА ИЗ СМЕСИ С ДИГИДРОФОСФАТОМ КАЛИЯ МЕТОДОМ ДИАЛИЗА С ПРОФИЛИРОВАННОЙ СУЛЬФОКАТИОНООБМЕННОЙ МЕМБРАНОЙ

Е. А. Воробьева, В. И. Васильева, О. В. Григорчук, О. А. Лаврентьева

Воронежский государственный университет, г. Воронеж

Для выделения ароматических аминокислот в биотехнологии их необходимо отделять от остатков питательной среды после микробиологического синтеза. Наиболее перспективный метод при обработке растворов содержащих электролиты – диализ с ионообменными мембранами. Препятствием на пути внедрения диализа как метода выделения является низкая скорость диффузии вещества через мембрану. Для ее увеличения в работе использованы дополнительные эффекты, в частности, гидродинамическая интенсификация и применение катионообменной мембраны в водородной форме («эффект облегченного переноса»).

Сопряжение потоков аминокислоты и минерального компонента в сульфокатионообменной мембране приводило к уменьшению эффективности разделения со временем, однако при диализе эквимольярных растворов величина фактора разделения оставалась достаточно высокой $S_F = 7,5$.

При изучении возможности гидродинамической интенсификации диализа фенилаланина и дигидрофосфата калия выявлен значительный рост коэффициента разделения с увеличением скорости подачи исходного раствора. Для создания оптимальных условий диффузионного переноса и выделения рекомендованы гетерогенные катионообменные мембраны в водородной форме с геометрически неоднородной профилированной поверхностью.

Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ, проект 09-03-97567-р_центр_а.

РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСНОЙ МЕТОДОЛОГИИ ВЫДЕЛЕНИЯ ТРОМБОДЕФЕНСИНОВ МЕТОДАМИ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Н. И. Горшков, И. И. Малахова, В. Д. Красиков

Учреждение Российской академии наук Институт высокомолекулярных соединений РАН 199004 Санкт-Петербург, Большой пр., 31

На основе разработанных методов фотоиницированной радикальной сополимеризации получены монолитные сорбенты с заданными реологическими характеристиками, пригодные для разделения тромбоцитарных катионных белков (ТКБ). Полученные полимерные матрицы, содержащие терминальные реакционноспособные эпокси-группы, позволяют их легко модифицировать с целью получения сорбентов с теми или иными свойствами. Было проведено разделение модельных смесей белков методами традиционной обратно фазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ) и ВЭЖХ на монолитных сорбентах. Была разработана методика предварительного выделения ТКБ из тромбоцитарной массы человеческой крови, основанной на методах ультрацентрифугирования и диализной очистки. Изучена возможность выделения целевых микробицидальных пептидов с относительно небольшой молекулярной массой методом твердофазной экстракции на сорбентах различных типов (нормально- (НФ) и обратнофазных (ОФ), на катионобенниках различных типов, ультракоротких монолитных колонках), в том числе и в микропрепаративном режиме. Проведено изучения хроматографического поведения выделенных пептидов методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) на пластинах, покрытых слоем полимерного монолитного сорбентапоказавшего хорошую сходимость с данными ВЭЖХ на обратнофазных и монолитных сорбентах. Сопоставление хроматографических данных позволяет сделать заключение, что после процедуры предварительной очистки (ультрацентрифугирование, диализ, твердофазная экстракция) возможно получить мажорный продукт белкового происхождения.

Работа была выполнена при поддержке гранта РФФИ № 08-04-99105-р_офи

**ИОНООБМЕННАЯ И НЕОБМЕННАЯ СОРБЦИЯ
ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ ВЫСОКООСНОВНЫМ
АНИОНООБМЕННИКОМ АВ-17 В РАЗЛИЧНЫХ ИОННЫХ ФОРМАХ**

Е.В. Бондарева, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, В.Н. Вережников,

Е.В. Крохина.

ГОУ ВПО «Воронежский государственный университет», г. Воронеж

e-mail: ppsezina@mail.ru, (4732)208-932

Ценные практические свойства поверхностно-активных веществ (ПАВ) обусловили интенсивное развитие их производства и все более широкое внедрение в разнообразные отрасли промышленности. С увеличением объема использования ПАВ возникли существенные затруднения при их удалении из объектов окружающей среды. Для очистки воды от ПАВ используют ионный обмен и сорбцию. Процессы с участием больших органических ионов несут некоторые специфические черты, связанные с особенностями взаимодействий сорбат-сорбат, сорбат-сорбент, растворитель-сорбат-сорбент. Влияние гидратации, изменение условий взаимодействия в системе ионит – вода – органический ион приводит к сложному характеру массопереноса ионов и молекул в системе. Появляется необходимость учета взаимного влияния диффундирующих ионов растворенных веществ и массопереноса растворителя. Для выяснения подобного влияния рассмотрены закономерности сорбции анионного поверхностно-активного вещества (АПАВ) додецилсульфата натрия (ДДС Na) ионообменником АВ-17 -8 и АВ-17-2П в ОН⁻- и СГ⁻-формах.

В ходе работы было установлено, что изотермы сорбции рассматриваемого ПАВ имеют выпуклый вид. В области концентраций ниже критической концентрации мицеллообразования ($KKM_{\text{ДДС Na}} = 8.15$ ммоль/л) поглощение ПАВ анионитами возрастает с увеличением концентрации вещества в растворе. При контакте с растворами с концентрацией выше ККМ

достигается насыщение ионообменников, происходит снижение сорбции вещества. Величины констант распределения ДДС Na снижаются для пористых и гелевых анионообменников в ОН- и Cl-формах с ростом концентрации ПАВ и имеют значения от 120 до 4000

Показано, что для сорбентов АВ-17-8 и АВ-17-2П В ОН-форме четко прослеживается тенденция увеличения доли необменной составляющей с ростом концентрации. Для ионитов в Cl-форме эта тенденция выражена слабо.

По данным ИК-спектроскопии установлено влияние воды на сорбцию ПАВ. Полученные данные указывают на необходимость изучения набухания ионообменников в растворах ПАВ для уточнения механизма массопереноса как поверхностно-активного вещества, так и растворителя.

ВЛИЯНИЕ СОРБЦИИ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ НА НАБУХАНИЕ АНИОНООБМЕННОЙ СМОЛЫ АВ-17-2П В СЛ-ФОРМЕ

Е.В. Бондарева, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, В.Н. Вережников,

Е.В. Крохина.

ГОУ ВПО «Воронежский государственный университет», г. Воронеж

e-mail: ppsezina@mail.ru, (4732)208-932

Производство и широкое применение синтетических поверхностно-активных веществ обусловило поступление их со сточными водами во многие водоемы. Неэффективность очистки воды от ПАВ на современных водопроводных очистных сооружениях определяет актуальность разработки различных вариантов технологии очистки воды от них. Наиболее перспективными являются сорбционные методы с использованием синтетических ионообменников. Набухание является важнейшим свойством ионитовых смол, определяющим способность их к реакции обмена. Закономерности, наблюдаемые при набухании ионитов, могут объяснять причины селективности. В настоящей работе проведены исследования по изучению кинетики набухания ионообменной смолы АВ-17-2П в СI-форме при сорбции додецилсульфата натрия (ДДС Na).

В ходе эксперимента было установлено, что кинетические кривые набухания проходят через максимум, что связано с наложением процессов массопереноса воды и поверхностно-активного вещества в фазе сорбента. Эффект усиливается с увеличением количества вещества в растворе. Максимальная степень набухания уменьшается при увеличении концентрации раствора ДДС Na. Вид кинетических кривых набухания определяет соотношение количества воды, поглощенной в начальный момент времени, и количество сорбированного ПАВ. Сорбция ДДС Na приводит к десорбции молекул воды. Таким образом, количество воды, десорбирующейся под действием органического вещества, пропорционально

количеству органического вещества. С позиций формальной кинетики этот процесс может быть описан уравнением:

$$Q_w = Q_w^{\max} (1 - \exp(-k_w t)) - k Q_A^{\max} (1 - \exp(-k_A t)), \quad (1)$$

где Q_w - общее количество воды в фазе ионита; k_w , k_A - константы скорости поглощения воды и дифильного вещества соответственно; k - коэффициент пропорциональности, характеризующий гидрофобность сорбируемой молекулы.

Анализ уравнения (1) показывает, что чем больше сорбция органического вещества, гидрофобность молекулы, а также выше кинетический коэффициент массопереноса ПАВ, тем больше десорбция растворителя из ионообменника.

НОВОЕ В ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

15 лет назад в Краснодаре было создано научно-производственное предприятие-
ЗАО «Сорбполимер», специализирующиеся на разработке и производстве материалов и оборудования для тонкослойной хроматографии (ТСХ).

С первых лет работы был налажен промышленный выпуск пластин для ТСХ, а также выпуск оригинального специального оборудования и приборов для анализа методом ТСХ лекарственных средств и компонентов для их производства, биологических жидкостей человека, с/х сырья и продовольствия, наркотических веществ, объектов окружающей среды и др.

Потребителями сериальной продукции ЗАО «Сорбполимер» являются лаборатории фармпредприятий и центров контроля лекарственных средств, больниц, наркологических диспансеров, бюро судмедэкспертизы, госсанэпиднадзора, станций защиты растений и ветлабораторий, предприятий и НИИ продовольственных отраслей, а также криминалистические службы МВД, Госнарконтроля и таможенного комитета.

Номенклатура выпускаемых пластин постоянно расширяется и в настоящее время количество аналитических и высокоэффективных **пластин** на лавсановой или алюминиевой подложке превышает 20 типоразмеров.

Постоянно совершенствуются и создаются новые приборы, улучшающие методику и расширяющие диапазон применения ТСХ. Так, например, вместо двух УФ-облучателей выпускается **облучатель УФС-254/365** в котором установлены две более надежные лампы с ультрафиолетовым излучением с длиной волны 254 и 365 нм. При работе с этими облучателями не требуется затемнение помещения. Для равномерного нанесения на пластины проявляющего реагента создан **прибор ПОЖ-2** для погружения пластин в раствор.

Существенно расширяет возможности и диапазон применения ТСХ создание **Денситометра Сорбфил** использование которого обеспечивает перевод ТСХ из качественного метода в **количественный**. Денситометр Сорбфил, используя изображение хроматограмм, позволяет произвести два вида количественных расчетов:

- расчет процентного состава вещества в смеси,
- расчет концентрации вещества в пробе.

Денситометр не требует изменения существующих методик ТСХ и может

рассчитать любую хроматограмму, видимую при дневном свете или в ультрафиолетовом излучении с длиной волны 254 или 365 нм.

Переход к количественному методу ТСХ существенно повысил требования к точности нанесения проб анализируемых веществ и стандартов на пластины. Эта задача успешно была решена созданием автоматических и механического аппликаторов.

Аппликатор механический Sorbfil обеспечивает ступенчатое перемещение штока микрошприца при котором на пластину наносится по 0,2 мкл раствора.

Аппликаторы автоматические АПА-1 и АПА-2 обеспечивают (с помощью персонального компьютера) нанесение проб в виде пятен или полос на пластины размером до 200x200 мм. Нанесение проб производится бесконтактно (напылением сжатым воздухом).

Аппликаторы АПА-1 и АПА-2 имеют магазин для проб на 10 и 24 ячейки соответственно.

Денситометр Сорбфил, оборудование и пластины сертифицированы и внесены

в Государственный Реестр средств измерений (номер гос. регистрации 23965-02).

Подробнее ознакомиться с выпускаемым оборудованием и материалами можно

на сайте <http://www.sorbfil.com/> либо по адресу: 350072 г.Краснодар, ул.Тополиная Аллея, 10, тел./факс (861) 252-04-81.



Дзержинский завод по производству
хроматографов и лабораторной мебели
ООО «ХИМАНАЛИТСЕРВИС»

**606002, г. Дзержинск
Нижегородской обл.,
ул. Лермонтова, д.20, кор.83
E-mail: mail@has.ru**

Группа компаний ООО «ХРОМОС» и ООО «Химаналитсервис» - современное предприятие. Виды деятельности:

- разработка и серийное производство комплексов хроматографических газовых «Хромос ГХ-1000»;
- разработка и серийное производство хроматографов жидкостных «Хромос ЖХ-301»;
- программное обеспечение для обработки информации в комплекте с АЦП;
- модернизация и автоматизация парка устаревших хроматографов;
- постановка методик хроматографического анализа;
- производство металлической лабораторной мебели с эпоксиполиэфирным покрытием;
- производство металлической мебели общего назначения и изделий из листового металла.

На предприятии создан профессиональный коллектив специалистов по всем направлениям деятельности. В 2008 году запущен в эксплуатацию новый производственный цех. Предприятие укомплектовано самым современным высокопроизводительным оборудованием. Нами оформлены следующие документы:

лицензия по изготовлению и ремонту средств измерений, сертификаты об утверждении типа средств измерений (Россия, Беларусь, Украина, Казахстан), санитарно-эпидемиологические заключения на производство и продукцию, сертификаты соответствия системы менеджмента качества предприятия ГОСТ Р ИСО 9001-2001, регистрационные удостоверения и лицензия на осуществление деятельности по производству медицинской техники, выданные Федеральной службой по надзору в сфере здравоохранения и социального развития, свидетельство о метрологической аттестации на программное обеспечение «Хромос».

Комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000» разработан по заданию и с участием ведущих специалистов ОАО «Сибур-Нефтехим». Серийное

производство началось в конце 2005 года. В это время на российском рынке уже широко представлены многие отечественные и зарубежные производители хроматографов. Хроматограф «Хромос ГХ-1000» создавался с учетом анализа достоинств и недостатков имеющихся на рынке приборов.

В основу хроматографа положена многопроцессорная модульная схема. Каждый модуль оснащен микропроцессором и памятью, в которой хранится информация о рабочих настройках. Модули хроматографа и центральный процессор объединены во внутреннюю информационную сеть. Обмен информацией и управление модулями производится по цифровой шине без искажения сигнала. Это позволяет резко уменьшить количество соединений, кабелей и исключить взаимовлияние модулей. По каждому объекту идет постоянная регистрация всех рабочих параметров с момента включения прибора, информация передается на центральный процессор и накапливается в специальном файле программного обеспечения, по которому можно проанализировать работу любого объекта, провести диагностику состояния прибора. При необходимости Заказчик может направить в наш адрес по электронной почте файл с записями работы модулей для проведения консультаций с нашими специалистами. Реализована возможность диагностики хроматографа на расстоянии. Трансформаторная схема питания обладает повышенной помехоустойчивостью. Постоянство протокола обмена программного обеспечения нижнего уровня гарантирует взаимозаменяемость электронных модулей для хроматографов разных лет выпуска, что облегчает последующую модернизацию и ремонт прибора. Одна зона доступа к электронике и газовой схеме – с задней части прибора. Отсутствует необходимость снятия боковых стенок при обслуживании и ремонте.

Хроматографы «Хромос ГХ-1000» комплектуются:

- до 12 регуляторов газовых потоков;
- детекторами ПИД, ДТП (различных модификаций), ТИД, ЭЗД, ПФД, ФИД;
- дополнительными устройствами: испарители, краны-дозаторы (Valco и собственного производства), метанатор, устройство дозирования сжиженных газов, термодесорбер, дозатор равновесного пара, дозаторы автоматические LabHut (жидкостные и парофазные), микрошприцы, генераторы водорода и азота, компрессоры, фильтры каталитической очистки;
- колонки капиллярные и насадочные в широком ассортименте;
- сопутствующее оборудование и материалы, необходимые для решения различных аналитических задач.

Применение хроматографов «Хромос ГХ-1000» в различных отраслях промышленности:

- газовая и нефтяная промышленность: анализ компонентного состава природного газа по ГОСТ 31371-2008; анализ сырого газа с месторождений; анализ состава попутного нефтяного, сжиженного, сухого, товарного газа; углеводородного состава нефтей; определение серосодержащих соединений в газе; влажности газа; определение бензола и ароматических соединений в бензинах и дизтопливах и др.

- сельское хозяйство и пищевая промышленность: определение остаточного количества пестицидов в различных объектах; определение полихлорированных бифенилов; анализ жирнокислотного состава растительных и сливочных масел; определение эруковой кислоты в растительных маслах; определение примесей в ликеро-водочной продукции и др.

- медицина, судебно-медицинская экспертиза, криминалистика: определение в биожидкостях наркотических, токсичных, лекарственных средств, стероидов, этанола, угарного газа; определение примесей в растворителях; различные аналитические задачи при производстве иммунопрепаратов, а также внедрение передовой медицинской технологии определения короткоцепочных жирных кислот в биологических субстратах и др.

- энергетика: анализ газов, растворенных в трансформаторном масле и ионола; анализ компонентного состава природного газа и др.

- металлургическая промышленность: анализ технологических газов; определение взрывоопасных примесей (предельные и непредельные углеводороды) в газообразном и жидком кислороде, очищенном сжатом воздухе.

- охрана окружающей среды: аналитические задачи в соответствии с ПНД Ф и МУК.

Огромное количество аналитических задач реализовано на предприятиях химической и нефтехимической промышленности.

Активно развивается сотрудничество с ведущими научно-исследовательскими и отраслевыми институтами, государственными и техническими университетами.

Хроматограф жидкостный «Хромос ЖХ-301» выполнен в виде блочно-модульной конструкции, позволяющей путем наращивания числа модулей и их замены реализовать все многообразие методов жидкостной хроматографии: изократический и градиентный варианты, ионную и обращенно-фазную хроматографию с различными типами детекторов. В хроматографе используются

насосы высокого давления Lab Alliance (США) или «Alpha» (Чехия), которые отличаются высокой надежностью в работе, химической инертностью материалов тракта, стабильностью потоков элюента.

Детекторы используются как собственной разработки (кондуктометрический, электрохимический), так и ведущих зарубежных фирм (спектрофотометрический, флюориметрический, рефрактометрический). В отделе жидкостной хроматографии работают опытные специалисты. Главная задача - реализовать многообразие методик.

Хроматографы «Хромос ЖХ-301» успешно эксплуатируются в различных отраслях промышленности и организациях: химические и нефтехимические предприятия; организации Минсельхоза (ветлаборатории, Россельхозцентр, Россельхознадзор, центры агрохимслужбы); научно-исследовательские институты; медицинские центры, предприятия по производству иммунопрепаратов; центры гигиены и эпидемиологии; центры стандартизации и метрологии, водоканалы и др.

Аналитические задачи: определение микотоксинов, консервантов, антибиотиков, витаминов, аминокислот, тяжелых металлов, нелетучих гербицидов, нитратов, полиядерных ароматических соединений, в частности, бенз(а)пирена, анионов, фенола, катехоламинов, катионов в различных объектах, природоохранные методики. На предприятиях по производству иммунопрепаратов реализованы методики определения состава стабилизаторов (каприлат-иона), определения состава альбумина и иммуноглобулина методом ионэксклюзивной хроматографии. На предприятиях химического комплекса реализованы методики определения молекулярно-массового распределения полимеров.

Вся наша деятельность направлена на развитие сотрудничества, повышение профессионального уровня всех специалистов. Постоянно проводится работа по совершенствованию выпускаемого оборудования.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

<i>Алексеева А.В.</i>	5	<i>Вьюков А.А.</i>	34
<i>Амирова З.К.</i>	111	<i>Гарькин В.П.</i>	32
<i>Анисимович И.П.</i>	18	<i>Глазков И.Н.</i>	4
<i>Арутюнов Ю.И.</i>	94	<i>Глухова Т.А.</i>	53
<i>Асламазова Т.А.</i>	92	<i>Горленко Л.Е.</i>	88
<i>Атаян В.З.</i>	72, 73	<i>Горшков А.В.</i>	23
<i>Афонина Д.О.</i>	73	<i>Горшков М.В.</i>	23
<i>Балдин М.Н.</i>	26	<i>Горшков Н.И.</i>	116
<i>Баннных А.А.</i>	112	<i>Гостищев И.А.</i>	63
<i>Белая Е.В.</i>	72	<i>Григорчук О.В.</i>	115
<i>Беленькова Е.В.</i>	38, 39, 40	<i>Григорьев А.М.</i>	65
<i>Белоусова З.П.</i>	97, 99	<i>Грузнов В.М.</i>	26
<i>Белякова Л.Д.</i>	13	<i>Гуляев И.В.</i>	60
<i>Березкин В.Г.</i>	31, 93	<i>Гуськов В.Ю.</i>	14, 75
<i>Бессонова Е.А.</i>	108	<i>Гуцин А.В.</i>	50, 51, 68
<i>Бобылёва М.С.</i>	34	<i>Даванков В.А.</i>	1, 31, 109
<i>Бондарева Е.В.</i>	117, 118	<i>Дейнека В.И.</i>	18, 62-64
<i>Бородина Е.В.</i>	114	<i>Дейнека Л.А.</i>	18, 62-64
<i>Бочкарёва Л.В.</i>	43, 45	<i>Дёмин А.А.</i>	2
<i>Буланова А.В.</i>	100-103	<i>Денисов С.А.</i>	13
<i>Бурматнова Т.С.</i>	99	<i>Дутов А.А.</i>	38-40
<i>Буряк А.К.</i>	20, 22, 32, 33, 54, 79-81, 85, 113	<i>Евреинов В.В.</i>	23
<i>Валинурова Э.Р.</i>	14	<i>Евтюгина Е.Н.</i>	93
<i>Васильева В.И.</i>	115	<i>Егорова К.В.</i>	103
<i>Верезников В.Н.</i>	117, 118	<i>Елипашева Е.В.</i>	105
<i>Верховых Р.А.</i>	68	<i>Емельянова Г.И.</i>	88
<i>Викторова Е.Н.</i>	90	<i>Емельянова Н.С.</i>	106
<i>Вилкова А.Н.</i>	30	<i>Ермолина А.В.</i>	38-40
<i>Вирясов М.Б.</i>	112	<i>Жуховицкий А.А.</i>	60
<i>Власенко Е.В.</i>	28, 88	<i>Занозина В.Ф.</i>	76-78
<i>Власова Ю.В.</i>	101	<i>Землянов С.А.</i>	100
<i>Волкова Н.В.</i>	87	<i>Зенкевич И.Г.</i>	16, 66, 67, 69, 74,
<i>Воробьёва Е.А.</i>	115	<i>Зыкова С.И.</i>	52
<i>Ворожцов Д.Л.</i>	21, 47	<i>Ивлева Е.С.</i>	69

<i>Ильин М.М.</i>	10, 52	<i>Ланин С.Н.</i>	28, 88, 112
<i>Каламбет Ю.А.</i>	24	<i>Ланина К.С.</i>	28, 88
<i>Капинус Е.Н.</i>	59	<i>Ларин А.В.</i>	82, 83
<i>Каратаев Е.Н.</i>	76, 76	<i>Ларионов О.Г.</i>	6, 13, 27, 57, 58, 61, 84,
<i>Карпов С.И.</i>	114, 117, 118	<i>Литвинцева О.Н.</i>	38-40
<i>Карцова Л.А.</i>	5, 30, 107-109	<i>Малахова И.И.</i>	116
<i>Крижановская О.О.</i>	114	<i>Мартыч Ю.Н.</i>	30
<i>Кирсанов Д.О.</i>	5	<i>Маткивская Ю.О.</i>	43-45
<i>Ковалев М.К.</i>	12	<i>Мищенко М.Н.</i>	38-40
<i>Ковалева Н.В.</i>	28, 112	<i>Морозов А.Д.</i>	41
<i>Колесников В.А.</i>	113	<i>Морозова Т.Е.</i>	67
<i>Коломиец Л.Н.</i>	61	<i>Мосягин П.В.</i>	42-45
<i>Колотилов П.Н.</i>	82, 83	<i>Муханова И.М.</i>	95
<i>Комаленкова Н.Г.</i>	37	<i>Мякишев А.А.</i>	102
<i>Копытин К.А.</i>	98	<i>Нефёдова Т.Н.</i>	9
<i>Коржова Л.Ф.</i>	111	<i>Никитин Д.А.</i>	38-40
<i>Королев А.А.</i>	90, 104	<i>Никитченко Н.В.</i>	94
<i>Косенко В.В.</i>	4	<i>Николаев А.В.</i>	109
<i>Красиков В.Д.</i>	116	<i>Николаева М.В.</i>	77
<i>Крестинина А.В.</i>	25	<i>Николаева О.А.</i>	35
<i>Крохина Е.В.</i>	117, 118	<i>Новикова Е.А.</i>	31
<i>Круглов Э.А.</i>	111	<i>Обрезков О.Н.</i>	112
<i>Крылов А.В.</i>	42-45	<i>Овечкин А.С.</i>	107
<i>Крылов В.А.</i>	11, 21, 29, 42, 44, 46-49, 105	<i>Онучак Л.А.</i>	31, 93-99
<i>Кудашева Ф.Х.</i>	14, 75	<i>Павлов М.Ю.</i>	96
<i>Кудряшов С.Ю.</i>	96, 98	<i>Павлова Л.А.</i>	31
<i>Кузнецова Е.С.</i>	80	<i>Папиева И.С.</i>	5
<i>Кузьмин А.Г.</i>	25	<i>Парамонов С.А.</i>	22, 113
<i>Куликов Н.С.</i>	34	<i>Паркаева С.А.</i>	13
<i>Куликова Т.И.</i>	53	<i>Патрушев Ю.В.</i>	12, 35
<i>Кураева Ю.Г.</i>	95, 97, 98	<i>Пепеляев С.Г.</i>	3
<i>Курбатова С.В.</i>	106, 110	<i>Пивоварова Н.А.</i>	93
<i>Курганов А.А.</i>	90, 104	<i>Писарев О.А.</i>	8
<i>Куркин В.А.</i>	94	<i>Платонов В.И.</i>	97
<i>Кушакова А.С.</i>	74	<i>Платонов И.А.</i>	31, 94
<i>Лавреньтева О.А.</i>	115	<i>Позднова Т.П.</i>	104

<i>Поликарпов Н.А.</i>	108	<i>Сорокин А.А.</i>	32
<i>Полунин К.Е.</i>	82, 83	<i>Сорокина О.Н.</i>	72, 73
<i>Полунина И.А.</i>	82, 83	<i>Сорочкина Т.Г.</i>	29, 48, 49
<i>Пономарёв К.В.</i>	84	<i>Спиряева Е.А.</i>	95
<i>Пономарёва О.В.</i>	36	<i>Спицын Б.В.</i>	13
<i>Попов Р.Ю.</i>	95	<i>Срибная О.С.</i>	33
<i>Попова Т.П.</i>	104	<i>Старикова З.А.</i>	10
<i>Потолицына В.Е.</i>	108	<i>Степанов И.С.</i>	28
<i>Прокопов С.В.</i>	110	<i>Стоянова О.Ф.</i>	89, 91
<i>Пронин А.Я.</i>	54	<i>Сумина Е.Г.</i>	72, 73
<i>Прыткова Л.К.</i>	50, 51	<i>Сухарева Д.А.</i>	75
<i>Пурыгин П.П.</i>	33	<i>Сухова М.А.</i>	71
<i>Пыцкий И.С.</i>	79	<i>Сухоженко А.В.</i>	7, 57, 58
<i>Ревельский А.И.</i>	4, 59, 60	<i>Таякина О.Я.</i>	86, 87
<i>Ревельский И.А.</i>	4, 59, 60	<i>Титов Ю.А.</i>	25
<i>Ревина А.А.</i>	75	<i>Титова Ю.Л.</i>	38-40
<i>Редькин Н.А.</i>	32	<i>Третьяков М.Ю.</i>	63
<i>Рейнгерверц М.Д.</i>	107	<i>Туркельтауб Г.Н.</i>	36, 37
<i>Ресснер Ф.</i>	114	<i>Туртыгин А.В.</i>	62
<i>Родионов С.</i>	90	<i>Тюлина Н.Е.</i>	76, 77
<i>Рощина Т.М.</i>	86, 87	<i>Уколов А.И.</i>	66
<i>Рудаков О.Б.</i>	17, 65	<i>Ульянов А.В.</i>	22, 80
<i>Рудакова Л.В.</i>	17, 65	<i>Ульянова Е.В.</i>	6
<i>Рыболовлев В.Г.</i>	26	<i>Усова С.В.</i>	41
<i>Рыкалин В.И.</i>	50, 51, 68	<i>Фадеев А.Ю.</i>	86
<i>Сальников В.С.</i>	41	<i>Федичев И.С.</i>	100
<i>Селеменев В.Ф.</i>	89, 91, 114, 117, 118	<i>Фёдорова Е.Н.</i>	38-40
<i>Семёнова А.Н.</i>	38-40	<i>Федосеева М.В.</i>	4, 59
<i>Сергеев Г.М.</i>	42, 105	<i>Хабаров В.Б.</i>	15, 54-56
<i>Сергеева Н.С.</i>	10	<i>Хафиятова А.Р.</i>	98
<i>Сердюк Т.М.</i>	20, 85	<i>Хмелёва М.В.</i>	76, 77
<i>Серебрякова М.В.</i>	33	<i>Хохлов В.Ю.</i>	9
<i>Сидельников В.Н.</i>	12, 35	<i>Хохлова О.Н.</i>	9
<i>Сименел А.А.</i>	10, 52	<i>Хохлова Т.Д.</i>	28, 88
<i>Снегур Л.В.</i>	10, 52	<i>Хохрина Н.А.</i>	113
<i>Созин А.Ю.</i>	21, 46, 47	<i>Хрящикова Д.Н.</i>	28, 88

<i>Цюрупа М.П.</i>	1, 31	<i>Шахтамиров И.Я.</i>	111
<i>Цыбина С.Л.</i>	111	<i>Шашкин Д.В.</i>	51, 68
<i>Чванов В.О.</i>	97	<i>Швецов С.М.</i>	78
<i>Чепелянский Д.А.</i>	4, 60	<i>Ширяева В.Е.</i>	104
<i>Чернецова Е.С.</i>	4	<i>Шкутина И.В.</i>	89, 91
<i>Чернова О.Ю.</i>	21, 46, 47	<i>Шония Н.К.</i>	86, 87
<i>Чернышёв Е.А.</i>	37	<i>Эльтеков А.Ю.</i>	81
<i>Чиндяева Е.Г.</i>	101	<i>Эльтеков Ю.А.</i>	70, 71
<i>Чулков А.Н.</i>	64	<i>Эльтекова Н.А.</i>	70, 71
<i>Шайхисламов М.А.</i>	14	<i>Яшин А.Я.</i>	3
<i>Шарифьянова Л.Н.</i>	61	<i>Яшин Ю.С.</i>	4
<i>Шафигулин Р.В.</i>	100-103	<i>Яшин Я.И.</i>	3