



<https://doi.org/10.22184/2227-572X.2021.11.6>

Аналитика

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

436

НОВЫЙ МОСКОВСКИЙ ОФИС
КОМПАНИИ SARTORIUS
РАСПАХНУЛ ДВЕРИ
ДЛЯ КЛИЕНТОВ И ПАРТНЕРОВ

458

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ
ПОДХОДЫ К ИССЛЕДОВАНИЮ
КАЧЕСТВА ВИНODEЛЬЧЕСКОЙ
ПРОДУКЦИИ

450

ЭФФЕКТИВНЫЕ СПОСОБЫ
КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРИ
ПРОБОПОДГОТОВКЕ В СПЕКТРАЛЬНОМ
АНАЛИЗЕ ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

492

ПРЕПОДАВАНИЕ
АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ
СТУДЕНТАМ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ
СПЕЦИАЛЬНОСТИ

6

2021
ТОМ 11



ВНИИНМ
РОСАТОМ



422

У НАС БОЛЬШОЙ ПОТЕНЦИАЛ ДЛЯ РАЗВИТИЯ

Рассказывает генеральный директор
АО «ВНИИНМ»
имени академика А. А. Бочвара
Леонид Александрович Карпюк



Оптимальный способ безопасного хранения

Инновационные -86°C морозильные шкафы сверхнизких температур Liebherr: надежное долгосрочное хранение с минимальным потреблением энергии.

Качество, дизайн и инновации



Реклама

Модели: SUFsg 5001 / SUFsg 7001

home.liebherr.com

LIEBHERR

membraPure GmbH предлагает
системы очистки воды для всех
основных применений в лаборатории



Astacus²

Производит воду высокой
степени очистки (UPW)



Aquinity² P10

Производит воду высокой
степени очистки



miniTOC

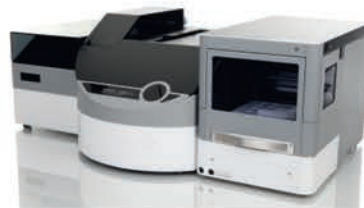
Контроль разных способов
очистки воды
в онлайн/офлайн-режиме

membraPure GmbH
Wolfgang-Küntschner-Str. 14,
16761 Hennigsdorf/Berlin, Germany
Tel.: +49 3302 - 201 20 0



Aquinity² P/E

Производит очищенную
и воду высокой степени
очистки



ARACUS

Высочайшая точность
анализа аминокислот



IONUS

Быстрое определение
катионов и анионов



sales@membrapure.de
www.membrapure.de

Opinion

L. A. Karpyuk

Large-Scale Development Programs are Designed to Meet the Challenges of Technology Leadership 422

Мнение

Л. А. Карпюк

Масштабные программы развития призваны решать задачи технологического лидерства

News

Focus on Chemistry. Announcements of the Latest Publications from the Information Bulletin of the Russian Chemical Society D. I. Mendeleeva 428

Новости

Химия в фокусе. Анонсы свежих публикаций из информационного бюллетеня Российского химического общества им. Д. И. Менделеева

Exhibitions and Conferences

A. E. Krylova, O. A. Lavrentieva, V. V. Rodchenkova

The New Moscow Office of Sartorius RUS Has Opened Its Doors for Partners and Clients 436

Выставки и конференции

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева, В. В. Родченкова

Новый московский офис «Сарториус РУС» распахнул двери для партнеров и клиентов

E. V. Rybakova

The First All-Russian Symposium and School-Conference of Young Scientists Physicochemical Methods in Interdisciplinary Environmental Research 442

Е. В. Рыбакова

Первый Всероссийский симпозиум и школа-конференция молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях»

Second All-Russian Conference Accreditation. Competence – 2021 448

Вторая Всероссийская конференция «Аккредитация. Компетентность – 2021»

Analytical Methods and Instruments

A. R. Tsygankova

Efficient Concentration Methods in Spectral Analysis of High-Purity Substances and Functional Materials 450

For spectral analysis matrix separation by distillation after chemical transformation is an effective way of concentrate impurities. The article shows various techniques of such a process – in one or two stages (for high-purity silicon, germanium and their oxides; oxides of bismuth, molybdenum and tungsten). In the article comparison of the list of determined impurities, LODs (limits of detection), other features of the AES and MS methods with matrix separation by distillation after chemical transformation is carried out. Matrix separation allows to reduce LODs

Аналитические методы и приборы

А. Р. Цыганкова

Эффективные способы концентрирования при пробоподготовке в спектральном анализе высокочистых веществ и функциональных материалов

Отделение основы пробы отгонкой после химического превращения – эффективный способ концентрирования примесей для их последующего спектрального анализа. В статье рассмотрены различные варианты реализации такого процесса – в один или два этапа, для высокочистых кремния, германия и их оксидов; оксидов висмута, молибдена и вольфрама. Проведено сравнение списка определяемых примесей, уровня пределов обнаружения и других

АНАЛИТИКА©

Перегистрирован в Федеральной службе по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций 7 сентября 2017 г., ПИ № ФС77-70983

Журнал издается с 2011 года 6 раз в год.

Журнал включен

в Российский индекс научного цитирования (РИНЦ), в Перечень рецензируемых научных изданий ВАК 18.03.2016.

На сайте Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU доступны полные тексты статей. Статьи из номеров журнала текущего года предоставляются на платной основе.

Учредитель – АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Генеральный директор:

О. А. Казанцева

Главный редактор:

В. Б. Барановская

Заместитель главного редактора:

В. В. Родченкова

Корректор:

А. В. Лужкова

Компьютерная верстка:

А. А. Небольсин

Руководитель проекта:

О. А. Лаврентьева, j-analytics@mail.ru

Ответственный секретарь:

Э. А. Газина, journal@electronics.ru

Сбыт и подписка:

А. А. Метлов, sales@technosphera.ru
Е. В. Зайкова, magazine@technosphera.ru

Тираж 4 500 экз. Цена договорная. Сдано в печать 16.11.2021, заказ № 212901.

© При перепечатке ссылка на журнал «АНАЛИТИКА» обязательна.

Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

Рукописи рецензируются, но не возвращаются. Срок рассмотрения рукописей – 6 недель.

За содержание рекламных материалов редакция ответственности не несет.

Отпечатано в соответствии с предоставленными материалами в ООО «Юнион Принт», г. Н. Новгород, ул. Окский съезд, д. 2

АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Адрес редакции:

Москва, ул. Краснопролетарская, д. 16, стр. 2
Тел.: +7 495 234-01-10
Факс: +7 495 956-33-46
journal@electronics.ru

Для писем:

125319, Москва, а/я 91
www.j-analytics.ru
elibrary.ru
www.e.lanbook.ru

СиСиЭс Сервис

1

415 (3)

to 10–8 wt.% for their AES determination and to 10–10 wt.% for MS determination. Intralaboratory precision of the developed methods is 0.2–0.3.

Keywords: high-purity substances, functional materials, trace impurities, concentration methods, spectral analysis

A. Yu. Kolesnov, S. R. Tsybalaev, F. H. Lamerdonova

Application of High-Performance Liquid Chromatography for Evaluation of Winemaking Products' Quality: Modern Methodical Approaches 458

The impact of plain caramel (Caramel I-Plain, E-150a) on the concentrations of furfural (FL) and hydroxymethylfurfural (HMF) in distillates was investigated by the method of high-performance liquid chromatography (HPLC). On 52 industrial samples with different geographical origin and aging periods, it was shown that

FL and HMF are present in brandy distillates in amounts of 11.0 and 10.5 mg / l, respectively, FL in wine distillates – less than 3.5 mg / l, HMF – is absent. Caramel contains FL and HMF in concentrations in the range from 170 to 12,500 mg / kg. The ratio between the amounts of FL and HMF in authentic distillates exceeds

1.0. Caramel addition shifts this ratio to values less than 1.0. The presented approach is used in a general analytical and expert algorithm for identification of component composition of winemaking products established in the National Standard GOST P 59570-2021.

Keywords: winemaking products, brandy distillate, plain caramel, high-performance liquid chromatography, identification of components, furan aldehydes, furfural, hydroxymethylfurfural, GOST P 59570-2021

M. I. Melnik

The New Approach to Improving the Accuracy of Elemental Analysis by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry 466

Information on advanced technologies and intelligent software products implemented in the new models of Agilent 5800 and 5900 ICP-OES optical emission spectrometers with inductively coupled plasma, which provide a completely new approach to improving the accuracy of analysis of samples of different nature and composition is presented. Analyzing real samples on the Agilent 5800 and 5900 ICP-OES using the intelligent IntelliQuant software suite quickly collects semi-quantitative data for elements across the entire spectral range and provides

особенностей разработанных методик количественного химического анализа на основе указанных способов отделения основы пробы. Отделение основы пробы отгонкой после химического превращения позволяет снизить пределы обнаружения примесей до 10–8 мас. при их АЭС-определении и до 10–10 мас при МС-определении. Внутрिलाбораторная прецизионность анализа составляет 0,2–0,3.

Ключевые слова: высокочистые вещества, функциональные материалы, микропримеси, методы концентрирования, спектральный анализ

А. Ю. Колеснов, С. Р. Цимбалаев, Ф. Х. Ламердонова

Применение высокоэффективной жидкостной хроматографии для исследования качества винодельческой продукции: современные методические подходы

Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) исследовано влияние простого карамельного колера (Caramel I-Plain, E-150a) на концентрации фурфурола (FL) и гидроксиметилфурфурола (HMF) в дистиллятах. На 52 образцах с разным географическим происхождением и сроками выдержки показано, что FL и HMF присутствуют в коньячных дистиллятах в количествах не более 11,0 и 10,5 мг / л соответственно, а в винных дистиллятах FL – не более 3,5 мг / л, HMF – отсутствует. FL и HMF в колере содержатся в концентрациях от 170 до 12500 мг / кг. Отношение между количествами FL и HMF в аутентичных дистиллятах составляет более 1,0. Внесение колера смещает это соотношение до значений менее 1,0. Представленный подход используется в едином алгоритме идентификации компонентного состава винодельческой продукции, установленном в ГОСТ P 59570-2021.

Ключевые слова: винодельческая продукция, коньячный дистиллят, высокоэффективная жидкостная хроматография, идентификация компонентов, фурановые альдегиды, фурфурол, гидроксиметилфурфурол, ГОСТ P 59570-2021

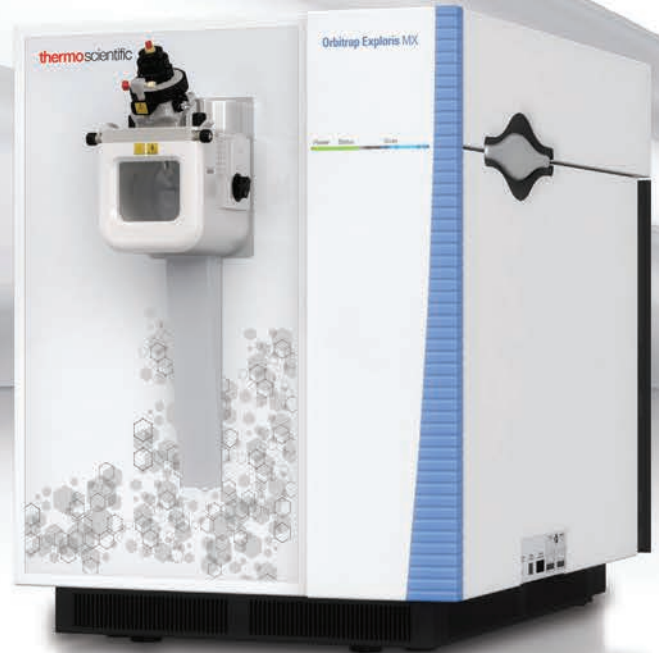
М. И. Мельник

Новый подход к повышению точности элементного анализа методом оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Представлены сведения о передовых технологиях и интеллектуальных программных продуктах, реализованных в новых моделях оптико-эмиссионных спектрометров с индуктивно связанной плазмой Agilent 5800 и 5900 ИСП-ОЭС, которые обеспечивают абсолютно новый подход к повышению точности анализа образцов различной природы и состава. В процессе анализа реальных образцов на Agilent 5800 и 5900 ИСП-ОЭС с помощью интеллектуального программного пакета IntelliQuant проводится быстрый сбор полуколичественных

Реклама в номере

Ipheb	449	ДЖЕОЛ (РУС)	IV обложка	ПТЯ	477
LabWare	419	Здравоохранение	479	Сарториус	вклейка
LGS Standards	421	И-Глобалэдж Корпорейшн	485	СиСиЭс Сервис	415
Liebherr-Russland	II обложка	Композит-Экспо	499	Термо Фишер	417
membraPure GmbH	413	ЛабТест	вклейка	Фармтех	441
Аналитика Экспо	III обложка	МЕТТЛЕР-ТОЛЕДО	491	Хамаматсу	457
Вакуумтехэкспо	483	Нордвестлаб	447	Шимадзу	435
ВНИИИМ им. ак. А.А. Бочвара	I обложка	Промышленные Экологические Лаборатории	вклейка		



Масс-спектрометр

Идеально подходит для рутинного мониторинга масс

Thermo Scientific™ Orbitrap Exploris™ MX идеально подходит для лабораторий, стремящихся ускорить коммерциализацию производства биотерапевтических препаратов с помощью ежедневного массового мониторинга.

Эта система дает возможность получить уверенные результаты в определении точной массы с высоким разрешением (HRAM), проста в использовании и позволяет легко обрабатывать полученные с помощью Thermo Scientific™ Chromeleon™ (CDS) хроматографические данные, соблюдая требования GMP.

Согласованная работа масс-спектрометров, входящих в систему Thermo Scientific™ Orbitrap Exploris™ MX, обеспечивает качественный перенос метода MS-сканирования.

Детектирование масс, соответствующих целевому назначению

Узнайте больше на thermofisher.com/OrbitrapExplorisMX

comprehensive information about the composition of the sample. After completing a full spectrum study, IntelliQuant validates the data and automatically determines the optimal wavelength for quantitative analysis of each element. Methods for the selection of emission lines taking into account the composition of the matrix and spectral interferences are described. The methods of visualization of the elemental composition using the heat map of the Periodic Table and the smart diagram are noted. Examples of the application of a new software product for the analysis of soil samples with aluminum additives are given.

Keywords: *precious metals, solid minerals, data reliability, ICP-OES, intelligent software package IntelliQuant*

A. M. Safiulina, A. A. Semenov, A. V. Lizunov, N. E. Borisova,
T. V. Makarova, G. A. Sharadze

Extraction, Purification and Concentration of Palladium From New Raw Material Sources Based on Spent Nuclear Fuel

The urgency of expanding the raw material base of platinum metals through the reprocessing of spent nuclear fuel (SNF) is shown. A review of promising methods for the extraction, purification and concentration of platinoids is carried out. The necessity of searching for new extraction reagents and improving the previously proposed technological schemes for obtaining acutely deficient palladium and other noble metals from spent nuclear fuel have been substantiated.

Keywords: *noble metals, platinum metals, platinoids, palladium, rhodium, ruthenium, platinum, osmium, iridium, raw materials, spent nuclear fuel, spent nuclear fuel, extraction, extractants*

данных для элементов по всему спектральному диапазону и предоставляется исчерпывающая информация о составе пробы. После завершения исследования полного спектра инструмент IntelliQuant проверяет данные и автоматически определяет оптимальную длину волны для количественного анализа каждого элемента. Описаны методики выбора эмиссионных линий с учетом состава матрицы и спектральных интерференций. Отмечены способы визуализации элементного состава с помощью «тепловых карт» Периодической таблицы Менделеева и интеллектуальной диаграммы. Приведены примеры применения нового программного продукта для анализа образцов почвы с добавками алюминия

Ключевые слова: *благородные металлы, твердые полезные ископаемые, достоверность данных, ИСП-ОЭС, интеллектуальный программный пакет IntelliQuant*

A. M. Сафиулина, А. А. Семенов, А. В. Лизунов, Н. Е. Борисова,
Т. В. Макарова, Г. А. Шарадзе

Извлечение, очистка и концентрирование палладия из новых сырьевых источников на основе отработавшего ядерного топлива

Показана актуальность расширения сырьевой базы платиновых металлов за счет переработки отработавшего ядерного топлива (ОЯТ). Проведен обзор перспективных методов извлечения, очистки и концентрирования платиноидов. Обоснованы необходимость поиска новых экстракционных реагентов и усовершенствование ранее предложенных технологических схем получения остро-дефицитного палладия и других благородных металлов из ОЯТ.

Ключевые слова: *благородные металлы, платиновые металлы, платиноиды, палладий, родий, рутений, платина, осмий, иридий, сырьевые источники, отработанное ядерное топливо, ОЯТ, экстракция, экстрагенты*

Редакционный совет

БАРАНОВСКАЯ Василиса Борисовна
доктор химических наук,
Институт общей и неорганической химии
им. Н. С. Курнакова РАН,
председатель ред. совета

ЗОЛОТОВ Юрий Александрович
доктор химических наук, академик РАН,
Химический факультет МГУ
им. М. В. Ломоносова

АПЯРИ Владимир Владимирович
доктор химических наук, Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова

БОЛДЫРЕВ Иван Владимирович
исполнительный директор Ассоциации аналитических центров «Аналитика»

ГАЛСТЯН Арам Генрихович
доктор технических наук,
профессор РАН, член-корреспондент РАН,
ВНИИПБивП

ДВОРКИН Владимир Ильич
доктор химических наук, Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН

ИСТОМИНА Наталья Леонидовна
доктор физико-математических наук,
начальник отдела – заместитель
академика-секретаря отделения
физических наук РАН

КАРЦОВА Людмила Алексеевна
доктор химических наук, профессор, Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета

КУЦЕВА Надежда Константиновна
кандидат химических наук,
Аналитический центр ЗАО «Роса»

МАРЮТИНА Татьяна Анатольевна
доктор химических наук, заведующая лабораторией концентрирования Института геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН

МИЛЬМАН Борис Львович
доктор химических наук,
Институт экспериментальной
медицины СЗО РАМН

НОВИКОВ Евгений Анатольевич
кандидат химических наук,
генеральный директор ООО «СокТрейд»

ПЕРМИНОВА Ирина Васильевна
доктор химических наук,
профессор, Химический факультет
МГУ им. М. В. Ломоносова

САНЖАРОВА Наталья Ивановна
доктор биологических наук, профессор,
член-корреспондент РАН,
директор ВНИИРАЭ

УСТЫНЮК Юрий Александрович
доктор химических наук, профессор,
главный научный сотрудник,
МГУ им. М. В. Ломоносова

ФИЛИППОВ Михаил Николаевич
доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией химического анализа Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН

ХАМИЗОВ Руслан Хажсетович
доктор химических наук,
Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН



LABWARE

для контроля
и обеспечения качества
на фармацевтическом
производстве

Отраслевое решение LabWare для фармацевтики предоставляет готовые к работе лучшие практики ЛИМС, основанные на более чем 20-летнем опыте в фармацевтической и биофармацевтической отрасли.

Решение отвечает современным потребностям бизнеса и позволяет аналитикам быстрее выполнять свою работу с использованием современных функций соответствия GxP. Гибкие варианты развертывания, расширенные средства управления конфигурацией обеспечивают экономичную поддержку ИТ.

Ключевые возможности:

- Комплексное управление контролем и обеспечением качества серий.
- Контроль образцов, тестов и партий с полной прослеживаемостью данных.
- Расширенное управление спецификацией продукта.
- Автоматическая маркировка, рабочие листы и формирование протоколов испытаний (CoA).
- Изучение стабильности и сроков годности, контроль хранения образцов стабильности.
- Мониторинг сред и помещений.
- Управление стандартами и реактивами.
- Контроль калибровки оборудования и его технического обслуживания.
- Гибкая интеграция, включая ERP/MES и системы управления документами.
- Интеграция оборудования, включая бесшовную интеграцию с системой Empower и другими системами данных хроматографического анализа (CDS).
- KPI, построение трендов и диаграмм.
- Поддержка при валидации (IQ/OQ).

Уже более 20 лет LabWare занимает лидирующие позиции на рынке ЛИМС. Программное обеспечение LabWare используется по всему миру тысячами лабораторий в самых разных отраслях. Комплексные услуги поддержки при внедрении, обучение и техническое сопровождение предоставляются нашей командой опытных профессионалов, работающих в глобальной сети офисов LabWare.



ООО ЛАБВЭА, г. Москва, тел. +7 495 134 37 47, e-mail: info@labware.ru

www.labware.com

www.labware.ru

Amino Acid Analyzer ARACUS 480 Анализатор аминокислот ARACUS

Analysis of the Crystal Structure of an Organic Powder Material Using a High-Resolution Optical System 484 Анализ кристаллической структуры органического порошкового материала с помощью оптической системы высокого разрешения

Dr. Markus Schubnell Д-р Маркус Шубнель

Polymorphism of Tristearin 486 Полиморфизм тристеарина

Active pharmaceutical ingredients, fats, oils, metals, salts and many other materials can exist in various crystalline forms. This phenomenon is called polymorphism. In this article, using the example of tristearin, it is shown that polymorphic materials can be investigated using Differential Scanning Calorimetry (DSC).

Активные фармацевтические ингредиенты, жиры, масла, металлы, соли и многие другие материалы могут существовать в различных кристаллических формах. Это явление называют полиморфизмом. В статье на примере тристеарина показано, что полиморфные материалы можно исследовать с помощью метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Personnel Training Подготовка кадров

O. V. Monogarova, E. I. Kalenikova О. В. Моногарова, Е. И. Каленикова

Teaching Analytical Chemistry to Students Pharmaceutical Specialty Faculty of Fundamental Medicine of Lomonosov Moscow State University 492 Преподавание аналитической химии студентам фармацевтической специальности факультета фундаментальной медицины МГУ им. М. В. Ломоносова

The features of the pharmaceutical specialty within the training of students of the Faculty of Fundamental Medicine of the Lomonosov Moscow State University. The most important aspects of teaching analytical chemistry to pharmacy students are discussed: orientation of the general course of analytical chemistry to future professional activities; development of new elective courses aimed at the specialized study of individual physical and chemical methods; research work dedicated to the development of new analytical approaches for solving pharmaceutical problems.

Рассмотрены особенности фармацевтической специальности в рамках подготовки студентов факультета фундаментальной медицины Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова. Обсуждены наиболее важные аспекты преподавания аналитической химии студентам-провизорам: ориентация общего курса аналитической химии на будущую профессиональную деятельность; разработка новых элективных курсов, направленных на специализированное изучение отдельных физико-химических методов; научно-исследовательская работа, посвященная разработке новых аналитических подходов для решения фармацевтических задач.

Keywords: analytical chemistry, pharmaceutical specialty, pharmaceutical analysis, teaching, higher professional education

Ключевые слова: аналитическая химия, фармацевтическая специальность, фармацевтический анализ, преподавание, высшее профессиональное образование

Annual Content 500 Годовое содержание

Издательство АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

«ЭЛЕКТРОНИКА:

Наука, Технология, Бизнес»

Научно-технический журнал, посвященный широкому спектру вопросов в области разработки и изготовления электронной и радиоэлектронной аппаратуры и ее компонентов, а также отраслевых тенденций и состояния рынка. Журнал ориентирован как на руководителей различного уровня, так и на научных и инженерно-технических работников в сфере проектирования и производства электроники, а также в смежных областях.

ISSN: 1992-4178

«ПЕРВАЯ МИЛЯ Last Mile»

Научно-технический журнал, посвященный технологиям и бизнесу телекоммуникаций, производства кабелей связи, телевизионного вещания, информационной безопасности. Особое внимание уделяется сетям широкополосного доступа и локальным телекоммуникационным сетям.

ISSN: 2070-8963

«НАНОИНДУСТРИЯ»

Научно-технический журнал, посвященный наноматериалам, наноэлектронике, нанодатчикам и наноустройствам, диагностике наноструктур и наноматериалов, нанобиотехнологиям и применению нанотехнологий в медицине.

ISSN: 1993-8578

«АНАЛИТИКА»

Межотраслевой научно-технический журнал о создании, изучении и применении новых веществ и материалов. Журнал посвящен инновационным междисциплинарным решениям и технологиям в химии и нефтехимии, науках о жизни, материаловедении, нанотехнологиях.

ISSN: 2227-572X

«ФОТОНИКА»

Научно-технический журнал по фотонным и оптическим технологиям, оптическим материалам и элементам, используемым в оптических системах, оборудовании и станках.

ISSN: 1993-7296

«СТАНКОИНСТРУМЕНТ»

Отраслевой научно-технический журнал, комплексно рассматривающий проблемы станкоинструментальной промышленности.

ISSN: 2499-9407

Издание книг

Подготовка и выпуск научно-технической и учебной литературы российских и зарубежных авторов в широком спектре научных дисциплин – от материаловедения и электроники до биологии, медицины и нанотехнологий. С ассортиментом книг издательства «ТЕХНОСФЕРА» (в том числе и с электронными версиями изданий) можно ознакомиться на нашем сайте.



ТЕХНОСФЕРА
РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР

www.technosfera.ru

Mikromol™

Узнайте, как мы можем стать вашим партнером для оценки качества с помощью фармацевтических эталонных образцов.

На протяжении 27 лет Mikromol является синонимом совершенства.

Разделение фаз при экстракции жидкость-жидкость Эналаприл малеат. (Примесь Имидазол, MM0015.02).

Мы являемся ведущим международным производителем и поставщиком средств обеспечения контроля качества, которые призваны усовершенствовать ваши программы тестирования и помочь в проведении аналитических испытаний.

Мы используем наш опыт для производства продукции в соответствии с высочайшим стандартом, включая ISO / IEC 17025 и ISO 17034, чтобы вы могли быть уверены в достоверности результатов, содержащихся в Сертификате Анализа продукта.

- Более пяти тысяч эталонных образцов Mikromol для АФС, примесей и вспомогательных веществ. По всему миру наши продукты применяются для разработки аналитических методик, валидации методов и контроля качества готовой продукции
- Постоянное наличие стандартных образцов на складе, в том числе Европейской Фармакопеи
- Комплексный подход в формировании заказов, в том числе производство эталонных образцов по индивидуальному заказу для выявления примесей и АФС
- Профильные команды для оказания поддержки при выборе эталонных образцов и проведении аналитических испытаний



Mikromol, достижение стандартов совместными усилиями.

- Детализированный протокол испытаний
- Сервисная служба на разных языках
- Опыт в обращении с контролируруемыми веществами
- Поддержка электронных заказов и интегрированные системы закупок
- Удобные покупки в онлайн-магазине

Контакты:

E-mail: ru@lgcgroup.com
Тел: +7 (495) 197 7801



Масштабные программы развития призваны решать задачи технологического лидерства

Рассказывает Леонид Александрович Карпюк, генеральный директор АО «ВНИИНМ» имени академика А. А. Бочвара



Совсем недавно, в 2020 году Высокотехнологическому научно-исследовательскому институту неорганических материалов имени академика А. А. Бочвара (АО «ВНИИНМ») исполнилось 75 лет. Ровесник атомной отрасли в нашей стране, ВНИИНМ сегодня – один из ведущих научно-исследовательских материаловедческих центров Госкорпорации «Росатом», входит в структуру управления Топливной компании Росатома «ТВЭЛ». ВНИИНМ можно по праву назвать флагманом отечественной атомной энергетики, наукоемкого производства и технологий ядерного топливного цикла.

О новейших разработках и их внедрении в производство, способах повышения эффективности бизнеса, создании топлива нового поколения безопасности, решении важнейшей задачи замыкания ядерного цикла и переработки ядерных отходов, подготовке высококвалифицированных кадров и многом другом нам рассказал генеральный директор АО «ВНИИНМ» Леонид Александрович Карпюк.

**Уважаемый Леонид Александрович!
Расскажите немного об истории института.**

Институт специальных металлов (Инспекмет, НИИ-9, ныне – АО «ВНИИНМ») был создан в 1944–1945 годах прошлого столетия для решения материаловедческих и технологических проблем разработки ядерного оружия с целью ликвидации монополии США в этой области.

При активном и непосредственном участии АО «ВНИИНМ» созданы атомный флот, современные АЭС и космические аппараты. Значительную роль сыграли ВНИИНМ и разработанные ими технологии в ликвидации последствий аварии на Чернобыльской АЭС. ВНИИНМ – активный участник крупных международных и национальных проектов, среди которых строительство ИТЭР (Международный термоядерный экспериментальный реактор), реализация российско-американского соглашения «ВОУ-НОУ», создание кольцевого коллайдера будущего, замыкание ядерного топливного цикла и др.

Каковы задачи и основные направления работы ВНИИНМ? Какие проекты реализуются в институте?

ВНИИНМ традиционно выполняет функцию главного конструктора-технолога твэлов (тепловыделяющий элемент) для всех типов реакторных установок. Институт продолжает НИОКР по созданию новых и усовершенствованию действующих конструкций твэлов с урановым топливом для тепловых реакторов ВВЭР-1000, ВВЭР-440, РБМК-1000, выпускаются технические проекты твэлов новых поколений. Мы занимаемся разработкой ядерного топлива на основе диоксида урана, технологиями его изготовления и внедрением в промышленное производство; совершенствуем топливные композиции для обеспечения высоких уровней выгорания, повышения экономической эффективности и конкурентоспособности топливных циклов тепловых энергетических

реакторов, в том числе топлива PWR для зарубежных потребителей. В сферу наших интересов входит разработка новых и модернизация известных циркониевых сплавов, технических требований к изделиям и технологическим процессам их изготовления, проведение дореакторных и послереактор-

ных исследований циркониевых комплектов для тепловыделяющих сборок (ТВС) атомных электростанций. Готовятся к внедрению новые, совершенствуются действующие технологические процессы производства конструкционных материалов тепловых реакторов АЭС. Разрабатываем разные варианты топлива нового поколения безопасности (толерантного топлива).

Качество разработанной продукции подтверждено опытом эксплуатации топлива на всех атомных станциях России, а также на АЭС Финляндии, Чехии, Словакии, Венгрии, Болгарии, Китая.

В сфере разработки твэлов для быстрых и газовых реакторов ВНИИНМ разрабатывает: топливо, твэлы, ПЭЛы и конструкционные материалы для перспективных реакторов на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем (типа БН); твэлы и конструкционные материалы активных зон реакторов на быстрых нейтронах с тяжелым жидкометаллическим теплоносителем (типа БРЕСТ и СВБР); совершенствуются конструкционные материалы активных зон, твэлов и ПЭЛов для реакторов БН-600, БН-800 и БН-1200; проводятся разработки твэлов на базе микросферического топлива для

**Начало эксплуатации
топлива
в энергетическом
реакторе – важный шаг
для коммерциализации
этого продукта**



высокотемпературных газовых реакторов. Кроме того, ВНИИНМ разрабатывает твэлы и топливо для реакторов различного назначения (транспортных, промышленных и исследовательских реакторов, атомных станций малой мощности); конструкции и технологии изготовления поглощающих элементов (СВП и ПЭЛ) и пусковых источников нейтронов (ПИН).

ВНИИНМ с момента создания решает научные и технологические задачи, связанные с переработкой облученного ядерного топлива (ОЯТ) быстрых и тепловых реакторов и обращением с радиоактивными отходами (РАО), возникающими в результате переработки ОЯТ.

Сегодня ВНИИНМ разрабатывает: технологии переработки ОЯТ быстрых реакторов и обращения с РАО опытно-демонстрационного энергокомплекса с пристанционным замкнутым топливным циклом (проектное направление «Прорыв»); инновационные технологические и аппаратурные решения переработки ОЯТ реакторов на тепловых нейтронах на базе опытно-демонстрационного комплекса ФГУП «ГХК»; технологические переделы гидрометаллургических методов переработки ОЯТ (быстрых и тепловых реакторов), включая оксидное, нитридное и металлическое ядерное топливо; высокотемпературные технологии обращения с РАО, включение РАО в стеклоподобные, минералоподобные и керамические матрицы.

В 2019 году Госкорпорация «Росатом» приступила к реализации амбициозного проекта по созданию исследовательского жидкосолевого реактора (ЖСР), который предполагается разместить на площадке ФГУП «ГХК». Научные исследования подтверждают,

что ЖСР является наиболее эффективным дожигателем минорных актинидов, прежде всего америдия, образующихся в ядерном топливе при эксплуатации энергетических реакторов. АО «ВНИИНМ» является организацией – научным руководителем в части топливного цикла ЖСР, то есть отвечает за разработку технологий создания топливных композиций, технологий регенерации отработавшего топлива и обращения с образующимися РАО. Успешное решение научно-технических проблем, связанных с созданием ЖСР станет важной ступенью на пути к замыканию ядерного топливного цикла.

Какое достижение вы считаете наиболее значимым?

Одной из основных задач не только для ВНИИНМ, но и для отрасли является проект создания топлива нового поколения безопасности, которое получило название «толерантное» топливо. В 2021 году специалисты института ведут работы по созданию технологии и изготовлению топлива на основе дисилицида урана. В конце прошлого года впервые был получен слиток этого материала, который по нашим расчетам способен обеспечить дополнительную безопасность использования топливных композиций за счет повышенной теплопроводности и как следствие повысить экономическую эффективность АЭС. В настоящий момент отработывается технология изготовления таблеток из этого материала с перспективой ее масштабирования для передачи на производственную площадку в текущем году. В сентябре 2021 года на энергоблоке № 2

Ростовской АЭС (филиал концерна «Росэнергоатом») началась опытно-промышленная эксплуатация тепловыделяющих элементов нового поколения безопасности. В рамках капитального ремонта в составе партии свежего топлива в активную зону реактора ВВЭР-1000 были загружены три комбинированные тепловыделяющие сборки конструкции ТВС-2М, каждая из которых содержит по двенадцать твэлов в инновационном исполнении: шесть изготовлены с применением в качестве конструкционного материала хром-никелевого сплава 42ХНМ и еще шесть – с обложками из циркониевого сплава



с хромовым покрытием. Эксплуатация топлива в энергетическом реакторе – важный шаг для дальнейшей коммерциализации этого продукта.

Каковы источники финансирования проектов?

Главным заказчиком работ для института является Топливная компания «ТВЭЛ» и Госкорпорация «Росатом», в состав которых входит АО «ВНИИНМ». Говоря об эффективности корпоративного управления, обращаюсь к цифрам. ВНИИНМ на протяжении последних пяти лет превышает плановые показатели по выручке. К примеру, по итогам работы в 2020 году, нам удалось заработать 5099 млн руб., что на 8% выше плана, установленного топливной компанией. Не будет преувеличением сказать, что ВНИИНМ демонстрирует устойчивую экономическую эффективность, что говорит о правильности выбранной модели взаимодействия.

Кроме финансирования в рамках традиционных проектов по ядерному топливному циклу, развивается и стимулирование инициативных работ ученых. Три года назад в госкорпорации «Росатом» была внедрена система аванпроектов, сформирован Единый отраслевой тематический план, что позволило инициировать целый комплекс разработок по предложению ученых АО «ВНИИНМ». В настоящее время реализуется программа развития техники, технологий и научных исследований в области использования атомной энергии (РТТН), которая недавно получила продолжение и финансирование до 2030 года. В рамках реализации РТТН специалисты института занимаются разработкой так называемых кандидатных материалов на перспективу.

Сегодня устойчивого роста бизнеса невозможно достичь только за счет повышения эффективности (снижения издержек, повышения производительности труда и т. д.), хотя работу в этом направлении надо продолжать. Нужны технологические прорывы, причем не только в основном бизнесе – производстве ядерного топлива и обогащенного урана – необходимо развитие новых перспективных направлений. И научно-исследовательские и опытно-конструкторские работы в этом играют ключевую роль. Такие масштабные программы развития призваны решать задачи технологического лидерства.

*Сегодня устойчивого
роста бизнеса
невозможно
достичь только
за счет повышения
эффективности*



В настоящий момент во ВНИИНМ реализуется 24 инвестиционных проекта, направленных как на техническое перевооружение и модернизацию научных подразделений, так и на развитие и поддержание инфраструктуры, обеспечение безопасности института и выполнение требований законодательства. Многие из них на начальном этапе были инициативными.

Какими ноу-хау обладает институт?

По данным на начало 2021 года, институт обладает правами на 599 новых научных разработок. АО «ВНИИНМ» в 2020 году в Российской Федерации подало десять заявок на изобретения, три заявки на полезные модели и две заявки на оформление программ для ЭВМ по переработке облученного ядерного топлива, топливным, конструкционным и функциональным материалам. Кроме того, институт направил

одиннадцать международных заявок по переработке ОЯТ, конструкционным и функциональным материалам. Специалисты института получили шесть патентов на изобретения и три патента на полезные модели. В 2020 году количество оформленных ноу-хау возросло на четверть и составило 114. При выполнении научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ активно используются полученные ранее ноу-хау.

Какой инфраструктурой располагает институт?

ВНИИНМ является Государственным научным центром и признанным лидером в области

материаловедения и технологий ядерного топливного цикла. Специалисты института являются разработчиками подходов к повышению эффективности научных процессов на всех стадиях жизненного цикла: от идеи до запуска в производство. Инфраструктура сконцентрирована именно на обеспечении потребностей разработки наукоемкой продукции. Кроме того, ВНИИНМ – одно из немногих столичных предприятий, обладающих большой территорией, собственными опытно-производственными мощностями, современным исследовательским и аналитическим оборудованием, а также штатом высококвалифицированных специалистов.

Какова роль института в подготовке кадров для отрасли?

Во ВНИИНМ успешно готовят кадры высшей квалификации для предприятий «Топливной компании». Развитие технологий, материалов, оборудования и повышение качества продукции возможно при условии накопления опыта и повышения квалификации сотрудников. Это в свою очередь предполагает наряду с практической деятельностью освоение новых знаний и навыков. Аспирантура ВНИИНМ обеспечивает этот процесс, способствуя решению научно-технических задач, стоящих перед компанией.

Сегодня институт ведет подготовку специалистов высшей квалификации по трем направлениям: «Ядерная, тепловая и возобновляемая энергетика и сопутствующие технологии», «Химические технологии» и «Технологии материалов». Всего же в аспирантуре обучаются 37 аспирантов, являющихся работниками АО «ТВЭЛ», АО «МСЗ», АО «ВПО Точмаш» и АО «ВНИИНМ».



Кроме того, в 2019 году руководство Топливной компании «ТВЭЛ» и НИЯУ МИФИ согласовали пятилетнюю программу совместных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ НИЯУ МИФИ и АО «ВНИИНМ» по совершенствованию материалов активных зон легководных реакторов на тепловых нейтронах на 2019–2023 годы. Работа направлена на научно-техническую поддержку совместной подготовки специалистов-материаловедов высшей квалификации для предприятий атомной отрасли в аспирантуре НИЯУ МИФИ. Совместная подготовка специалистов в области радиационного и реакторного материаловедения в НИЯУ МИФИ и АО «ВНИИНМ» продолжается силами преподавателей кафедры «Физические проблемы материаловедения» МИФИ в филиале, который находится во ВНИИНМ.

Как реализуется связь института с промышленностью?

Как и любой научно-исследовательский институт, ВНИИНМ специально создавался для организации научных исследований и проведения опытно-конструкторских разработок в интересах промышленного производства. Как я уже упоминал, основным нашим заказчиком является Топливная компания «ТВЭЛ» и Госкорпорация «Росатом», а значит и промышленные предприятия, входящие в их состав.

Как вы оцениваете состояние и перспективы развития профильных для института отраслей науки и промышленности в России?

Несколько лет назад большой популярностью пользовалась фраза «ренессанс атомной промышленности». Этот тезис справедлив и сегодня. По всему миру ведется строительство атомных энергоблоков российского образца, стартуют проекты по развитию малой атомной энергетики, разрабатываются новые типы ядерных энергоустановок. Отчасти это вызвано ростом энергопотребления в мире, а также трендами к переходу на безуглеродную энергетику. Таким образом, перспективы развития этих направлений очень высоки.

Каков вклад института в программу импортозамещения?

Во ВНИИНМ создано производство источников бета-излучения на основе трития. Производительность большинства стадий технологического процесса позволяет изготавливать продукцию в полупромышленных масштабах. Выпущена опытная партия, которая прошла все испытания.

На российском рынке аналогов этой разработки нет, так что у нас большой потенциал для развития.

Во ВНИИНМ созданы полупромышленные установки для отжига заготовок, насыщения источников тритием и финальной сборки. Для повышения безопасности работ при обращении с тритием создана уникальная система детритизации технологических газов методом фазового изотопного обмена. Тритий, который выходит из установки насыщения, попадает в специальный ресивер, где накапливается до определенной концентрации. После преодоления порогового значения тритий направляется в каталитический блок, где окисляется до воды. Затем поступает в колонну фазового изотопного обмена, где пары тритированной воды переводятся в жидкость, которая затем скапливается в специальном контейнере. Затем вода поступает в емкость с сухой цементной смесью, которая затвердевает, и можно сразу передавать контейнер в специализированную организацию по обращению с РАО. Степень детритизации воздуха в установке – 10^6 раз, то есть на выходе из системы поток в миллион раз чище, чем на входе.

Еще одним крупным импортозамещающим проектом, инициированным во ВНИИНМ, стало получение первых образцов длинномерного карбидокремниевое волокна. Наши специалисты получили образцы волокна из карбида кремния (SiC-волокна), содержащие 10-12% кислорода.

Это первый шаг к созданию бескислородного SiC-волокна (с содержанием кислорода менее 5%), который позволит ученым приблизиться к созданию тепловыделяющих элементов нового поколения на основе карбида кремния.

Дальнейшее совершенствование технологии изготовления бескислородного волокна существенно повысит жаропрочность, жаростойкость и коррозионную стойкость SiC-композита.

Институты Госкорпорации выполняют, прежде всего, прикладные работы, но некоторые изыскивают еще и возможность вести фундаментальные исследования. Как обстоят с этим дела у ВНИИНМ?

Действительно, большой объем работ приходится на прикладные НИОКР. Тем не менее, в институте реализуются и поисковые проекты. В частности,



в 2016 году был инициирован проект по созданию участка и разработке технологии изготовления твэлов из карбида кремния. В начале текущего года линия введена в эксплуатацию, она является уникальной и единственной в нашей стране. В рамках проекта отработаны технологии получения волокна из карбида кремния, изготовления образцов твэлов. Эти исследования привели к получению целого комплекса объектов интеллектуальной собственности, которые позволили развить новые компетенции материаловедения органических материалов в институте неорганических материалов. Это не может не радовать. Сейчас на рассмотрении инвестиционного комитета топливной компании находится еще семь поисковых фундаментальных НИОКР, рассчитываем на их поддержку.

Насколько эффективно сотрудничество с другими научно-исследовательскими учреждениями, российскими и иностранными?

Безусловно, внутри Госкорпорации «Росатом» выстроена очень тесная кооперация между предприятиями отрасли. Помимо внутриотраслевых, мы очень плотно работаем с Курчатовским институтом, институтами РАН, а также университетами и вузами – МГУ им. М. В. Ломоносова, МИФИ, РХТУ, МИСИС и рядом других. Международное взаимодействие тоже есть, но оно ограничено ввиду чувствительности наших разработок с точки зрения конкуренции.

Спасибо за интересный рассказ.

С Л. А. Карпюком беседовали О. А. Лаврентьева и В. В. Родченкова.

Химия в фокусе

Анонсы свежих публикаций из информационного бюллетеня Российского химического общества им. Д. И. Менделеева

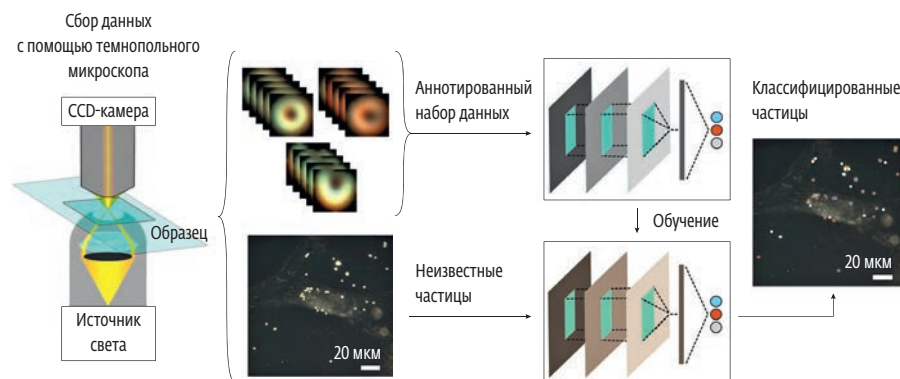
Алгоритмы искусственного интеллекта в сочетании с оптической темнопольной микроскопией для идентификации микропластика в клетках

Растущий объем пластиковых отходов и их постепенный распад на микро- и наноразмерные частицы под действием природных факторов вызывает серьезные опасения со стороны экологического сообщества. В этой связи разработка автоматического метода обнаружения микропластика внутри живых клеток и организмов имеет решающее значение для высокопроизводительного анализа их биораспределения в исследованиях токсичности. Ученые лаборатории бионанотехнологии Казанского федерального университета предложили использовать алгоритмы искусственного интеллекта для идентификации

частиц микропластика в фибробластах кожи человека. Модельными образцами микропластика служили окрашенные различными красителями полистироловые частицы, которые инкубировались вместе с клетками. Затем, для визуализации частиц в растворе и клетках, экспериментаторы применили высококонтрастную микроскопию темного поля. Полученные данные загрузили в модель остаточной нейронной сети (ResNet) для ее обучения и тестирования. Созданная нейросетевая модель позволила определить класс частиц с точностью, сопоставимой с методом идентификации по спектральным характеристикам. Реализованный подход имеет большой потенциал использования для скрининга микропластика во множестве образцов, поскольку значительно сокращает время получения данных, исключив необходимость гиперспектральной съемки, при этом сохранив требуемый уровень чувствительности.

Работа поддержана грантом РФФ 21-73-00097.

Источники: <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03749-y>



Новые соединения редкоземельных элементов

Исследователи из Москвы, Санкт-Петербурга и Дубны впервые синтезировали и описали новые соединения, являющиеся первыми представителями солей редкоземельных элементов и молочной кислоты. Современная химия дает возможность получения огромного количества новых соединений, и поистине бесконечные комбинации строительных кирпичиков, из которых их можно «собирать», делают это интересной и увлекательной задачей. Редкоземельные элементы придают веществам уникальные свойства – прежде всего люминесцентные и магнитные, не меньший интерес вызывает и их биологическая активность. Химию редкоземельных элементов изучают многие десятилетия, поэтому обнаружение ранее неизвестных соединений кажется невыпол-

нимой задачей. Но оказалось, что еще многое ждет своих первооткрывателей!

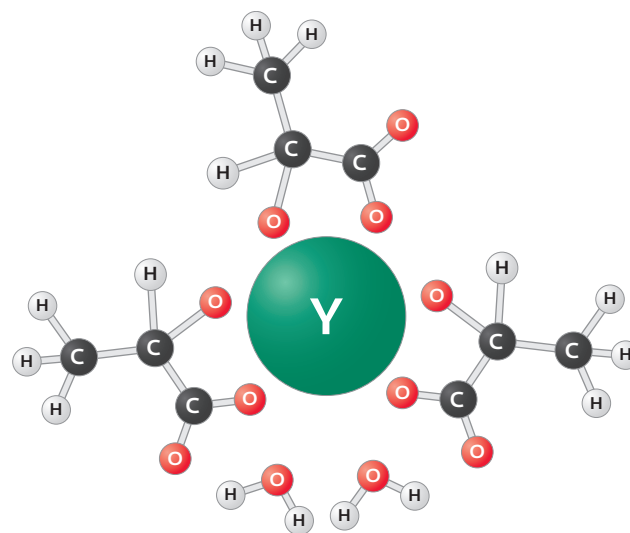
Например, соединения редкоземельных элементов с молочной кислотой, которая относится к так называемым α -гидроксикислотам, синтезировать до сих пор никому не удавалось.

Коллектив ученых из Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Петербургского института ядерной физики НИЦ «Курчатовский институт», Национального исследовательского университета Высшей школы экономики, Российского химико-технологического университета им. Д. И. Менделеева и Лаборатории нейтронной физики им. И. М. Франка Объединенного института ядерных исследований осуществил

синтез нового кристаллического лактата иттрия, а также аморфного лактата иттрия с чрезвычайно необычной структурой.

«Многие соединения редкоземельных элементов проявляют биологическую активность, и их можно использовать для диагностики и терапии различных заболеваний. Для понимания механизма такой активности нужно знать, как ионы редкоземельных элементов взаимодействуют с органическими веществами, участвующими в метаболизме. Одним из таких важных веществ является молочная кислота, которая формируется в организме человека при распаде глюкозы и является маркером различных нарушений, вызванных гипоксией. Исследования химического взаимодействия редкоземельных элементов с молочной кислотой были начаты много лет назад, но, как ни странно, кристаллических лактатов никто до нас получить не смог. Кстати, о солях редкоземельных элементов с другими α -гидроксикислотами известно еще меньше. Мы предложили стратегию синтеза и смогли выделить кристаллы первой соли редкоземельного элемента и молочной кислоты – лактата иттрия, – комментирует научный сотрудник Лаборатории синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья ИОНХ РАН Алексей Япрынцев.

Интересно, что если немного изменить предложенные нами условия синтеза (уменьшить количество молочной кислоты), то можно получить похожее по составу вещество, которое образует не кристаллы, а гель, состоящий из тончайших (около 30 нм) волокон. Соединения РЗЭ крайне редко образуют гели, а волокнистые гели вообще практически не изучены. Если аккуратно высушить такой гель, образу-



ется прочный гибкий материал, напоминающий обычную бумагу.

Мы считаем, что полученные нами соединения открывают возможности для создания новых люминесцентных тест-систем для обнаружения органических соединений в воздухе. Новые знания о соединениях редкоземельных элементов с органическими соединениями, участвующими в метаболизме, важны для создания систем контроля за состоянием организма человека».

Результаты исследований опубликованы в журнале RSC Advances: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2021/RA/D1RA05923H>.

Работа поддержана Министерством науки и высшего образования Российской Федерации (№ 075-15-2020-782).

Источник: <https://doi.org/10.1039/D1RA05923H>

Новый метод оценки биобезопасности каталитических процессов

В последние десятилетия зеленая химия становится все более мощной движущей силой, как для улучшения существующих химических процессов, так и для разработки новых технологий. Для оценки экологичности химических реакций были разработаны различные числовые индексы, такие как фактор окружающей среды, эффективность реакционной массы, углеродная эффективность и др. Сегодня количественные экологические показатели являются активно развивающейся научной областью, которая оказывает сильное влияние на многие исследовательские и промышленные проекты.

Исследовательской группой ИОХ РАН под руководством академика В. П. Ананикова предложен способ быстрой визуальной оценки потенциаль-

ного биологического воздействия химических процессов на живые клетки. Он реализуется через построение биопрофилей, основанных на данных о цитотоксичности. Полученные биопрофили указывают на вещества с наибольшим и наименьшим вкладом в «общую цитотоксичность» исследуемого химического процесса. Рассчитанные на их основе биофакторы легко показывают изменение «общей цитотоксичности» в ходе реакции. Эта информация может быть полезна и важна для последующей оптимизации различных химических процессов с точки зрения токсичности их компонентов.

Результаты проведенного исследования помещены на обложку высокорейтингового журнала Green Chemistry.

Источник: <https://doi.org/10.1039/d1gc00207d>.

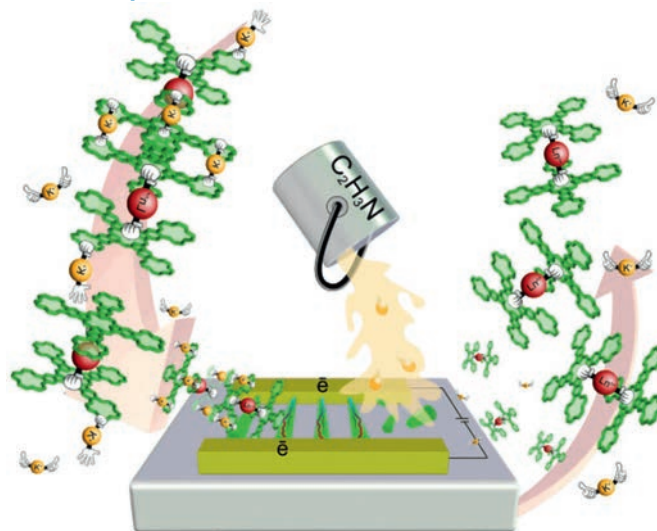
Самособирающиеся нанопровода для «зеленой» органической электроники

Три главных вызова, стоящих перед современной микроэлектроникой – это использование органических материалов, миниатюризация элементов готовых устройств и минимизация влияния используемых материалов на окружающую среду.

Молодые ученые из Института физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина совместно с коллегами из Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, а также из МГУ им. М. В. Ломоносова разработали метод получения проводящих наноструктур («нанопроводов»), который позволяет решить все эти задачи. Авторы используют способность органических молекул к самопроизвольной, так называемой супрамолекулярной, сборке с помощью слабых межмолекулярных связей, удерживающих молекулы вместе за счет большого числа контактов. Именно этот принцип лежит в основе самосборки сложных биологических объектов: мембран, клеток, тканей.

Нанопровода были собраны из готовых супрамолекулярных блоков размером 2 нм, синтезированных из фталоцианинов – синтетических красителей циклического строения, обладающих полупроводниковыми свойствами и широко используемых в органической электронике. К фталоцианинам добавили краун-эфирные группы (циклические молекулы-«ловушки» для катионов металлов) и соединили между собой в пары ионами редкоземельных элементов. Несмотря на сложность молекулярного строения отдельного блока, процесс получения из них нанопроводов очень прост – достаточно добавить к ним соль калия. Катионы калия связываются с краун-эфирными ловушками соседних блоков и собирают их в одномерные стопки длиной до 100 микрон. Такие нанопровода практически не имеют дефектов и проводят электрический ток в 50 раз эффективнее других известных материалов на основе фталоцианинов. Простота метода открывает возможность для его адаптации к реальному производству новых компактных оптоэлектронных устройств.

Самосборка и ориентация в электрическом поле – это не все преимущества супрамолекулярных нанопроводов по сравнению с традиционными прово-



дующими полимерами. Сравнительная «слабость» связей между молекулами в нанопроводах становится их сильной стороной и позволяет решать одну из самых сложных проблем современной химии, связанную с предотвращением выброса микропластика в окружающую среду при утилизации полимеров. Ученые показали, что готовые супрамолекулярные нанопровода, устойчивые в обычных условиях работы электронных устройств, можно быстро разобрать до исходных молекул в специальном растворителе без образования побочных продуктов, которые могли бы повредить окружающую среду. Технология позволяет сохранить ценные соединения, содержащие редкоземельные металлы, в процессе утилизации отработанного чипа и использовать их снова для сборки нового устройства. Молодые исследователи уверены, что технологии, основанные на супрамолекулярной сборке, способны обеспечить будущий прогресс в области «зеленой» безотходной микроэлектроники, а получаемые с помощью этой технологии проводящие наноструктуры станут надежной альтернативой для трудно разлагаемых проводящих полимеров.

Работа поддержана грантом РФФИ № 19-73-00025.

Источник: <https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.1c02147>

Новый метод оценки конформационных изменений белков на основе микрочипов

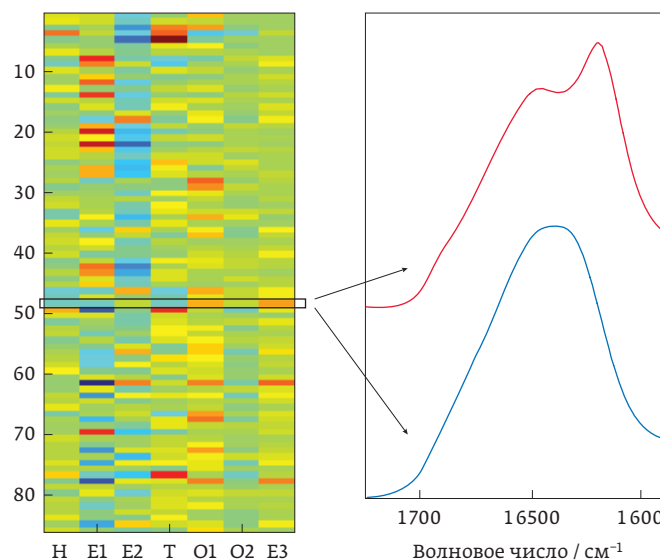
Терапевтические препараты пептидной и протеиновой природы (например, антитела, гормоны и ферменты) широко применяются для лечения онкологических и аутоиммунных заболеваний, профилактики и предотвращения инфекций. Различные пептиды используются в качестве

коммерческих биотехнологических продуктов в лабораторных исследованиях, а также в пищевой и фармацевтической промышленности.

Химическая лабильность пространственной структуры белков является существенным недостатком, поскольку может негативно сказываться

на технологических и фармацевтических свойствах препаратов на их основе. Денатурация – потеря нативной конформации белка – может происходить в процессе производства, очистки, транспортировки и доставки лекарств пациенту.

В работе исследователей из Центра структурной биологии и биоинформатики Брюссельского университета разработан новый метод, основанный на использовании белковых микрочипов с плотностью около 2500 образцов/см² и инфракрасной визуализации с преобразованием Фурье (FTIR) для анализа структурных модификаций 85 белков, характеризующихся широкими различиями вторичной структуры, нативных или подвергнутых легкой денатурации. Метод разрешения многомерных кривых с чередованием наименьших квадратов (MCR-ALS) использовался для моделирования нового спектрального компонента, появляющегося в наборе белков в условиях денатурации. Было обнаружено, что для нативных белков достаточно шести компонентов для успешного моделирования спектров. Кроме того, их форма позволила отнести белковые структуры к α -спирали, β -листу и другим структурам. Содержание этих структур в каждом белке коррелировало с известной вторичной структурой белка. В денатурированных белках был смоделирован новый компонент с помощью MCR-ALS. Этот новый компонент может быть



отнесен к межмолекулярному β -слою, соединяющему молекулы белка. Таким образом, MCR-ALS выявил потенциальный спектроскопический маркер агрегации белка и позволил провести полуколичественную оценку его содержания. Было также получено представление о других структурных перестройках веществ.

Источник:

<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.analchem.1c01416>

Биолюминесцентная бактерия как сенсор для оценки токсичности нефтяных углеводородов

Сотрудники кафедры природных ресурсов Технологического университета Исфахана (Иран) описали методику оценки содержания в водных образцах токсичных нефтепродуктов. Для этих целей



они использовали морскую граммотрицательную факультативно-анаэробную непатогенную бактерию *Aliivibrio fischeri*, распространенную по всему миру, преимущественно в умеренных и субтропических водах. Эта бактерия может быть как свободноживущей, так и существующей в виде симбионта, в светопроизводящих органах некоторых видов кальмаров и рыб. Особенность ее заключается в том, что при оптимальных условиях окружающей среды она излучает сине-зеленый свет, что и послужило основой методики. Биолюминесценция тесно связана с клеточным метаболизмом бактерий, поэтому при выраженном токсическом действии ее интенсивность падает.

В процессе исследования определены оптимальные условия для проведения тестирования, такие как температура, кислотность и состав среды, а также установлена наиболее подходящая фаза роста *A. fischeri*, соответствующая максимальной интенсивности свечения. Для исследования опытного образца необходимо добавить его в культуру бактерий и провести долгосрочное исследование

с фотофиксацией. После шестичасового выдерживания образца в темноте можно проводить сравнение интенсивности фотолюминесценции с контрольными образцами без нефтепродуктов, в которых токсическое действие отсутствует, и наблюдается более яркое свечение. Загрязненность образца нефтепродуктами определяется по количественной разнице в показателях бактериальной люминесценции.

Нефтяные углеводороды, поступающие в окружающую среду во время разведки, добычи, хранения, транспортировки, переработки и потребления нефти, приводят к обширному загрязнению наземных и водных экосистем. Биологические методы, включая полноценные биотестирования

и компактные биосенсоры, отражающие реакцию живых организмов на токсичность и другие изменения в окружающей среде, обладают определенными достоинствами, такими как экономическая эффективность, быстрая реакция, высокая чувствительность, простота выполнения и надежность результатов.

Применение люминесцентных бактерий также может стать удобным инструментом для предварительной оценки токсичности нефтяных углеводородов без проведения химических анализов и применения сложных методик, таких как стандартная оценка роста и репродуктивной активности рыб и водных ракообразных.

Источник: <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2020.111554>

Мультиплексное обнаружение ионов тяжелых металлов с помощью плазмонных наносенсоров

Научная группа из Китая разработала и протестировала мультиплексные плазмонные наносенсоры с позиционно-кодированными аптамерными наностержнями золота для одновременного обнаружения двух разных ионов тяжелых металлов (Pb^{2+} и Hg^{2+}) в небольших пробах воды. Полученные результаты показывают потенциал плазмонных наносенсоров для быстрого и прямого обнаружения большого количества различных ионов тяжелых металлов, что очень важно для мониторинга качества воды.

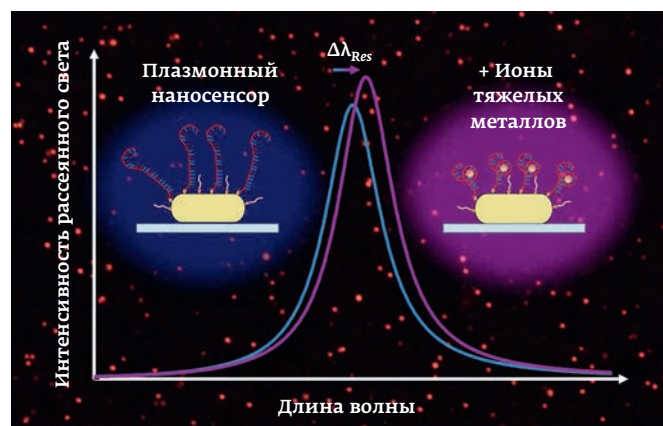
Исследователи воспользовались тем фактом, что наностержни золота сильно поглощают и рассеивают свет в видимой и ближней инфракрасной области благодаря оптическим свойствам плазмонно-резонансных частиц. Спектральный темнопольный микроскоп в ближнем инфракрасном диапазоне использовался в качестве платформы для обнаружения ионов тяжелых металлов. Чтобы продемонстрировать предел обнаружения и точность спектральной визуализации плазмонных наносенсоров исполь-

зовали ионы Pb^{2+} и Hg^{2+} , а также разработанные для них распознающие аптамеры (анти- Hg^{2+} аптамер и анти- Pb^{2+} аптамер), которые использовали для функционализации наностержней золота. Ионы Pb^{2+} и Hg^{2+} специфически связываются с наностержнями золота, функционализированными соответствующими аптамерами, и индуцируют спектральный сдвиг в их плазмонных резонансах. Спектральный темнопольный микроскоп способен измерять такой спектральный сдвиг с относительно высоким временным разрешением и точностью. Результаты исследования показывают, что предел обнаружения системы плазмонных наносенсоров составляет около 5 нМ для ионов Pb^{2+} и 1 нМ для ионов Hg^{2+} .

Для оценки селективности одиночных плазмонных наносенсоров использовали несколько других конкурирующих ионов металлов, включая Ag^+ , Cu^{2+} , Zn^{2+} , и Ni^{2+} в качестве контрольных аналитов. При этом не наблюдалось значительного отклика для контрольной смеси, содержащей 0,2 мкМ вышеупомянутых ионов металла. Тем не менее, датчики демонстрировали заметную реакцию для смеси раствора, содержащей 0,2 мкМ ионов Pb^{2+} и Hg^{2+} . Кроме этого, работоспособность наносенсоров проверяли на реальных образцах питьевой воды, где наблюдался небольшой спектральный сдвиг для ионов Pb^{2+} , в то время как наностержни золота, функционализированные аптамерами для Hg^{2+} , не показали никакого отклика.

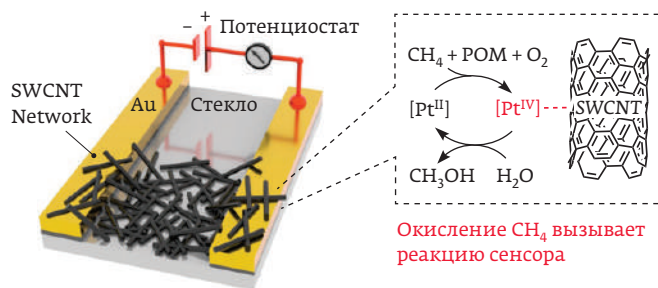
Таким образом, предложенный метод и результаты исследования демонстрируют наномолярную чувствительность и высокий потенциал для мультиплексного обнаружения ионов тяжелых металлов в воде.

Источник: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2021.113688>



Новый хеморезистивный сенсор для селективного обнаружения метана

Метан – потенциально взрывоопасный газ без цвета и запаха, обладающий к тому же мощным парниковым эффектом. Такие свойства метана, как летучесть и неполярность, делают его селективное обнаружение непростой задачей. Недавно был предложен новый недорогой и маломощный хеморезистивный сенсор на основе одностенных углеродных нанотрубок и молекулярного комплекса платина-полиоксометалат. Для образования комплекса с предкатализатором (платина-полиоксометалат), углеродные нанотрубки были предварительно нековалентно модифицированы поли(4-винилпиридином). Предполагается, что хеморезистивный отклик сенсора связан с образованием высоковалентного интермедиата платины во время окисления метана. Хемосенсор проявил большую селективность в отношении метана по сравнению с более тяжелыми углеводородами, такими как n-гексан, бензол, толуол, o-ксилол, а также другими газами, включая углекислый газ и водород. Сенсор функционирует при комнатной



температуре, а также проявляет стабильность в воздушной и влажной среде. Продемонстрирована возможность использования сенсора для детекции метана с помощью ручного ампервольтомметра. Полученный сенсор может быть использован для обнаружения утечек метана в жилых домах, производственных помещениях и трубопроводах, в том числе с помощью переносных детекторов.

Источник: <https://doi.org/10.1073/pnas.2022515118>

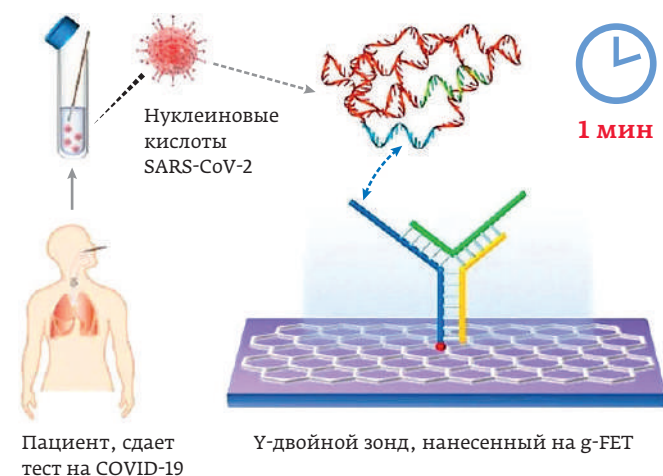
Биосенсор для распознавания нуклеиновых кислот SARS-CoV-2 на основе графенового полевого транзистора и ДНК-зондов

Быстрый скрининг инфицированных людей в большой популяции – эффективное средство для сдерживания вспышек эпидемий, таких как COVID-19. Золотой стандарт диагностики COVID-19 основан на полимеразной цепной реакции (ПЦР) с обратной транскрипцией, которая не подходит для скрининга большой популяции из-за трудоемких процедур экстракции и амплификации нуклеиновых кислот. Авторы разработали прямой способ обнаружения нуклеиновых кислот SARS-CoV-2 с использованием графенового полевого транзистора (g-FET) с Y-образными двойными зондами

ДНК. Анализ основан на использовании Y-двойных зондов, нанесенных на g-FET, мишенями которых служат сразу два гена SARS-CoV-2 (ORF1ab и N), что обеспечивает высокий коэффициент распознавания нуклеиновых кислот SARS-CoV-2 с пределом обнаружения до трех копий в 100 мкл тестового раствора. Этот анализ обеспечивает самое быстрое на сегодняшний день тестирование содержания целевых нуклеиновых кислот (~1 мин), что на 1-3 порядка быстрее, чем существующие методы диагностики.

Благодаря интеграции с портативной микроэлектронной системой, тесты на COVID-19 могут проводиться в аэропортах, на вокзалах, в местных клиниках и даже дома. Принимая во внимание такие преимущества, как быстрая диагностика, высокая чувствительность, простота эксплуатации, низкая стоимость, портативность и интеграция, биосенсор g-FET с Y-образным двойным зондом может применяться для скрининга COVID-19. Помимо обнаружения SARS-CoV-2, за счет замены зондов, в будущем ожидается сверхточная и быстрая диагностика других инфекционных заболеваний.

Источник: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jacs.1c06325>



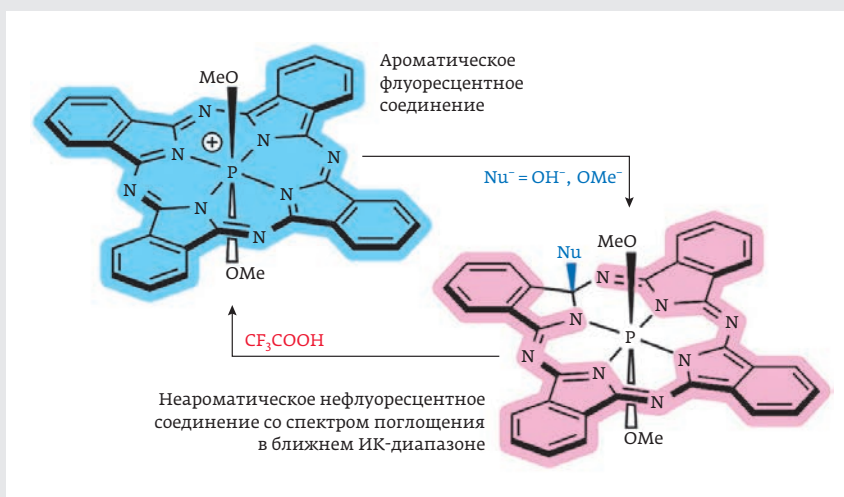
Составители бюллетеня: д. б. н. Р. Ф. Фахруллин (КФУ), чл. - корр. РАН В. К. Иванов (ИОНХ РАН) и чл. - корр. РАН Ю. Г. Горбунова (ИОНХ РАН)

НОВЫЙ ТИП МОЛЕКУЛЯРНЫХ ПЕРЕКЛЮЧАТЕЛЕЙ ДЛЯ СОЗДАНИЯ УМНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Химики из Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН совместно с коллегами из Института физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН на основе широко известных красителей – фталоцианинов – получили новый класс молекулярных переключателей. Эти вещества обратимо меняют свои свойства под действием внешних факторов – света, нагревания или химических превращений. Обнаружено, что свойства красителей зависят от кислотности раствора, например, под действием щелочи они превращаются в формы, способные поглощать инфракрасный свет, тогда как это свойство пропадает в присутствии кислоты. Поскольку ткани тела наиболее прозрачны именно для инфракрасного света, такие красители могут использоваться в медицине для терапии и диагностики онкологических опухолей, которые по кислотности обычно отличается от здоровых тканей.

«Необычность этого открытия заключается в том, что впервые мишенью для переключения свойств фталоцианинов стало их незыблемое свойство – ароматичность. В органической химии термин ароматичность используется для описания строения и свойств циклических молекул с особенно устойчивой замкнутой системой сопряженных химических связей. Размыкание этого контура связей без разрушения фталоцианинового кольца ранее считалось невозможным, но именно такую реакцию мы и смогли открыть», – прокомментировала работу один из авторов статьи, главный научный сотрудник ИОНХ РАН, чл.-корр. РАН Юлия Горбунова.

Фталоцианины – это получаемые в промышленных масштабах синтетические синие и зеленые красители, чьи молекулы представляют собой замкнутые



циклы, построенные из атомов углерода и азота, а в центре этих колец находятся атомы металлов, например, меди, железа, кобальта и т.п. По своему строению и свойствам такие молекулы похожи на широко известные природные красители – зеленый хлорофилл растений и красный гем крови. Сегодня фталоцианины все шире применяются в электронике и медицине, например, для проведения фотодинамической терапии онкологических и бактериальных заболеваний. Для этого химики научились модифицировать их структуру и придавать новые свойства, в том числе и за счет введения в полости их колец различных элементов Периодической таблицы Д. И. Менделеева.

Ранее изученные методы модификации фталоцианинов сохраняли их ароматичность, но химикам удалось найти первый пример, когда она нарушается. Для этого в полость фталоцианинового кольца ввели атом фосфора, несущий большой положительный заряд. Благодаря этому молекулы приобрели способность присоединять отрицательно заряженные частицы, например, содержащиеся в щелочах гидроксид-анионы,

с образованием уникальных неароматических фталоцианинов. Вернуть им ароматичность позволяет введение в систему кислоты, при этом молекула полностью восстанавливает свои исходные свойства. Процесс может повторяться неоднократно.

Такие переключатели могут стать основой принципиально новых технологий, связанных с созданием умных материалов для медицины и электроники, а важность развития этого направления подчеркивается присуждением в 2016 году Нобелевской премии по химии «за дизайн и синтез молекулярных машин» (Ж.-П. Соваж, Дж. Стодарт и Б. Феринг).

Результаты исследований опубликованы в престижном журнале Американского химического общества JACS: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/jacs.1c05831>.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (№ 20-33-70145), Российским научным фондом (№ 19-13-00410) и Министерством науки и высшего образования РФ.

Источник: <http://www.igic.ras.ru/>



Фармацевтика & Биофармацевтика

Комплекс химико-аналитических решений для наук о жизни,
биотехнологических исследований
и производства безопасных лекарственных препаратов

тел.: (495) 989-13-17
e-mail: smo_mm@shimadzu.ru
www.shimadzu.ru



Новый московский офис «Сарториус РУС» распахнул двери для партнеров и клиентов



В центре Москвы в торжественной обстановке открылся новый офис концерна Sartorius. В просторном деловом пространстве разместились: шоурум для демонстрации оборудования, современные помещения для деловых переговоров и семинаров, а также сервисная служба и офисные помещения. Сегодня команда Московского представительства Sartorius полностью готова помогать постоянным и потенциальным клиентам в решении самых сложных комплексных исследовательских задач. Корреспонденты журнала посетили церемонию открытия, поговорили с организаторами и гостями. Своими впечатлениями и планами поделились сотрудники и руководители компании Sartorius.

Ориентация на рост

Гостями церемонии открытия московского офиса стали руководители лабораторий, метрологических институтов и профильных организаций, применяющих в работе высокотехнологичное оборудование и расходные материалы. Почетным гостем на открытии офиса стал доктор Вольф-Хеннинг Вальтер, руководитель направления продаж LPS в регионе EMEA, Sartorius.

В приветственном слове он объяснил секрет успеха концерна Sartorius: «На протяжении 150 лет компания создает инновационные продукты и решения для профессиональной работы специалистов, ученых и инженеров по всему миру. При этом мы сосредоточили свое внимание на создании возможностей для достижения прорывов в области научных исследований и медицины». Драйвером роста он назвал подразделение Sartorius Stedim Biotech, которое

разрабатывает и поставяет комплексные решения для биофармацевтической промышленности.

Впечатляющему росту бизнеса концерна в период пандемии послужили инновационные, новаторские решения компании Sartorius для диагностики, разработки и исследований новых вакцин против вирусных инфекций COVID-19.

Самым большим достижением за последние 20 лет доктор Хеннинг Вальтер назвал включение концерна Sartorius в число «голубых фишек» старшей в Европе Франкфуртской биржи. Акции компании теперь котируются наряду с ценными бумагами таких промышленных гигантов, как Siemens, Mercedes и BMW.

По словам доктора Вальтера, быстрый рост бизнеса вдохновил руководство концерна на пересмотр стратегических планов в сторону их повышения. Если в 2020-м году была провозглашена цель – достичь оборота 4 млрд евро к 2025 году, то в 2021-м эта планка была поднята до 5 млрд евро. Чтобы преодолеть такой высокий порог, нужно приложить немало усилий. Например, акционеры Sartorius внимательно наблюдают за появлением инновационных стартапов с целью приобретения наиболее перспективных направлений бизнеса для расширения портфолио и закрепления в смежных сегментах рынка.

Российские дочерние компании: «Сарториус РУС», «Сарториус Стедим РУС» и «Сартогосм» – развивают современную инфраструктуру для продвижения инновационных решений и обеспечивают всестороннюю поддержку клиентов. Для этих задач московское представительство концерна переехало в новый офис в центре города, имеющий комфортное пространство для демонстрации оборудования. Здесь работают сотрудники отделов продаж подразделений биопроцессов и лабораторного направления, а также инженеры сервисной службы компании.

Исторический контекст

Для компании Sartorius, которая в прошлом году отметила свое 150-летие, российский рынок имеет особое значение. Здесь в 1910 году открылось ее первое представительство за пределами Германии: в Санкт-Петербурге, на Невском проспекте, появился одноименный торговый дом. К тому времени компания производила не только точные весы с укороченным коромыслом, но и микротомы, а также геодезические и астрономические приборы.

После революций и двух войн компания Sartorius возобновила продажи своего оборудования в СССР

и странах Центральной и Восточной Европы, входящих в Совет экономической взаимопомощи. Активное сотрудничество с СЭВ продолжалось до 1991 года, когда эта международная организация прекратила свое существование.

В этом же году в Санкт-Петербурге было открыто совместное российско-германское предприятие «Сартогосм», учредителями которого выступили концерн Sartorius и завод «Госметр». Документ об образовании этого СП подписал В. В. Путин, занимавший в то время пост председателя комитета по внешнеэкономическим связям мэрии Санкт-Петербурга. Спустя 20 лет появилось Московское представительство концерна после приобретения Sartorius части финского концерна Biohit.

За историю своего существования представительство в Москве несколько раз меняло свою локацию, продвигаясь с северной части города, ближе к центру. Сегодня офис располагается рядом с Белорусским вокзалом.

Почему для представительства концерна Sartorius было так важно сменить дислокацию?

Создать современную инфраструктуру для сотрудников и клиентов

Евгений Шохин, генеральный директор ООО «Сарториус РУС»

Для нашего переезда в новый офис было две основные причины. Первая – смена локации на более удобную для сотрудников и клиентов, а вторая – приведение инфраструктуры офиса, рабочих мест сотрудников и помещений, отведенных для общения с клиентами, в соответствие с нашими новыми потребностями.

Важно было создать комфортную среду для сотрудников, поскольку это одна из ценностей компании. Мы очень надеемся, что благоприятные условия повысят мотивацию и настроение команды, что, в конечном счете, положительно отразится на результатах работы.

Как представители концерна Sartorius, мы заинтересованы в том, чтобы клиенты и партнеры из первых рук получали полную информацию о характеристиках и технических возможностях нашего оборудования по решению исследовательских задач. Кроме того, мы надеемся в ходе семинаров и вебинаров получать от пользователей нашего оборудования обратную связь, чтобы далее действовать в нужном направлении.

В ближайшее время в шоуруме нашего нового офиса можно будет увидеть новинки – вакуумные



Послать сигнал рынку, что компания успешна

Ольга Ларионова, к. филол. наук, член Совета директоров, генеральный директор ГК Sartorius Russia
 Секрет успеха нашей компании – это команда. В ней высококвалифицированные профессионалы, личности, люди с уникальными знаниями, приятные и очень дружелюбные. Словом, наш чудесный коллектив – первая составляющая успеха. А вторая – продуктовая линейка наукоемкого лабораторного оборудования: оно развивается, совершенствуется, движется вперед, и мы вместе с ним. Кроме того, держать высокую планку нашей группе компаний помогают требовательные и взыскательные клиенты.

На фото: Ольга Ларионова

фильтрационные системы со встроенным мембранным фильтром SartoLab и новую версию аналитических весов российского производства Сартогосм СЕ+.

Уходящий 2021 год показал, что пока успокаиваться рано: все проблемы, с которыми мы столкнулись годом ранее, остались, а некоторые стали острее. Я имею в виду нарушение логистических цепочек поставок и превосходящий производственные возможности возросший спрос на многие направления лабораторной продукции, поскольку она стала очень актуальной для исследователей коронавируса и фармацевтических предприятий.

Тем не менее, я очень рад, что, несмотря на все сложности, на непростую эпидемиологическую обстановку, сотрудники компании «Сарториус РУС» показали высокую мотивацию и лояльность компании. Благодаря им, мы достигнем поставленных перед нами годовых целей.

В следующем году мы планируем использовать инфраструктуру офиса для развития и углубления отношений с московскими клиентами, как потенциальными, так и действующими. Тем, кто сотрудничает с нами не один год, будут предложены новые возможности для взаимодействия, в том числе различные обучающие мероприятия: семинары, вебинары, мастер-классы и т. д.

Кроме того, я уверен, инфраструктура нового офиса позволит эффективно поддержать новые направления бизнеса, которые будут появляться у концерна Sartorius по мере его расширения и роста.

Открытие нового офиса позволит нам развить этот успех, решив сразу несколько задач. Во-первых, шоурум в центре Москвы – уникальная площадка. Мы планируем приглашать клиентов и партнеров, демонстрировать оборудование, проводить мастер-классы по его использованию и обучающие семинары.

Во-вторых, мы будем в новом офисе обучать сотрудников, которых принимаем в свою команду. Даже имеющий опыт специалист должен адаптироваться в новой среде, этому будет способствовать атмосфера нашего офиса и подготовка по индивидуальному плану.

Вообще, шоурум – это красиво и престижно. У него просветительская задача: показать в работе сложное наукоемкое оборудование. До сих пор у группы компаний Sartorius Russia такой возможности не было. Раньше, когда у потенциального заказчика возникала потребность увидеть оборудование воочию,



приходилось либо организовывать его поездку за рубеж, либо просить кого-то из действующих клиентов или партнеров разрешить провести такую демонстрацию. Так что шоурум – это сердце нашего московского офиса.

Главной офис группы компаний в Санкт-Петербурге сейчас находится в стадии модернизации. После ее окончания тоже планируется открыть шоурум для демонстрации другой части оборудования, которая не повторяет нашу московскую комплектацию. Это позволит легко распределять ресурсы между двумя городами.

Концерн Sartorius представлен в России тремя компаниями: «Сарториус РУС» занимается продвижением и реализацией лабораторного оборудования, «Сарториус Стедим РУС» предлагает оборудование для биофармацевтической отрасли, и «Сартогосм» – наша старейшая производственная площадка, которой в этом году исполняется 30 лет. Это небольшое локальное предприятие производит высокоточные гири и занимается сборкой некоторых моделей аналитических весов Sartorius.

Сейчас мы видим потребность рынка в доступных расходных материалах. А это значит, что они должны выпускаться здесь и сейчас. Признаюсь, все члены российской команды мечтают о расширении нашего производства, но понимают, что этот вопрос должен решаться на более высоком, международном уровне.

В условиях пандемии открытие нового офиса очень актуально не только потому, что организация выездов за рубеж стала очень сложной. Это некий сигнал для рынка, который подтверждает, что компания успешно развивается и уверенно смотрит в будущее.



На фото: Евгений Шохин, Ольга Ларионова, Доктор Вольф-Хеннинг Вальтер

Помочь лабораториям повысить эффективность

Юлия Устинова, руководитель отдела продаж лабораторного оборудования компании «Сарториус РУС»

В деловом пространстве нашего офиса проходят рабочие встречи, часть из которых – с клиентами. В большинстве своем это представители ведущих научно-исследовательских лабораторий, лабораторий контроля качества фармацевтической, химической, пищевой отраслей. Помимо них, мы работаем с производителями напитков и, что очень хочется отметить, с учреждениями образования и промышленными производствами.

С каждым днем от аналитических лабораторий требуется решать все более сложные задачи. И наша компания сделала своей главной целью помочь им в повышении эффективности. Мы постоянно разрабатываем инновационную продукцию и услуги, позволяющие оптимизировать рабочие процессы. И, конечно, нашим клиентам доступен полный спектр высококачественных сервисных услуг, позволяющих продлить срок службы и обеспечить стабильную работу, точность и надежность лабораторных инструментов и средств измерений.

В нашем шоуруме клиенты смогут увидеть также продукцию Sartorius Stedim Biotech, предназначенную для культивирования клеток в различных условиях и позволяющую модернизировать производство биопрепаратов. Подразделение «Биопроцессы» сфокусировано на создании одноразовых платформенных решений для производства биофармацевтических препаратов полного цикла. Они ориентированы





назад была основана компания Sartorius. Сейчас – это очень красивое место с большими современными зданиями.

Мне нравится новый офис в Москве, я предвижу, что в его стенах будет развиваться совсем новая наука, наука будущего. И способствовать успеху и расцвету будут наши российские сотрудники. Это очень любознательные, талантливые и мотивированные люди с большими амбициями. Когда мы говорим с ними о бизнесе, видно, с каким воодушевлением они стремятся стать частью нашей фанта-

на производителей вакцин (клеточных и РНК-вакцин), моноклональных антител, рекомбинантных белков, препаратов из плазмы крови человека. Таким клиентам мы предлагаем комплексные решения с акцентом на питательных средах, решениях для хроматографической очистки и одноразовых решениях.

С моей точки зрения, наличие комфортного офиса всегда подтверждает репутацию бизнеса и повышает доверие к производителю и поставщику. Придя в офис, клиенты могут увидеть живую оборудование и готовые решения. Инженеры из сервисной лаборатории готовы ответить на любые вопросы и решить проблемы, связанные с обслуживанием оборудования.

Быть ближе к клиентам

Доктор Вольф-Хеннинг Вальтер,
руководитель направления продаж LPS в регионе EMEA

Открытие нового офиса в Москве является продолжением грандиозного развития, которое переживает наша компания в течение нескольких лет. Как ни парадоксально, пандемия ускорила рост нашего бизнеса. Москва – это мощный центр силы России, где сосредоточено не только государственное управление, но и большое количество компаний, офисов, научно-исследовательских лабораторий. И для нашей компании очень важно быть к ним ближе.

Сейчас мы видим, что и в странах СНГ партнеры нашей компании, с одной стороны, делают акцент на вакцинах и вакцинации, а с другой – оказывают поддержку в разработке лекарств и медицинских средств для таких областей, как борьба с раком и другими трудно излечимыми заболеваниями. Я думаю, для России очень важно идти в ногу с другими странами.

У нас немало офисов в других странах, например, в США, Китае и не только. Флагман нашего концерна – штаб-квартира в Германии, в г. Гёттингене, где 150 лет

стической истории.

Перед отъездом в Москву я изучил финансовый отчет за четвертый квартал и могу утверждать, что в этом году Sartorius увеличил кадровый состав на 2316 человек. Мы думаем о людях и постоянно помогаем им добиваться успеха. Из года в год компания сохраняет свои позиции в топе международных производителей наукоемкого оборудования.

Сегодня в разных представительствах и региональных офисах концерна работает почти 14 тыс. сотрудников. Мы заинтересованы в росте бизнеса, поэтому наша команда станет еще многочисленнее.

Глазами клиентов и партнеров

Приглашенные гости, для которых была организована экскурсия по новому офису, высоко оценили его дизайн и представительские возможности. Многих из них связывают с компанией «Сарториус РУС» многолетние отношения. Для одних она воплощает высочайшее качество оборудования и узнаваемый в мире бренд, признанный всеми научно-исследовательскими лабораториями.

Другие, помимо инновационности и наукоемкости оборудования Sartorius, отмечают ответственность, с которой сотрудники российского представительства подходят к совместным проектам, подтверждая свою высокую компетентность.

Для дистрибьюторов оборудования Sartorius особенно ценна поддержка со стороны производителя. И в этом смысле открытие нового офиса в Москве, где можно показать оборудование клиентам, дать им возможность попробовать его в действии и оценить по достоинству, позволит дистрибьюторам выйти на новый уровень развития бизнеса.

Материал подготовили
А.Е. Крылова, О.А. Лаврентьева, В.В. Родченкова



a Hyve event

**Международная
выставка оборудования,
сырья и технологий
для фармацевтического
производства**

**23-26
НОЯБРЯ
2021**

Россия, Москва
МВЦ «Крокус Экспо»

**ПОЛУЧИТЕ
БЕСПЛАТНЫЙ БИЛЕТ
НА САЙТЕ
ПО ПРОМО-КОДУ:**

pha21print

pharmtech-expo.ru
+7 (495) 799-55-85
pharmtech@hyve.group



Реклама

Первый Всероссийский симпозиум и школа-конференция молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях»

Е. В. Рыбакова¹



Первый Всероссийский симпозиум и школа-конференция молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях» организованы Институтом физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина в сотрудничестве с Морским гидрофизическим институтом РАН (МГИ) и Институтом биологии южных морей им. А. О. Ковалевского РАН (ИнБЮМ). Встреча участников состоялась на побережье города-героя Севастополя – в конференц-залах Морского гидрофизического института РАН и Института биологии южных морей им. А. О. Ковалевского РАН.

Истоки Симпозиума лежат в серии конференций «Кинетика и динамика обменных процессов», которые проводит Институт физической химии

и электрохимии им. А. Н. Фрумкина в г. Сочи. В фокусе внимания этих конференций традиционно находится хроматография как самостоятельный метод, а не только как раздел аналитической химии. Хроматография и сорбционные процессы

¹ Научный секретарь симпозиума ИФХЭ РАН, rybakova_elena@list.ru.

сохранились и в тематике Всероссийского симпозиума и школы-конференции молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях».

Локация состоявшегося симпозиума вызвана, в первую очередь, желанием познакомить университеты, научные, экологические и производственные организации Крыма с традиционными участниками сочинского форума, установить новые научные связи для дальнейшего сотрудничества, а также расширить тематику научных дискуссий на все области прикладной и фундаментальной физической химии при междисциплинарных исследованиях. На симпозиуме обсуждались новые подходы, технологии и решения в области экологии на стыке физикохимии и биологии с применением физико-химических методов.

В работе симпозиума приняли участие в смешанном очно-заочном формате всего около 200 специалистов: ведущих ученых-химиков, исследователей, сотрудников различных организаций, молодых ученых, из них в очном формате – более 80 человек. География участников конференции обширна: представители со всей России (от Владивостока до Санкт-Петербурга и от Сургута до Пятигорска), ученые из Беларуси (приехали на конференцию лично), Армении, Таджикистана и Казахстана (участвовали заочно), что позволяет назвать этот первый междисциплинарный физико-химический симпозиум мероприятием «с международным участием».

Основными научными направлениями деятельности **МГИ РАН** являются: фундаментальная океанология; геоинформационные технологии; взаимодействие атмосферы и океана; морское приборостроение; комплексные междисциплинарные исследования экосистем морей и прибрежных территорий. В МГИ открыта магистратура и аспирантура, активно работает Совет молодых ученых, имеется диссертационный совет, проводятся конференции с международным участием. МГИ ежегодно проводит всероссийскую конференцию «Моря России», всероссийскую конференцию молодых ученых «Комплексные исследования мирового океана», издает научно-теоретический «Морской гидрофизический журнал» и журнал «Экологическая безопасность прибрежной и шельфовой зон моря».

Официальные спонсоры мероприятия

Генеральный спонсор: ООО «ХРОМОС Инжиниринг (г. Дзержинск) – разработчик и производитель отечественных газовых и жидкостных хроматографов, отвечающих самым высоким современным требованиям.

АО «БиоХимМак СТ» (Москва) – разработчик технологий очистки субстанций и производитель сорбентов для жидкостной хроматографии и твердофазной экстракции.

ООО «Амперсенд» (Москва) – разработчик программы для хроматографии «МультиХром».

Информационную поддержку мероприятию оказали ООО «Аналитек» (г. Мытищи) и отраслевые журналы «Лаборатория и производство» и «АНАЛИТИКА».

Несмотря на объявленные правительством ограничительные меры на проведение публичных мероприятий, симпозиум прошел успешно и продуктивно, с незначительными изменениями в программе.

Программа форума была очень насыщенная – до 20 докладов в день. На конференции выступили: академик РАН В. Н. Егоров, чл.- корр. РАН: А. К. Буряк, С. К. Коновалов, О. А. Шпигун, доктора наук: К. Г. Боголицын, В. А. Даванков, А. М. Долгоносков, И. Г. Зенкевич, В. Д. Красиков, П. Н. Нестеренко, Ю. Л. Орлов, И. А. Платонов, О. Б. Рудаков, В. Н. Сидельников, Г. В. Славинская, С. М. Староверов, А. В. Шапошник, Р. Х. Хамизов. Наравне со старейшинами представили доклады и молодые ученые, а также выступили метрологи, сотрудники лабораторий производственных предприятий, экологических организаций, представители компаний-спонсоров симпозиума.

В день открытия мероприятия руководители институтов-соорганизаторов представили презентации об истории и современном состоянии своих учреждений, текущих научных проектах, в том числе международных, о перспективных направлениях, которые могут быть интересны участникам для развития сотрудничества, а также для привлечения молодых ученых из других регионов.

В первые три дня в конференц-залах МГУ и ИнБЮМ работали секции «Хроматография», «Радиохимия и радиоэкология»,



«Биофизико-химические методы» и «Теория и практика ионообменных и сорбционных процессов».

В завершение третьего дня состоялась церемония награждения лучших работ молодых ученых и торжественное закрытие симпозиума. Круглый стол «История развития физико-химических методов в России» был проведен в экскурсионном автобусе на обратном пути из Карадагского природного заповедника (где располагается научная станция ИнБЮМ), которую посетила весьма представительная делегация участников симпозиума.

Хотелось бы особо отметить выступление на пленарном заседании д. х. н., проф., заведующего лабораторией стереохимии сорбционных процессов ИНЭОС РАН, лауреата Государственной премии РФ, Заслуженного деятеля науки РФ, лауреата ряда международных премий Вадима Александровича Даванкова с докладом на тему: «Закономерности и случайности на пути эволюции материи от большого взрыва до живой субстанции (с точки зрения Физической химии)», представленное в записи. Проведя ряд сложных экспериментов, ученый пришел к выводу, что многие природные высокоэнергетические процессы всегда приводят к образованию многочисленных аминокислот, спиртов, альдегидов, кислот, азотистых гетероциклов. Он утверждает, что гомохиральность аминокислот, углеводов и др. – непреложное требование к возникновению и поддержанию живой материи, а эволюция – «самовоспроизведение с вариациями» и поддержанием гомохиральности. Вода – единственный возможный источник свободного кислорода, так как в атмосферах планет она подвергается фотолизу с быстрой

диссипацией водорода и протеканием окислительных процессов. Производящие кислород растения возникли после формирования защитного озонового слоя и только дополнили содержание кислорода в атмосфере до сегодняшнего уровня. Жизнь – редчайшее явление во Вселенной, но она везде базируется на углеродной химии, белковоподобных и иных полимерах той же конфигурации, что и на Земле. И поскольку В. А. Даванков участвовал в заседании дистанционно, то в конце доклада ответил на вопросы аудитории по телефону.

Большой интерес вызвал пленарный доклад академика РАН В. Н. Егорова (ИнБЮМ), который был посвящен обсуждению биогеохимических

ИнБЮМ РАН проводит фундаментальные, поисковые и прикладные научные исследования в области биологии и экологии морей, океанов и пресноводных водоемов, связанных с сохранением, восстановлением и рациональным использованием морских биологических ресурсов. Институт ведет свою историю от первого в Российской империи морского научно-исследовательского учреждения – Севастопольской биологической станции, которая была основана в сентябре 1871 года. В 1897 году при станции был открыт первый в России публичный аквариум, действующий и сегодня. Основные научные направления: биоразнообразие и сохранение биоресурсов; морские биотехнологии; морская радиационная биология; методология и организация мониторинга состояния биоты. Институт осуществляет образовательную деятельность в системе непрерывного образования: школьник – студент – аспирант – научный сотрудник. Действуют две базовые кафедры: гидробиологии и экологии СевГУ и субтропической и тропической экологии РУДН. Работает аспирантура, диссертационный совет. Институт выпускает два журнала: «Морской биологический журнал» и «Труды Карадагской научной станции». Институт проводит традиционную конференцию «Понт Эвксинский» для молодых ученых. В этом году прошла юбилейная, посвященная 150-летию института, конференция «Изучение водных и наземных экосистем». Активно работает Совет молодых ученых. Сотрудники института участвуют во многих, в том числе международных, научных проектах. Проводится активная эколого-просветительская деятельность на Карадагской научной станции.

взаимодействий в системе «живое косное вещество – радиоактивные и химические загрязнители в морской среде». В нем было рассмотрено влияние биотических и абиотических факторов на формирование радиоизотопного и химического состава морских вод.

С пленарными докладами также выступили: чл.-корр. РАН А. К. Буряк, д. х. н. К. Г. Боголицын (САФУ), д. х. н. А. М. Долгоносков и д. х. н. Р. Х. Хамизов (ГЕОХИ). Прозвучал совместный доклад чл.-корр. РАН И. Г. Тананаева и к. х. н. И. И. Довгия. Особое внимание привлекло сообщение д. х. н. Р. Х. Хамизова «Самоподдерживающиеся процессы умягчения – опреснения соленых вод», ввиду чрезвычайной актуальности этой проблемы для Крыма. Докладчик отметил, что сначала эту идею в шутку

В Институте физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина

развиваются следующие научные направления: супрамолекулярная химия, физикохимия поверхности, куда входит хроматография и адсорбция; наноматериалы; радиоэкология; электрохимическая энергетика. Институт расположен в нескольких зданиях. Новые – корпуса коррозии и радиохимии. В корпусе радиохимии имеются линейные ускорители и источники гамма-излучений, собственная станция переработки радиоактивных отходов. В корпусе коррозии расположены комплексы для ускоренных испытаний, банк данных, компьютеризированные системы обработки метеорологических данных и коррозионных показателей испытываемых материалов. Имеется ряд коррозионных станций, в том числе за рубежом. Коррозионный корпус – источник тесного сотрудничества с МГИ, поскольку ИФХЭ планирует создать коррозионную станцию и в Крыму. Одно из направлений деятельности института – топливные элементы и их компоненты, имеется испытательное оборудование. Это не только аккумуляторы, но и элементы преобразования энергии, например из водорода. Развит научно-образовательный комплекс – обучаются более 250 студентов, более 80 аспирантов. Функционируют три диссертационных совета. Институт широко сотрудничает с российскими и зарубежными вузами. На базе института работает Научный совет по физической химии РАН, издаются журналы: «Физическая химия», «Коллоидный журнал», «Радиохимия», «Физикохимия поверхности и защита материалов», «Электрохимия».



называли «ионообменным вечным двигателем», но на самом деле существуют строгие физикохимические причины принципиальной реализации СМП-процессов и полученные результаты показывают возможность их практического применения в Крыму.

С результатами своих работ молодые ученые познакомили научное сообщество на пяти секциях и на стендовой сессии, в рамках которых научным комитетом были заслушаны и оценены 28 выступлений. Среди общего количества сообщений были отмечены 11 докладов, а затем вручены дипломы 13-ти молодым ученым. Дипломы I степени за устные доклады получили Шоль Л. В., Долгушев П. А., Коренькова О. Б., Лобко В. В., Зарубо А. М., за стендовые доклады – Кайгородова Е. И., Карл Л. Э., Губанова Ю. К. (в соавторстве); диплома II степени удостоены Паршина А. Э., Драньков А. Н., Токарь Э. А., Карл Л. Э.; дипломом III степени наградили Мирошниченко О. Н.

На церемонии вручения научный комитет и привлеченные к оценке активные участники симпозиума отмечали высокий уровень представленных работ. Например, д. х. н. А. В. Буланова (Самарский НИУ) констатировала: «Вы знаете, это просто воодушевляет нас, потому что мы понимаем теперь, что физхимия, хроматография и экология в надежных руках».

На закрытии симпозиума по результатам состоявшихся дискуссий был сформулирован ключевой тезис – современной науке очень важна междисциплинарность. Участники отметили

отличную организацию, доброжелательную рабочую атмосферу и оценили работу симпозиума как успешную и эффективную. Вдохновленные высокой оценкой организаторы приняли решение провести следующий симпозиум и школу-конференцию молодых ученых «Физико-химические методы в междисциплинарных экологических исследованиях» в октябре-ноябре 2023 года в г. Севастополе.

Обращаясь к участникам, С. К. Коновалов отметил: «На симпозиуме я услышал такие научные споры, которые всегда были присущи российской советской научной школе. Дело в том, что смысл дискуссии не в том, чтобы указать на ошибки докладчика, какие-то недостатки в исследовании, а в том, чтобы дать пищу для размышления, дальнейшего развития и подъема в науке, для решения каких-то вопросов, которые, допустим, не приходили в голову ранее. Поэтому в этом смысле это очень плодотворная конференция. Я желаю организаторам, чтобы они не снижали планку, и эта конференция оставалась именно такой – научной, дискуссионной, интересной и развивающейся».

Надо отметить, что всем посетившим мероприятие в Севастополе повезло не только с верным временем проведения конференции, но и с погодой – они застали поистине золотую осень в Крыму.



И как сказал д. х. н. О. Б. Рудаков (ВГТУ): «Я думаю, все мы увезем с собой в сердце вот эти памятные дни, которые мы провели в Севастополе».

Запись заседаний можно посмотреть на сайте симпозиума: <https://methods.phyche.ac.ru>

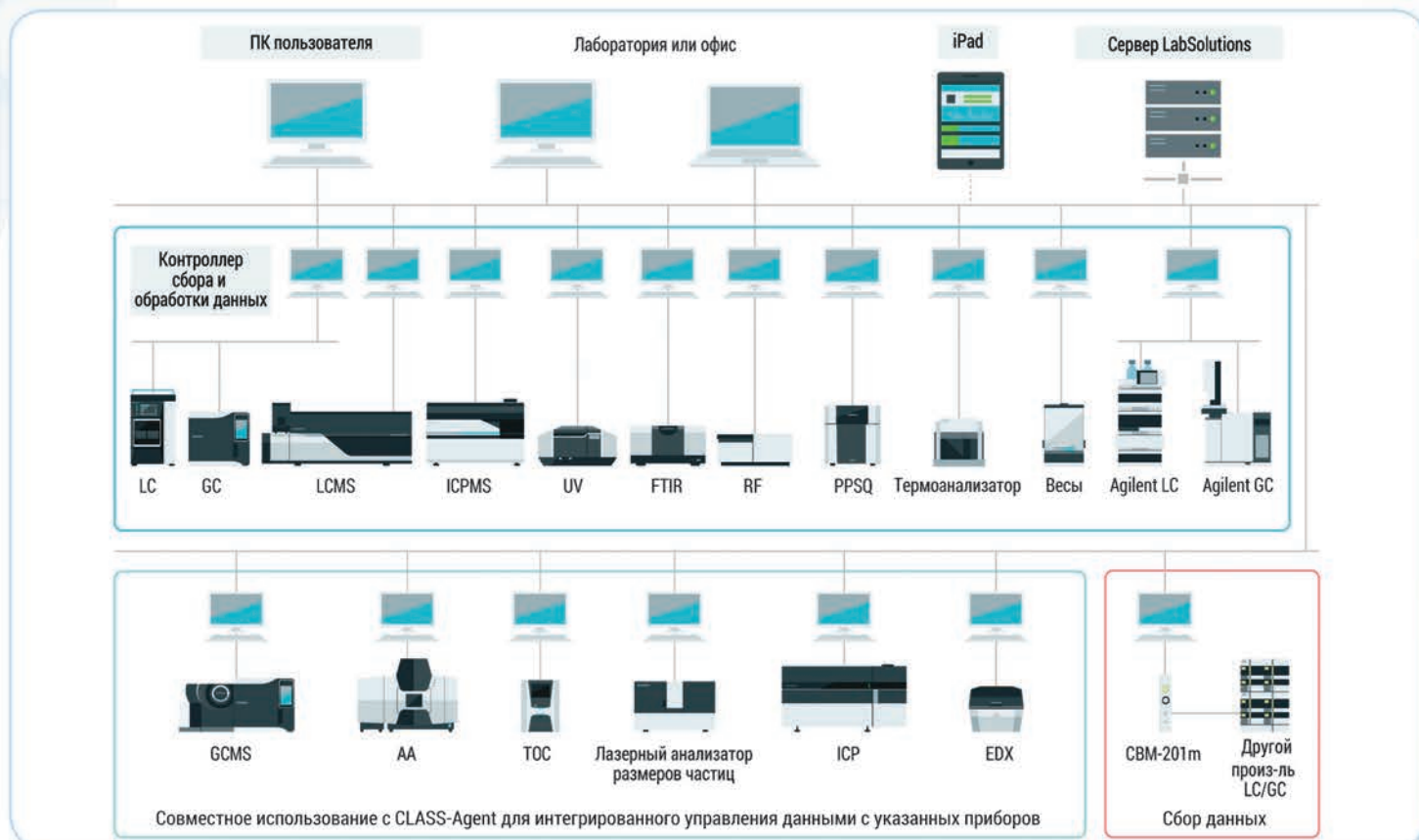


Программное обеспечение LabSolutions CS

Уникальная разработка Shimadzu для удаленного управления, обработки и хранения аналитических данных в соответствии с GLP

LabSolutions CS – единственное программное решение, позволяющее объединять в единую сеть хроматографическое, масс-спектрометрическое, спектральное, весовое и другое оборудование, включая жидкостные и газовые хроматографы различных производителей (Agilent, Thermo и т. д.), и при этом полностью отвечающее требованиям целостности и прослеживаемости данных.

LabSolutions CS имеет унифицированный интерфейс с единым алгоритмом управления и обработки данных для хроматографического оборудования (ВЭЖХ, ГХ, ГХ/ВЭЖХ-МС). Очень удобной является возможность составления мультиточетов по результатам анализов, полученных с разных приборов (например, с газового хроматографа, УФ-спектрофотометра и ВЭЖХ).



LabSolutions CS – уникальные возможности для вашей лаборатории

- По сравнению с программными продуктами других производителей (OpenLab, Empower, Chromeleon) ПО LabSolutions CS позволяет управлять и собирать данные практически со всех аналитических приборов Shimadzu.
- В единую сеть может быть включено аналитическое и вспомогательное лабораторное оборудование различных типов: газовые и жидкостные хроматографы, включая Agilent и Thermo, жидкостные и газовые хромато-масс-спектрометры, спектральные приборы (ААС, УФ, ИК, спектрофлуориметры, ICP, ICPMS), рентгеновское оборудование (EDX), анализаторы органического углерода (ТОС), анализаторы размеров частиц и даже весы.
- LabSolutions CS можно соединить с системой типа LIMS для организации закрытой сети, в которую будет включено всё оборудование, установленное в лаборатории.

Вторая Всероссийская конференция «Аккредитация. Компетентность – 2021»

Приглашаем принять участие во Второй Всероссийской конференции «Аккредитация. Компетентность – 2021», которая состоится 6–10 декабря в Москве, ГК «Измайлово», для представителей аккредитованных лиц, промышленных предприятий, руководителей и сотрудников неаккредитованных лабораторий.

Конференция проводится при поддержке Российского союза промышленников и предпринимателей (РСПП). На конференции планируются к рассмотрению следующие вопросы:

- обмен опытом по внедрению изменений законодательства в сфере аккредитации, Критериев аккредитации (Приказ Минэкономразвития РФ № 707) и ГОСТ ISO / IEC 17025-2019;
- построение единого информационного пространства между заказчиками, органом по аккредитации, учебными заведениями и аккредитованными лицами (испытательными лабораториями, метрологическими службами, органами по сертификации и органами инспекций);
- достижение взаимопонимания между аккредитованными лицами, органом по аккредитации и заказчиками, а также построение единой политики взаимодействия и доверия сторон;
- оптимизация выбора поставщиков для проведения испытаний и сертификации продукции;
- минимизация рисков несоответствий Критериям аккредитации по результатам проверок 2020–2021 годов;
- информирование представителей промышленности об ответственности за некачественную сертификацию продукции и способах предотвращения получения некачественных сертификатов (критерии выбора испытательных лабораторий и органов сертификации);



- популяризация реформы аккредитации с целью повышения качества продукции и снижения риска попадания некачественной продукции на российский рынок;
- раскрытие потенциала и построение персональной траектории профессионального развития как условие формирования кадрового резерва. Дискуссионный формат мероприятия позволит на круглых столах задать вопросы ведущим экспертам по кейсам их лабораторий. Участие широкого круга специалистов будет способствовать обмену опытом с коллегами, усовершенствованию навыков управления лабораторией, а также взаимодействию с аудиторами, специалистами в области контроля качества измерений.

В рамках конференции предоставляется возможность пройти стажировку по образовательной программе, которая начнется 7 декабря. По окончании обучения будут выданы удостоверение о повышении квалификации, актуальные чек-листы, полезные материалы.

Основной миссией конференции является создание информационно-коммуникационной среды для построения эффективного взаимодействия аккредитованных лиц, представителей промышленности и органа по аккредитации.

В рамках конференции пройдет выставка (офлайн / онлайн) «Оценка соответствия», способствующая обмену знаниями и опытом для развития бизнеса.

Ссылка на сайт конференции
<http://conference-accrreditation.com/>





Международная выставка и форум
по фармацевтике и биотехнологиям

5-7 апреля 2022

Санкт-Петербург, Экспофорум, павильон Н

gotoipheb.com

Санкт-Петербург –
лучшее место
для бизнеса



19

стран



3000+

посетителей



100+

экспонентов



Международное событие для участников фармацевтического и смежных рынков (БАД и здоровое питание)

признанная платформа для встречи с ведущими фармацевтическими компаниями
со всего мира на одной площадке

Поддержка:



Организатор:



Эффективные способы концентрирования при пробоподготовке в спектральном анализе высокочистых веществ и функциональных материалов

А. Р. Цыганкова, к. х. н.¹

УДК 543, 543.054, 543.423.1, 543.51

Отделение основы пробы отгонкой после химического превращения – эффективный способ концентрирования примесей для их последующего спектрального анализа. В статье рассмотрены различные варианты реализации такого процесса – в один или два этапа, для высокочистых кремния, германия и их оксидов; оксидов висмута, молибдена и вольфрама. Проведено сравнение списка определяемых примесей, уровня пределов обнаружения и других особенностей разработанных методик количественного химического анализа на основе указанных способов отделения основы пробы. Отделение основы пробы отгонкой после химического превращения позволяет снизить пределы обнаружения примесей до 10^{-8} % мас. при их АЭС-определении и до 10^{-10} % мас. при МС-определении. Внутрिलाбораторная прецизионность анализа составляет 0,2–0,3.

Ключевые слова: высокочистые вещества, функциональные материалы, микропримеси, методы концентрирования, спектральный анализ

Введение

Основа современного материаловедения – вещества с низким содержанием технологически важных примесей. С точки зрения исследования собственных физико-химических и химико-аналитических свойств – получение простых высокочистых веществ является важной фундаментальной задачей, поскольку открытие их уникальных свойств способствует расширению области практического применения таких соединений. Совершенствование методов очистки веществ и развитие инструментальных многоэлементных методов анализа с низкими пределами обнаружения примесей – это тесно связанные научные направления. Требования к составу особо чистых веществ возрастают, списки определяемых микропримесей расширяются, пределы их обнаружения снижаются.

Получение, очистка и применение высокочистых материалов – это те процессы, в которых важную роль играет тщательный аналитический контроль как обязательный этап, воспроизводимый результат без которого скорее случайность, чем закономерность. В настоящий момент не существует точно сформулированных требований к содержанию примесей в прекурсорах. Требования к химической, фазовой, структурной и дефектной чистоте разные для каждого отдельно взятого материала. Классическими примерами высокочистых веществ и соединений, которые нашли применение в различных областях материаловедения, являются кремний, германий и их оксиды; висмут и его оксид; кадмий и его оксид, теллур и его оксид, оксид молибдена, оксид вольфрама и др.

Попытки найти простые и универсальные методы исследования примесного состава ВЧВ привели к пониманию, что контроль интегральных физических величин (остаточное электросопротивление, концентрация носителей заряда, температура плавления кристаллов), не дал ожидаемых результатов.

¹ ФГБУН Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН (ИНХ СО РАН), Новосибирск, alphiya@yandex.ru.

Сокращения

АЭС – атомно-эмиссионная спектрометрия
ДПТ-АЭС – атомно-эмиссионная спектрометрия с возбуждением излучения в дуге постоянного тока
ИСП-АЭС – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой
ИСП-МС – масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой
ВЧВ – высокочистые вещества
МС – масс-спектрометрия
ПО – пределы обнаружения

Причина состоит в том, что эти величины зависят не только от состава, но и от наличия дефектов в материале или формы присутствия примесей в материале. Концентрация матричного вещества также не стала основным критерием чистоты из-за недостаточной точности ее определения. По этой причине такие подходы не отвечают высоким требованиям, предъявляемым к высокочистым веществам [1]. Наиболее перспективно исследование примесного состава ВЧВ с помощью комплекса многоэлементных методов с низкими пределами обнаружения.

Аналитическая лаборатория Института неорганической химии им. А. В. Николаева, основанная д. х. н., проф. И. Г. Юделевицем в 1964 году, входила в состав отдела полупроводниковых материалов. Основное направление работы – контроль чистоты высокочистых веществ и функциональных материалов на их основе. И в рамках развития химико-спектральных методов основное внимание в Аналитической лаборатории ИХ СО РАН было уделено снижению пределов обнаружения аналитов путем сочетания высокоэффективных способов концентрирования примесей с современными возможностями инструментальных методов. В статье рассмотрены следующие объекты – кремний, германий и их оксиды; висмут, молибден, вольфрам и их оксиды.

Снижение пределов обнаружения в высокочистых веществах возможно как с помощью использования методов предварительного обогащения проб химическими или физическими методами, так и путем разработки более чувствительных методов анализа. Среди способов предварительного отделения основы пробы для рассмотренных нами объектов в литературе описаны следующие приемы: осаждение матричного компонента [2]; соосаждение примесных элементов [3, 4]; экстракция [5]; ионохроматографическое отделение [6, 7]; зонная плавка [8];

отгонка после химического превращения [9–13]. Часть публикаций [2, 3, 5, 8] относится к середине – концу 20 века, поскольку эти методы сегодня не используют ввиду их трудоемкости, часто низкой эффективности и высокого ПО аналитов. Такие способы концентрирования можно отнести к «духу времени» и ожидать появления свежих статей для таких методов отделения основы пробы неоправданно.

Каждый из перечисленных способов концентрирования примесей имеет свои достоинства и ограничения. К основным факторам, ограничивающим ПО примесей можно отнести чистоту используемых реактивов; чистоту коллектора примесей; загрязняющее действие конструкционных материалов и окружающей атмосферы; количество стадий методики. Традиционно в Аналитической лаборатории ИХ СО РАН развивали методы концентрирования на основе отгонки матрицы после химического превращения. Причинами такого выбора являются минимальный расход реактивов, относительная простота процедуры, возможность использования большой навески и сравнительная простота моделирования [14, 15].

Процесс отгонки матрицы после химического превращения возможно реализовать как двух-, так и одноэтапный процесс. Рассмотрим каждый из них подробнее.

Отгонка основы пробы после химического превращения. Двухстадийный процесс

При реализации такого подхода на первом этапе происходит химическая трансформация матричного компонента, например, растворение в предварительно очищенных кислотах. Затем проводят упаривание полученного раствора с отделением матрицы в виде легколетучего соединения. Такой способ часто реализуют при анализе кремния, германия и их оксидов [16–19]. Главным достоинством такого подхода является сравнительная легкость реализации процесса – нагревание и упаривание раствора при сравнительно низких температурах (80–90 °С), что позволяет сохранить в жидком концентрате микропримесей наибольшее количество аналитов. На рис. 1 представлен общий вид процесса упаривания в боксах из оргстекла с принудительной вентиляцией в атмосфере очищенного воздуха (фильтрация воздуха через ткань Петрянова). Упаривание проводят при верхнем нагреве с использованием регулируемых ИК-ламп.

Основными недостатками двухстадийной отгонки основы пробы является длительность процесса;

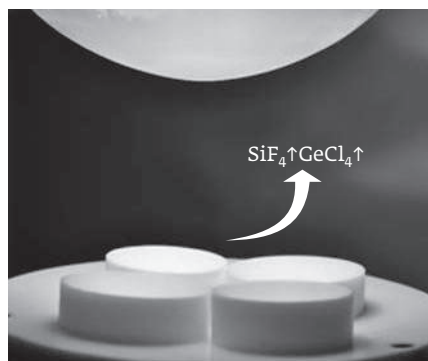


Рис. 1. Упаривание раствора под ИК-лампой. Улетучивание основного компонента (Si, Ge) в виде тетрагалогенидов (SiF_4 , GeCl_4)

необходимость использования двойного набора посуды (для растворения и отделения основы пробы); необходимость использования больших объемов кислот, как для стадии растворения, так и для подготовки посуды и прочих приспособлений, участвующих в процессе концентрирования. Все это неизбежно приводит к повышенному содержанию распространенных примесей в контрольном опыте и повышению уровня ПО для них. В табл. 1 представлены ПО распространенных примесей, оцененные по 3s-критерию, при химико-спектральном анализе кремния, германия и их оксидов, методом инструментального анализа – ИСП-АЭС [20, 21].

В большинстве случаев ПО перечисленных анализов ограничены контрольным опытом из предварительно очищенных реактивов. Обращает на себя внимание ПО Са в кремнии и его оксиде – $2 \cdot 10^{-5}$ % мас.,

Таблица 1. Сравнение пределов обнаружения для кремния, германия и их оксидов при двухстадийной отгонке основы пробы после растворения, % мас.

Элемент	Si/SiO ₂ [20]	Ge/GeO ₂ [21]
Al	$5 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-7}$
B	$1 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
Ba	$2 \cdot 10^{-7}$	$7 \cdot 10^{-8}$
Ca	$2 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-6}$
Cu	$5 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$
Fe	$4 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
K	$6 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
Mg	$7 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-8}$
Mn	$9 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-7}$
P	$8 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-6}$
Ti	$7 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
Zn	$8 \cdot 10^{-7}$	$9 \cdot 10^{-7}$

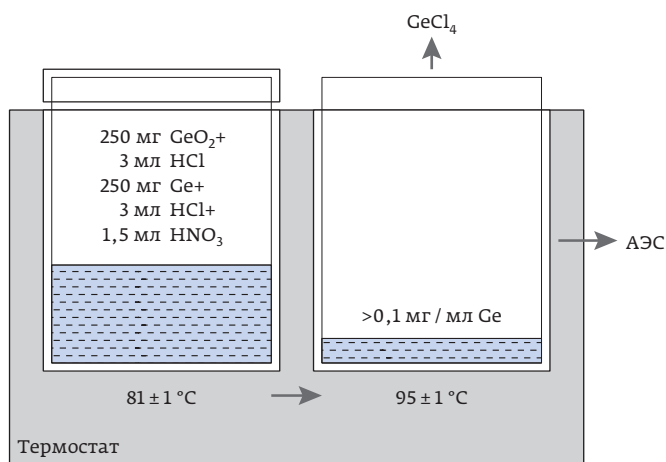


Рис. 2. Схема упаривания и отделения основы пробы Ge и его оксида в виде GeCl_4 в твердотельном термостате

что превышает требования к полупроводниковому кремнию почти в пять раз [17].

Важно отметить, что для определения нераспространенных примесей двухстадийная отгонка основы пробы может оказаться очень эффективной. На рис. 2 представлен усовершенствованный процесс концентрирования примесей с использованием одного набора посуды – растворение и отделение основы пробы проводят в одних и тех же сосудах. Комбинированная методика на основе этой процедуры концентрирования позволяет снизить ПО для Ir, Pd, Pt, Rh, Ru, S, Th, Tl и U до $n \cdot 10^{-7}$ – $n \cdot 10^{-6}$ % мас. Кроме того, указанный способ отделения основы подходит для концентрирования по методике [21], таким образом, общее количество определяемых аналитов составляет 50. Подводя итог можно сказать, что двухстадийная отгонка основы пробы эффективна при определении широкого круга аналита, ПО при этом находятся на уровне $n \cdot 10^{-8}$ – $n \cdot 10^{-6}$ % мас.

Отгонка основы пробы после химического превращения. Одностадийный автоклавный процесс

Для снижения ПО распространенных примесей при характеристике полупроводникового кремния и германия целесообразно сократить общее число стадий пробоподготовки. Это возможно с помощью двухкамерной автоклавной системы, в которой отгонка основы пробы в газовую фазу реализуется без контакта образца с раствором кислот. Для интенсификации процесса используют микроволновой нагрев.

Поскольку пробы разлагаются парами кислот, смеси реактивов не вносят вклад в величину контрольного опыта, что позволяет использовать реактивы марки ос. ч. без дополнительной очистки.

Были изготовлены вкладыши специальной конструкции для автоклавов XP-1500 микроволновой печи MARS 5. Конструкция этих вкладышей позволяет использовать штатные датчики давления и температуры, что дает возможность задавать и контролировать процесс отгонки основы. Вкладыши изготовлены из фторопласта, который устойчив к реакционной среде, гидрофобен и легко очищается кипячением в царской водке. С использованием такого вида вкладышей одновременно возможно проводить отгонку трех образцов и контрольного опыта (для оценки внесенных загрязнений из атмосферы, посуды и реактивов в процессе анализа). На рис. 3 представлена схема автоклава XP-1500 микроволновой печи MARS 5 (2, 3) с вкладышем (5). Для полного вскрытия проб кремния (0,7–1,0 г) необходимо 10 мл концентрированной фтористоводородной и 5 мл концентрированной азотной кислоты. Поскольку процесс разложения кремния экзотермический, для предотвращения бурной реакции предварительно температуру автоклавов довели до 100 °С и выдерживали 30 мин. Затем температуру поднимали до 160 °С и выдерживали около часа. Для полного вскрытия проб германия (0,75–1,2 г) необходимо 20 мл концентрированной соляной кислоты. При отделении основы пробы германия температуру автоклавов довели до 80 °С и выдерживали 10 мин, затем температуру поднимали до 180 °С и выдерживали 50 мин. Полученный жидкий концентрат микропримесей анализировали методом ИСП-АЭС. Методика анализа кремния позволяет определять до 30 примесей на уровне $n \cdot 10^{-8}$ – $n \cdot 10^{-6}$ % мас. Методика анализа германия позволяет определять до 50 примесей

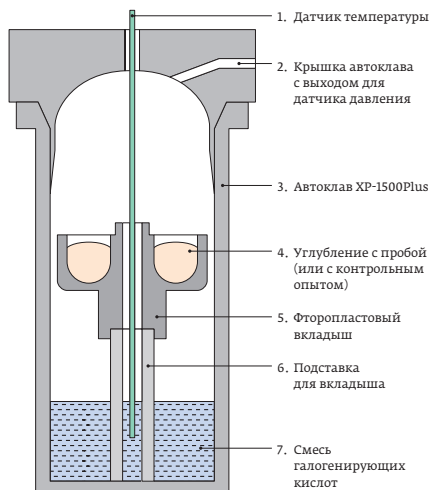


Рис. 3. Схема автоклава для отделения основы пробы кремния и германия

на уровне $n \cdot 10^{-8}$ – $n \cdot 10^{-5}$ % мас. Внутривлабораторная прецизионность не превышает 0,3.

В табл. 2 представлено сравнение ПО для некоторых аналитов. Звездочкой (*) отмечены примеси, для которых применение автоклава при микроволновом нагреве позволило снизить ПО в 1,5–15 раз, то есть сокращение стадий предварительной пробоподготовки позволяет существенно сократить уровень ПО для отдельных примесей, в том числе технологически важных – Ca, Cr, Fe, Ni и Zn; при этом ПО для Ca при автоклавном отделении основы пробы удовлетворяет требованиям [17].

Существенным ограничением при использовании автоклавов является максимальная температура процесса (рабочая температура при эксплуатации не более 200–220 °С), что обусловлено свойствами материалов контейнеров. Альтернатива автоклавным системам с термическим или микроволновым нагревом – проточный реактор.

Отгонка основы пробы после химического превращения. Одностадийный процесс в проточном реакторе

Проточный реактор, выполненный из высококачественного кварца, позволяет поднимать температуры процесса до 500 °С и более, дальнейшее повышение температуры способствует большим потерям аналитов. Наиболее просто реализуемым

Таблица 2. Сравнение пределов обнаружения для кремния и его оксида при двухстадийной и автоклавной отгонке основы пробы, % мас.

Элемент	Двухстадийный процесс	Автоклавный процесс
Al	$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
Ca*	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$
Cr*	$3 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-8}$
Cu	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$
Fe*	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
K*	$6 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$
Mo*	$2 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-7}$
Mn	$9 \cdot 10^{-8}$	$8 \cdot 10^{-8}$
Ni*	$7 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$
P	$8 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Zn*	$8 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-8}$

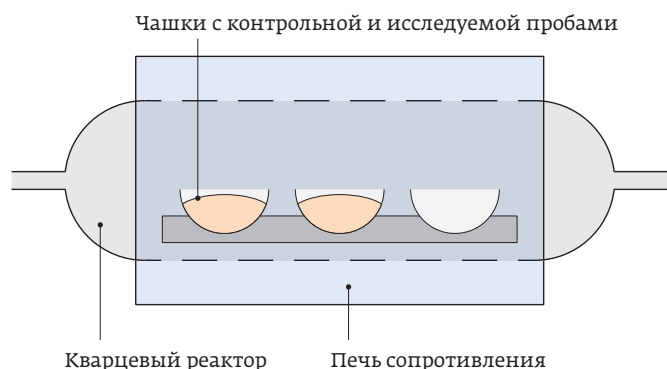


Рис. 4. Схема установки для одностадийной отгонки основы пробы после химического превращения

галогенированием в условиях проточного реактора является хлорирование. Такой способ отделения основы пробы показал свою эффективность для германия, оксидов висмута, молибдена и вольфрама.

На рис. 4 представлена схема установки для отгонки основы пробы в виде легколетучего соединения – хлорида, оксохлорида или их смеси. Основные достоинства такого способа – это простота реализации процедуры отгонки, изолированность материала исследуемой пробы от атмосферы комнаты, возможность использования большой навески. Все эти факторы способствуют достижению наименьших пределов обнаружения как для распространенных, так и для нераспространенных примесей.

Используемый способ концентрирования имеет и ограничения, а именно – температура процесса для перечисленных объектов должна быть не меньше 200 °С. Для каждой основы необходимо применять уникальный хлорирующий агент, позволяющий провести эффективное отделение основы пробы при наименьших потерях аналитов. Таким образом, происходит неизбежное сокращение списка примесей, связанное с температурой процесса,

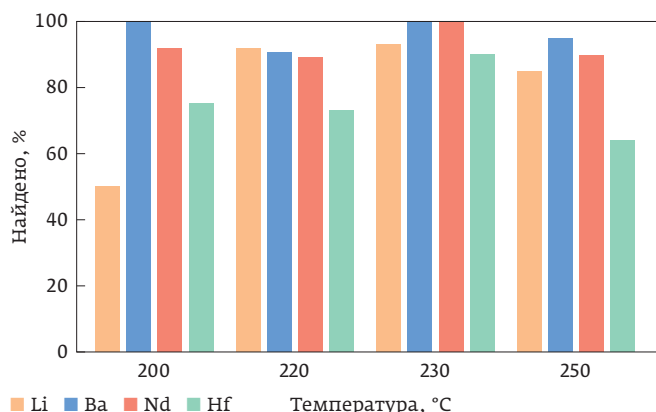


Рис. 5. Полнота концентрирования примесей (в % отн. от введенного значения) Li, Ba, Nd, Hf при отгонке германия в проточном реакторе в виде его тетрахлорида при различных температурах

хлорирующим агентом и материалом, из которого изготовлены реактор и чашки для проб.

Важным этапом разработки способа концентрирования примесей играет изучение поведения примесей при различных температурах. На сохранение примесей оказывают влияние как термодинамические, так и кинетические факторы. На рис. 5 представлена полнота концентрирования примесей Li, Ba, Nd, Hf при отгонке германия в проточном реакторе в виде его тетрахлорида. Видно, что использование более низких температур – 200 и 220 °С способствует потерям таких примесей как Li, Nd, Hf, что связано с длительностью процесса. При температуре 230 °С возможно более полное концентрирование всех перечисленных примесей, дальнейшее увеличение температуры также приводит к снижению полноты концентрирования примесей.

В табл. 3 перечислены примеси, которые теряются полностью или частично и сохраняются в концентрате для германия, оксидов висмута, вольфрама

Таблица 3. Поведение примесей при отгонке основного компонента в проточном реакторе для германия, оксидов висмута, вольфрама и молибдена

Основа	Примеси	
	Частично или полностью потерянные	Сохраненные в концентрате
Bi ₂ O ₃	As, Cd, Ga, Fe, In, Mo, Sb, Sn, Te, V и Zn	Ag, Al, Be, Ca, Co, Cr, Cu, Mg, Mn, Ni, Pb, Pt и Ti
WO ₃	As, Au, B, Fe, Ga, In, Mo, Pb, Sb, Sn, Te, V, Zn, Zr	Ag, Al, Ba, Be, Ca, Co, Cr, Cu, Mg, Mn, Ni, Pt и P
MoO ₃	As, B, Bi, Cd, Ga, Pb, Sb, Sn, V, Zn и Zn	Ag, Al, Ba, Be, Ca, Co, Cu, Fe, Hf, La, Li, Mg, Mn, Na, Nb, Ni, P, Pd, Pt, Rb, Sr, Y и Zr
Ge	Au, B, Bi, Ga, Hg, In, Ir, Mo, Re, Sb, Se, Sn, Ta, Te, Tl, V и W	Ag, Al, Ba, Be, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Gd, Hf, Ho, La, Li, Lu, Mg, Mn, Na, Nb, Nd, Ni, Pd, Pb, Pr, Pt, Rb, Rh, Ru, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, Ti, Tm, U, Yb, Zn и Zr

Таблица 4. Сравнение достигнутых ПО для германия и его оксида при различных способах концентрирования примесей, % мас.

ПО, % мас.	(1)	(2)	(3)
	ИСП-АЭС	ИСП-АЭС	ДПТ-АЭС
$n \cdot 10^{-10}$	–	–	–
$n \cdot 10^{-9}$	–	–	–
$n \cdot 10^{-8}$	Ba, Be, Cd, Co , K, La, Li, Mg, Sb , Sr, Y	Mg	Ag
$n \cdot 10^{-7}$	Ag, Al, As, Cr , Ga, Hf, In, Mn, Nb, Ni , Re, Ru, Se, Sn, Te, V, W, Zn, Zr	Ag , Au, Be, Cd , Eu, Li , Lu, Mn , Sc, Sr, Y, Yb	Au, Be, Cd, Cu , Ga, In , Lu, Mn
$n \cdot 10^{-6}$	B, Bi , Ca, Cu, Fe , Ir, Mo, Na, P, Pb , Pd, Pt, Rb, Rh, S , Ta, Ti, Th, Tl , U	Al, As, B , Ba, Ce, Co, Cr, Cu , Dy, Er, Fe , Ga, Gd, Hf, Hg, Ho, In , La, Na, Nb, Nd, Ni, P, Pb , Pr, Sm, Sn, Ta, Tb, Ti, Tm, W, Zn, Zr	Al, Bi, Co, Cr , Er, Eu, Fe , Gd, Hf, Ho, K, La, Mg , Mo, Nb, Pb, Sb , Sc, Sn, Ti, Tm, Y, Yb, Zn, Zr
$n \cdot 10^{-5}$	–	Re, Sb , Te	Ba, Ca, Ce, Dy, Hg, Li , Sm, Ta, Te
$n \cdot 10^{-4}$	–	–	As, Tb
Σ	50	50	46

и молибдена. Стоит отметить, что широкий список элементов, сохраняющихся в концентрате после отгонки основы германия обусловлен наименьшей температурой процесса – 230 °С, тогда как для других основ температура хлорирования ≥ 350 °С.

Перечисленные способы концентрирования примесей легли в основу новых химико-спектральных методик и используются в ИНХ СО РАН для сертификации продуктов предприятий производителей кремния, германия и их оксидов; аналитического сопровождения исследовательских работ по очистке висмута и его оксида; оксидов молибдена и вольфрама.

Интересным представляется сравнить описанные подходы для одной матрицы. В качестве примера рассмотрим германий и его оксид. Физико-химические свойства этого объекта позволяют реализовать все перечисленные способы концентрирования примесей. В табл. 4 представлены способы предварительного отделения основы – двухстадийный процесс с предварительным растворением (1), одностадийный автоклавный процесс (2) и одностадийный процесс в проточном реакторе (3); методы инструментального анализа – ИСП-АЭС, ДПТ-АЭС и ИСП-МС; списки аналитов и уровень ПО для них. Полужирным шрифтом выделены технологически важные примеси, присутствие которых

оказывает влияние на полупроводниковые свойства материала.

Как видно из таблицы, число определяемых технологически важных примесей (выделены полужирным) при концентрировании примесей способом (1) наибольшее – 21 примесь (что полностью соответствует требованиям ГОСТ [22]). Общее число примесей при их ИСП-АЭС определении одинаково – 50, однако список аналитов не идентичен, кроме того, уровень ПО для них также различается, что связано со способом предварительного концентрирования. Наименьшее число аналитов и определяемых технологически важных примесей можно определить методом ИСП-МС после одностадийного процесса в проточном реакторе, что объясняется температурой процесса – 230 °С. Интересно, что технологически важную примесь Ag можно определить любым перечисленным методом. Наименьшие ПО Ag при этом обеспечивает современный метод ИСП-МС и метод ДПТ-АЭС, реализованный на оборудовании предыдущего поколения. Такой же эффект мы видим для технологически важных примесей Al, Cd, Mg и Zn при сравнении ПО для ИСП-АЭС и ИСП-МС-методов – ПО находится на одном уровне. Для большинства остальных примесей, как и следовало ожидать, ПО, полученные методом ИСП-МС, ниже на один-два порядка.

Выводы

Методы концентрирования на основе отгонки матрицы после химического превращения возможно реализовать как двухэтапный, так и одноэтапный процесс. Каждый из указанных подходов обладает своими достоинствами и ограничениями, такими как уровень ПО для распространенных примесей, число и список определяемых аналитов. При характеристике образцов высокочистых веществ в первую очередь следует принимать во внимание требования к исследуемому образцу и делать выбор в пользу способа концентрирования и инструментального метода или комбинации методов, которые наиболее полно им отвечают.

Благодарности

Автор выражает благодарность соавторам публикаций: д. х. н., проф. И. Р. Шелпаковой, д. т. н. А. И. Сапрыкину, к. х. н. Н. С. Медведеву, к. х. н. А. В. Сайко (Шавериной), к. х. н. О. В. Лундовской, к. х. н. Т. Я. Гусельниковой.

Финансирование

Научно-исследовательские работы проводили в 2008–2020 годах в соответствии с планом НИР ИНХ СО РАН по проекту V.45.1.4. № госрегистрации 0300-2016-0020. Часть исследований выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-03-31364 мол_а.

Литература

1. Девятых Г. Г., Карпов Ю. А., Осипова Л. И. Выставка-коллекция высокочистых веществ. М.: Наука, 2003.
2. Крауз Л. С. и др. Химико-спектральный метод определения примесей в металлическом висмуте и его соединениях. *Методы определения примесей в чистых металлах. Труды комиссии по аналитической химии.* 1960; 12:175–186.
3. Тарасевич Н. И. и др. Определение вольфрама в молибдене химико-спектральным методом. *Заводская лаборатория. Физические методы исследования.* 1959; 25(8):955–956.
4. Kujirai O. et al. Determination of traces of impurities in molybdenum disilicide by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry after coprecipitation. *Analytical sciences.* 1991; 7(Suppl):99–102.
5. Карабаш А. Г. и др. Определение примесей в молибдене и его соединениях. *Методы определения примесей в чистых металлах. Труды комиссии по аналитической химии.* 1960; 12:255–264.
6. Seubert A. On-line coupling of ion chromatography and atomic spectrometry for ultra-trace analysis in high purity molybdenum-and tungsten-silicide *Fresenius' journal of analytical chemistry.* 1996; 354(7):788–796.
7. Слезко Н. И. и др. Анализ висмута высокой чистоты с использованием ионообменного разделения. *Журнал аналитической химии.* 1978; 32(1):102–106.

8. Коновалов Э. Е. Применение зонной плавки для концентрирования примесей при спектральном анализе чистого висмута. *Журнал аналитической химии.* 1963; 18:624–627.
9. Шаверина А. В. и др. Методика ИСП-АЭС анализа кремния с микроволновым разложением и концентрированием. *Журнал аналитической химии.* 2015; 70(1):26–26.
10. Medvedev N. S. et al. Analysis of high-purity germanium dioxide by ETV-ICP-AES with preliminary concentration of trace elements. *Talanta.* 2016; 155:358–362.
11. Medvedev N. S. et al. Using of Fractional Separation for the Analysis of MoO₃ by Atomic Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma and Electrothermal Vaporization. *Journal of Analytical Chemistry.* 2018; 73(6):533–538.
12. Lipatova M. M., Pimenov V. G. Analysis of the compounds of tellurium (IV), tungsten (VI) and tellurite glasses of TeO₂-WO₃ system by atomic-emission method. *Book of Abstracts ICAS-2006 International Congress on Analytical Sciences.* Moscow. Russia. 2006; 1:36–35.
13. Guselnikova T. Y., Tsygankova A. R. Determination of Rare Impurities in High-Purity Germanium and Germanium Oxide by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. *Inorganic Materials.* 2021; 57(4):409–416.
14. Shestakov V. A. et al. Physicochemical modeling of the behavior of impurities in bismuth Oxide in their preconcentration by matrix distillation. *Journal of Analytical Chemistry.* 2009; 64(2):116–124.
15. Shestakov V. A. et al. Physicochemical modeling of the behavior of impurities in bismuth oxide in the chemical distillation of the sample matrix. *Journal of Analytical Chemistry.* 2009; 64(10):1072–1075.
16. Зильберштейн Х. И. и др. Химико-спектральный анализ тонких пластин полупроводникового кремния. *Журнал аналитической химии.* 1973; 28(7):1323–1329.
17. ГОСТ 26239.0-84 – ГОСТ 26239.8-84. *Кремний полупроводниковый, исходные продукты для его получения и кварц. Методы анализа.* М.: Издательство стандартов, 1985.
18. Захария Н. Ф. и др. О концентрировании и количественном определении ингредиентов некоторых материалов полупроводниковой промышленности. *Анализ полупроводниковых материалов: труды комиссии по аналитической химии.* 1968; 16:94–98.
19. Чанышева Т. А. и др. Определение примесей в высокочистом диоксиде германия атомно-эмиссионным спектральным методом. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2009; 75(1):7–10.
20. Shaverina A. V. et al. ICP-AES analysis of high-purity silicon. *Inorganic Materials.* 2013; 49(14):1283–1287.
21. Шаверина А. В. Комплекс ИСП-АЭС методик анализа кремния, германия и их оксидов. Новосибирск: дис. канд. хим. наук, 2016.
22. ГОСТ 16153-80. *Германий монокристаллический.* Технические условия. М.: Издательство стандартов, 1994.

References

1. Devyatykh G. G., Karpov Yu. A., Osipova L. I. Exhibition-collection of high-purity substances. М.: Science, 2003.
2. Krause L. S. et al. Chemical spectral method for the determination of impurities in metallic bismuth and its compounds. *Proceedings of the Commission for Analytical Chemistry. Methods for the determination of impurities in pure metals.* 1960; 12:175–186.
3. Tarasevich N. I. et al. Determination of tungsten in molybdenum by chemical-spectral method. *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials.* 1959; 25 (8):955–956.
4. Kujirai O. et al. Determination of traces of impurities in molybdenum disilicide by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry after coprecipitation. *Analytical sciences.* 1991; 7(Suppl):99–102.

5. **Karabash A. G. et al.** Determination of impurities in molybdenum and its compounds. *Proceedings of the Commission for Analytical Chemistry. Methods for the determination of impurities in pure metals*. 1960;12:255–264.
6. **Seubert A.** On-line coupling of ion chromatography and atomic spectrometry for ultra-trace analysis in high purity molybdenum-and tungsten-silicide *Fresenius' journal of analytical chemistry*. 1996; 354(7):788–796.
7. **Slezko N. I. et al.** Analysis of high purity bismuth using ion-exchange separation. *Journal of Analytical Chemistry*. 1978; 32(1):102–106.
8. **Konovalov E. E.** The use of zone melting for the concentration of impurities in the spectral analysis of pure bismuth. *Journal of Analytical Chemistry*. 1963; 18:624–627.
9. **Shaverina A. V. et al.** Technique of ICP-AES analysis of silicon with microwave decomposition and concentration. *Journal of Analytical Chemistry*. 2015; 70 (1):26–26.
10. **Medvedev N. S. et al.** Analysis of high-purity germanium dioxide by ETV-ICP-AES with preliminary concentration of trace elements. *Talanta*. 2016; 155:358–362.
11. **Medvedev N. S. et al.** Using of Fractional Separation for the Analysis of MoO₃ by Atomic Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma and Electrothermal Vaporization. *Journal of Analytical Chemistry*. 2018; 73(6):533–538.
12. **Lipatova M. M., Pimenov V. G.** Analysis of the compounds of tellurium (IV), tungsten (VI) and tellurite glasses of TeO₂-WO₃ system by atomic-emission method. *Book of Abstracts ICAS-2006 International Congress on Analytical Sciences*. Moscow. Russia. 2006;1:36–35.
13. **Gusel'nikova T. Y., Tsygankova A. R.** Determination of Rare Impurities in High-Purity Germanium and Germanium Oxide by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. *Inorganic Materials*. 2021;57(4):409–416.
14. **Shestakov V. A. et al.** Physicochemical modeling of the behavior of impurities in bismuth Oxide in their preconcentration by matrix distillation. *Journal of Analytical Chemistry*. 2009; 64(2):116–124.
15. **Shestakov V. A. et al.** Physicochemical modeling of the behavior of impurities in bismuth oxide in the chemical distillation of the sample matrix. *Journal of Analytical Chemistry*. 2009; 64(10):1072–1075.
16. **Zilberstein Kh. I. et al.** Chemical-spectral analysis of semiconductor silicon thin wafers. *Journal of Analytical Chemistry*. 1973; 28(7):1323–1329.
17. GOST 26239.0-84 – GOST 26239.8-84. Semiconductor silicon, initial products for its production and quartz. Analysis methods. M.: Publishing house of standards, 1985.
18. **Zachariya N. F. et al.** About the concentration and quantitative determination of the ingredients of some materials of the semiconductor industry. Analysis of semiconductor materials: Tr. Commission for Analytical Chemistry. 1968; 16:94–98.
19. **Chanysheva T. A. et al.** Determination of impurities in high-purity germanium dioxide by atomic emission spectral method. *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials*. 2009; 75(1):7–10.
20. **Shaverina A. V. et al.** ICP-AES analysis of high-purity silicon. *Inorganic Materials*. 2013; 49(14):1283–1287.
21. **Shaverina A. V.** Complex of ICP-AES methods for the analysis of silicon, germanium and their oxides. Novosibirsk: dis. cand. chem. Sciences, 2016.
22. GOST 16153-80. Germanium monocrystalline. Technical conditions. M.: Publishing house of standards, 1994.

Статья поступила в редакцию 20.10.2021

Принята к публикации 13.11.2021

Серия «Quantaurus»



Светодиодные люминофоры

Металлоорганические комплексы

Флуоресцентные материалы

Квантовые точки

OLED материалы

Фотоэлектрические материалы

Основные черты:

- Измерение времени жизни флуоресценции до 100 пикосекунд (методом деконволюции)
- Семь светодиодов с различными длинами волн для оптического возбуждения
- Полностью автоматизированные измерения
- Анализ времени жизни до пяти экспонент

Применение:

- Определение характеристик светоизлучающих материалов
- Исследование флуоресцентных образцов и квантовых точек
- Исследование металлоорганических комплексов

HAMAMATSU
PHOTON IS OUR BUSINESS

www.hamamatsu.com
Представительство Hamamatsu Photonics в России и СНГ
Тел: +7 (495) 258-85-18, E-mail: info@hamamatsu.ru

Применение высокоэффективной жидкостной хроматографии для исследования качества винодельческой продукции: современные методические подходы

А. Ю. Колеснов, д. т. н.^{1,2}, С. Р. Цимбалаев, к. т. н.¹, Ф. Х. Ламердонова¹ УДК 543.51, ВАК 02.00.02

Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) исследовано влияние простого карамельного колера (Caramel I-Plain, E-150a) на концентрации фурфурола (FL) и гидроксиметилфурфурола (HMF) в дистиллятах. На 52 промышленных образцах с разным географическим происхождением и сроками выдержки показано, что средние концентрации FL и HMF в коньячных дистиллятах составляют 11,0 и 10,5 мг / л соответственно, а в винных дистиллятах FL – не более 3,5 мг / л, HMF – отсутствует. FL и HMF в колере содержатся в концентрациях от 170 до 12 500 мг / кг. Отношение между количествами FL и HMF в аутентичных дистиллятах составляет более 1,0. Внесение колера смещает это соотношение до значений менее 1,0. Представленный подход используется в едином аналитическом и экспертном алгоритме идентификации компонентного состава винодельческой продукции, установленном в ГОСТ Р 59570-2021.

Ключевые слова: винодельческая продукция, коньячный дистиллят, карамельный колер, высокоэффективная жидкостная хроматография, идентификация компонентов, фурановые альдегиды, фурфурол, гидроксиметилфурфурол, ГОСТ Р 59570-2021

Введение

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) широко применяется в исследованиях винодельческой продукции (например, виноградного сула, вин, коньяков и др.) для анализа состава углеводов, органических кислот и ряда других соединений [1–5]. Исследование методом ВЭЖХ специфических соединений, относящихся к фурановым альдегидам, например, фурфурола (FL) и гидроксиметилфурфурола (HMF), имеет большое прикладное значение в том числе для контроля качества

винодельческой продукции, применяемой в производстве коньяков и бренди. Опубликованные результаты работ по этой тематике показывают эффективность применения метода ВЭЖХ для выявления карамельного (сахарного) колера в дистиллятах [6–12]. Целью работы, проведенной в Лаборатории фундаментальных и прикладных исследований качества и технологий пищевых продуктов (ПНИЛ) Центра коллективного пользования (Научно-образовательного центра) Российского университета дружбы народов (РУДН), являлось исследование методом ВЭЖХ состава фурановых альдегидов (FL и HMF) в промышленных коньячных и винных дистиллятах, имеющих разные сроки выдержки и поставляемых на российский рынок из разных географических регионов.

¹ Российский университет дружбы народов (РУДН).
117198, Москва, ул. Миклухо-Маклая, д. 6.

² kolesnov-ayu@rudn.ru.

Объекты исследования

Исследования проводили на образцах промышленной винодельческой продукции, производимой в России или поставляемой по импорту, – 6 образцов коньячных дистиллятов российского производства, 20 коньячных дистиллятов из Казахстана, 22 коньячных дистиллята из Армении, 2 коньячных дистиллята из Франции, 2 винных дистиллята из Армении, а также на 13 образцах лабораторного дистиллята с выдержкой до 12 месяцев. Перечень и описание образцов представлены в табл. 1. В общей сложности состав FL и HMF был исследован методом ВЭЖХ в 65 образцах винодельческой продукции.

Экспериментальный дистиллят получен в лабораторном масштабе из виноматериала, изготовленного из смеси разных сортов винограда. Перегонку виноматериала проводили на модульной дистилляционной установке по так называемому двусгоночному способу – с первичным получением дистиллята-сырца крепостью 32% об. и повторной перегонкой для приготовления дистиллята крепостью 72% об. Выдержку дистиллята проводили в бочке из кавказского дуба вместимостью 10 л. Контролировали выдержку в постоянном режиме по следующим параметрам:

- в дистилляте – температура, содержание этанола, содержание примесей, изотопный состав углерода в этаноле, содержание дейтерия в метильной и метиленовой группах молекулы этанола;
- в помещении – температура, влажность, атмосферное давление, содержание диоксида углерода в атмосфере.

Для изучения состава FL и HMF в пищевом красителе – карамельном (сахарном) колере в исследовании был использован промышленный образец

Таблица 1. Образцы винодельческой продукции, исследованные методом ВЭЖХ с целью изучения состава FL и HMF

№ образца	Количество образцов	Наименование	Срок выдержки в контакте с древесиной дуба (месяцы)	Происхождение	
1	1	Дистиллят-сырец коньячный	0	Россия	
2	1	Дистиллят коньячный молодой	0		
3	1	Дистиллят коньячный	36		
4	1		36		
5	1		60		
6	1		72		
7	1		Дистиллят лабораторный	0	
8	1			1	
9	1	2			
10	1	3			
11	1	4			
12	1	5			
13	1	6			
14	1	7			
15	1	8			
16	1	9			
17	1	10			
18	1	11			
19	1	12			
20–21	2	Дистиллят коньячный	60	Франция	
22–29	8		96	Армения	
30–43	14		60		
44–57	14		60	Казахстан	
58–63	6		72		
64–65	2	Дистиллят винный	0	Армения	

Примечания:

- 1) Промышленные образцы № 3 и 5 выдержаны в эмалированных емкостях на дубовой клепке.
- 2) Промышленные образцы № 4 и 6 выдержаны в дубовых бочках.
- 3) Лабораторные образцы № 8–19 выдержаны в бочке из кавказского дуба.
- 4) Сведения о способе выдержки образцов № 20–63 в контакте с древесиной дуба отсутствуют.

концентрированного колера Caramel I-Plain (E-150a) российского производства, применяемый при изготовлении коньяков. Содержание растворимых сухих веществ в красителе составило 69,4%.

Оборудование и материалы

Инструментальное обеспечение

В исследовании винодельческой продукции (табл. 1), было использовано следующее аналитическое оборудование:

- хроматограф ВЭЖХ LC-20 Prominence (Shimadzu, Япония) с устройством автоматического ввода проб (автосамплером) Sil-20A, спектрофотометрическим детектором SPD-20A, аналитической колонкой PerfectSil Target ODS-3 HD, длина – 250 мм, внутренний диаметр – 4,6 мм, размер частиц сорбента 5 мкм (рис. 1);
- оборудование общелабораторного назначения, в том числе рефрактометр RM-40 (Mettler Toledo, Швейцария), аналитические весы LP1200S (Sartorius, Германия), автоматические дозаторы (Sartorius, Германия), лабораторная посуда и др. для измерения общих физико-химических свойств объектов исследования, приготовления градуировочных растворов и растворов проб.

Стандартные образцы

Для установления градуировочных характеристик в качестве стандартных веществ использованы 5-гидроксиметилфурфурол и фурфурол чистотой не менее 99,0% производства Sigma-Aldrich (США).

Градуировка

Градуировочные характеристики для каждого аналита устанавливали по методу внешнего стандарта путем последовательного анализа серии градуировочных растворов в диапазоне концентраций (0,5–10) мг/л.

Подготовка проб к исследованию

Пробу (табл. 1) объемом 1,0 мл, отобранную автоматическим дозатором, помещали в мерную колбу вместимостью 25 мл, объем содержимого доводили дистиллированной водой до метки, полученный раствор фильтровали через нейлоновый мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Условия хроматографического анализа

Хроматографический анализ проводили в соответствии со следующими условиями:

- в качестве подвижной фазы использовали смесь ацетонитрила с дистиллированной водой (20 МОм/см) в объемном соотношении 1 : 9;
- скорость подачи подвижной фазы составляла 1,0 мл/мин;
- объем инъекции 20 мкл;
- температура термостата колонки 40° С;
- детектирование FL и НМФ в ультрафиолетовой области спектра при 284 нм.



Рис. 1. Аналитический комплекс на базе хроматографа ВЭЖХ LC-20 Prominence (Shimadzu, Япония)

Продолжительность хроматографического анализа составила 12 мин. При этом времена удерживания НМФ – 5,7 мин, FL – 8,9 мин. На рис. 2 представлена хроматограмма анализа градуировочных растворов стандартных веществ FL и НМФ.

Расчет результатов хроматографического анализа

Расчет концентраций FL и НМФ в образцах (табл. 1) проводили по формуле:

$$C = S \cdot K \frac{V_1}{V_0}, \quad (1)$$

где С – концентрация FL или НМФ в образце, мг/л;
S – площадь пика FL или НМФ на хроматограмме исследуемого раствора образца, усл. ед. площади;

K – градуировочный коэффициент, мкг/(мл × усл. ед. площади);

V₀ – объем пробы для анализа, мл;

V₁ – объем разбавления пробы для анализа, мл.

Расчет отношения R между концентрациями FL и НМФ проводили по формуле:

$$R = \frac{C_{FL}}{C_{НМФ}}, \quad (2)$$

где C_{FL} – концентрация FL в исследуемом образце, мг/л;

C_{НМФ} – концентрация НМФ в исследуемом образце, мг/л.

Результаты исследования

Результаты проведенного исследования состава фурановых альдегидов – FL и НМФ – приведены

в табл. 2 и 3. Примеры хроматограмм для отдельных образцов дистиллятов представлены на рис. 3-4, 6-12.

Предварительное хроматографическое исследование простого карамельного (сахарного) колера (Caramel I-Plain, E-150a) позволило установить, что FL содержится в нем в количестве 170, а НМФ – 12 500 мг/кг. Содержание растворимых сухих веществ в колере составило 69,4%. Исследование аутентичных промышленных (образцы № 1-6) и лабораторного дистиллятов (образцы № 7-19) показывает, что в составе фурановых альдегидов всех образцов доминирует FL. Так, например, в пробах № 1-6 в зависимости от срока и условий созревания концентрация FL находится в диапазоне от 1,2 до 13,9 мг/л, в то время

как концентрация НМФ – от 0,1 до 1,9 мг/л. Значения показателя R во всех аутентичных промышленных образцах № 1-6 составили более 1,0. Следует отметить, что в двух пробах дистиллятов со схожими сроками созревания (60 и 72 месяца), но с разными условиями выдержки – в эмалированных емкостях на дубовой клепке и в дубовых бочках – выявлены различия в накоплении НМФ. Так, например, концентрация НМФ после 60 мес. выдержки в эмалированной емкости на дубовой клепке составила 1,9 мг/л, а после 72 мес. выдержки в дубовой бочке – 0,3 мг/л. Результаты хроматографического анализа аутентичных промышленных дистиллятов со сроками выдержки 0 и 72 мес. представлены на рис. 3 и 4.

Таблица 2. Результаты хроматографического исследования состава FL и НМФ в образцах аутентичных промышленных и лабораторного дистиллятов (табл. 1, образцы № 1-19)

№ образца	Концентрация, мг/л		R (FL/НМФ)
	FL	НМФ	
1	1,2	Отсутствует	>1,0
2	10,2	Отсутствует	>1,0
3	5,3	0,1	53,0
4	9,4	0,2	47,0
5	13,9	1,9	7,32
6	6,4	0,3	21,33
7	0,8	0,1	8,0
8	0,9	0,1	9,0
9	1,2	0,4	3,0
10	1,4	0,6	2,33
11	1,6	0,8	2,0
12	1,9	1,1	1,73
13	2,4	1,5	1,60
14	2,6	1,8	1,44
15	2,8	1,7	1,65
16	3,1	1,7	1,82
17	2,8	1,6	1,75
18	4,0	1,7	2,35
19	4,6	1,5	3,07

Таблица 3. Результаты хроматографического исследования состава FL и НМФ в образцах промышленных дистиллятов (табл. 1, образцы № 20-63) и винных дистиллятов (табл. 1, образцы № 64-65)

№ образца	Концентрация, мг/л		R (FL/НМФ)
	FL	НМФ	
20	2,4	2,6	0,92
21	2,3	2,5	0,90
22	10,1	6,9	1,46
23	11,0	7,5	1,47
24	3,9	2,3	1,69
25	6,0	3,9	1,54
26	10,8	7,2	1,50
27	10,5	7,2	1,46
28	9,9	7,5	1,32
29	5,7	3,9	1,46
30	4,6	9,8	0,47
31	4,8	9,7	0,49
32	5,1	9,5	0,54
33	5,2	9,8	0,53
34	5,5	9,9	0,56
35	5,6	10,5	0,53
36	5,2	9,5	0,55
37	4,9	9,8	0,50
38	3,5	5,7	0,61
39	4,8	9,5	0,49
40	5,6	10,5	0,53
41	5,5	10,3	0,53
42	5,3	10,2	0,52
43	3,9	5,8	0,67
44	2,2	3,1	0,71
45	1,3	2,9	0,45
46	1,3	2,9	0,45
47	1,4	3,0	0,47
48	1,6	3,9	0,41
49	1,3	2,9	0,45
50	3,1	4,3	0,72
51	3,2	4,4	0,73
52	3,1	3,9	0,79
53	2,6	3,3	0,79
54	2,7	3,3	0,82
55	3,0	4,3	0,69
56	3,0	4,3	0,69
57	3,1	4,1	0,76
58	3,5	5,9	0,59
59	3,3	5,7	0,58
60	3,2	5,6	0,57
61	2,1	5,1	0,41
62	1,9	4,7	0,40
63	3,5	5,9	0,59
64	3,4	Не обнаружен	>1,0
65	3,5	Не обнаружен	>1,0

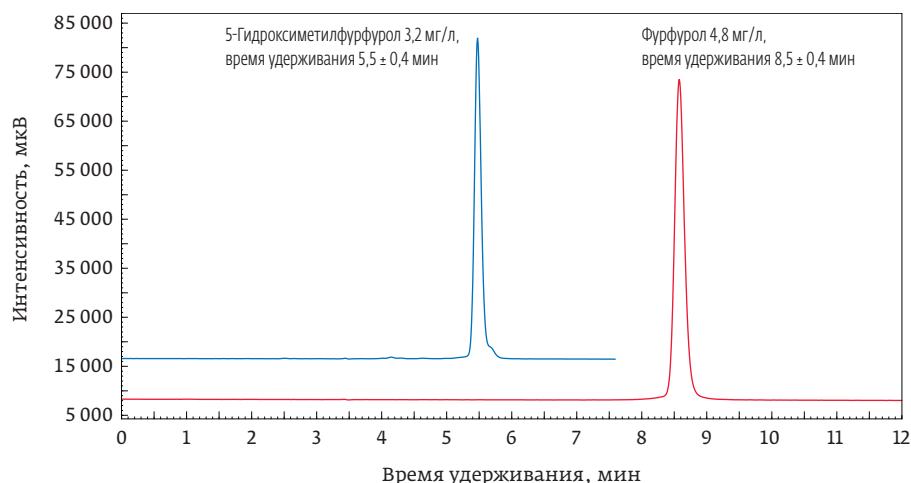


Рис. 2. Хроматограмма градуировочных растворов 5-гидроксиметилфурфузола и фурфузола

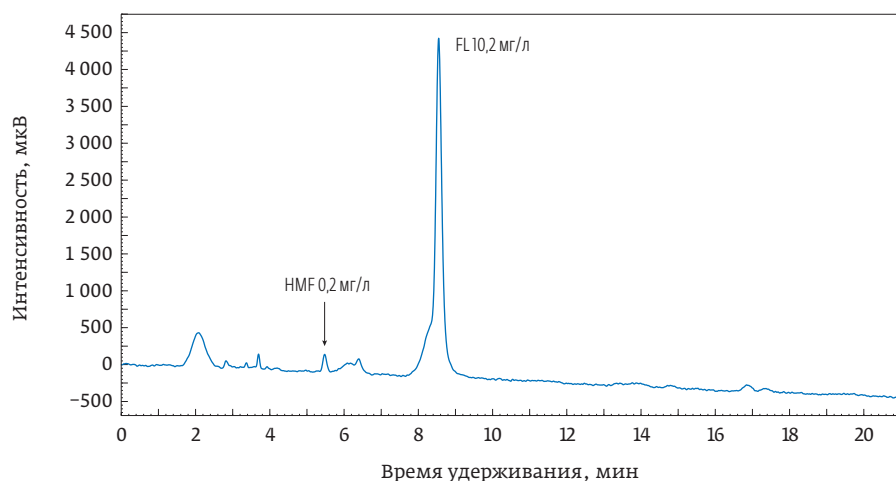


Рис. 3. Хроматограмма образца № 2: аутентичный дистиллят коньячный молодой, выдержка 0 мес.

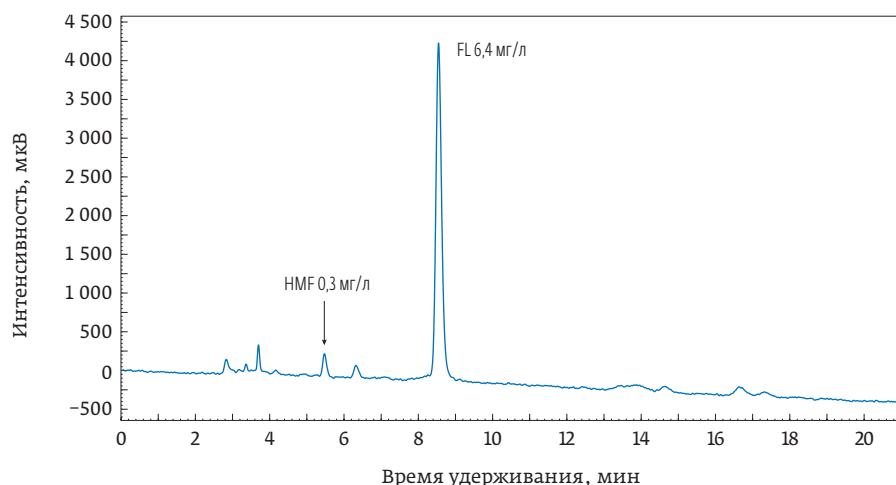


Рис. 4. Хроматограмма образца № 6: аутентичный дистиллят коньячный, выдержка 72 мес. в дубовой бочке

Результаты экспериментальных исследований лабораторного дистиллята (образцы № 7–19) в течение 12 мес. хранения в контролируемых условиях показывают, что во всех образцах происходит накопление как FL, так и НМФ. Характер изменения концентраций FL и НМФ представлен на рис. 5.

Динамика накопления FL в лабораторном дистилляте показывает устойчивую тенденцию к росту концентрации с увеличением длительности выдержки в контакте с древесиной дуба. С другой стороны, рост концентрации НМФ с 0,1 до 1,6 мг/л в лабораторном дистилляте наблюдался в течение первых 6 мес., затем стабилизировался на уровне 1,5–1,8 мг/л. Значения показателя R во всех образцах лабораторного дистиллята (№ 7–19) лежали выше границы в 1,0. Примеры хроматограмм лабораторного дистиллята со сроками выдержки 0 и 12 мес. представлены на рис. 6 и 7.

Примеры хроматограмм промышленных дистиллятов с разными сроками выдержки и географическим происхождением представлены на рис. 8–11. В сравнении с хроматограммами аутентичных и лабораторного дистиллятов, представленными выше, в большинстве изученных промышленных дистиллятов из Франции, Армении и Казахстана, образцы которых отображены на российском рынке, концентрация НМФ превысила концентрацию FL, что в свою очередь понизило значение показателя R до уровня менее 1,0. Из 44 образцов промышленных дистиллятов значение показателя R превысило границу 1,0 только в 8 случаях (образцы № 22–29 из Армении, выдержка 96 мес., см. рис. 8).

В двух дистиллятах из Франции (образцы № 20–21, выдержка 60 мес., рис. 9) концентрация НМФ незначительно превысила концентрацию FL. При этом значения показателя R составили 0,92 и 0,90

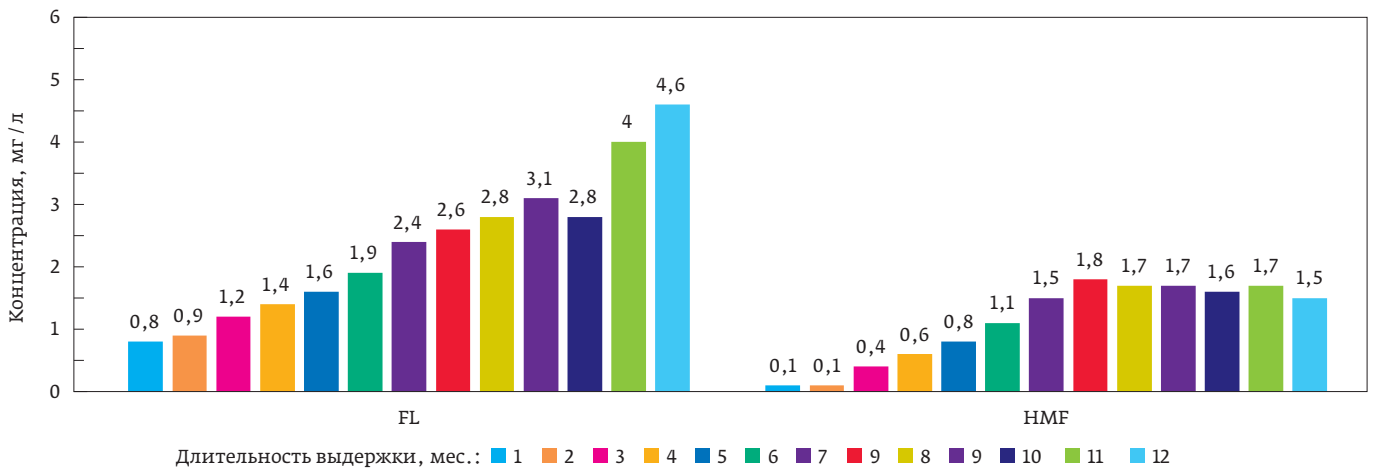


Рис. 5. Динамика изменения концентраций FL и HMF при выдержке лабораторного дистиллята в бочке из кавказского дуба в течение 12 мес.

соответственно, что также не удовлетворяет отношению между концентрациями FL и HMF, которое в аутентичных коньячных дистиллятах без добавок карамельного (сахарного) колера должно превышать границу 1,0. Как и ожидалось, в двух винных дистиллятах (образцы № 64–65, без выдержки) HMF не был обнаружен, а концентрация FL составила 3,4 и 3,5 мг/л соответственно (рис. 12).

Заключение

Основным результатом проведенного исследования с применением современного методического подхода, основанного на хроматографическом методе анализа фурановых альдегидов – фурфурола (FL) и гидроксиметилфурфузола (HMF), является подтверждение ранее полученных данных о приоритетном накоплении FL в коньячных дистиллятах при их выдержке в контакте с древесиной дуба. HMF образуется в меньших количествах или практически отсутствует в дистиллятах, выдержанных в допустимых технологических условиях в контакте с древесиной дуба (в дубовых бочках или емкостях с дубовой клепкой). Внесение в дистиллят карамельного (сахарного)

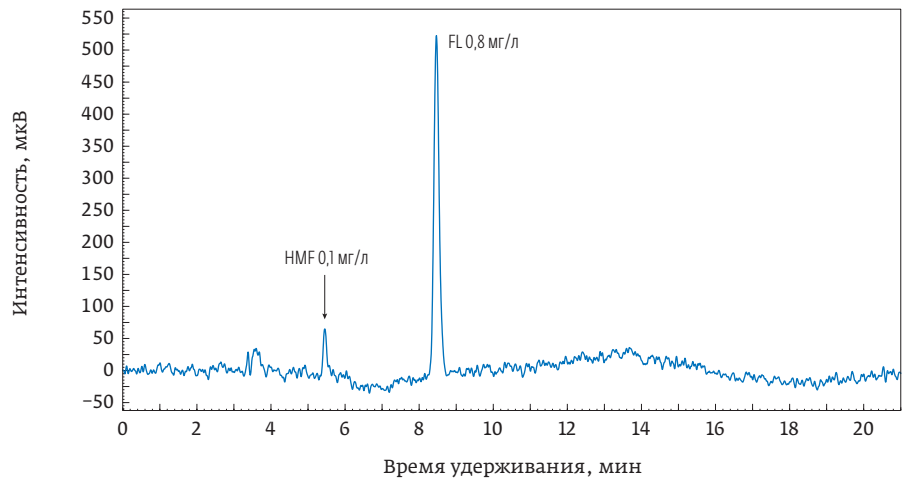


Рис. 6. Хроматограмма образца №7: лабораторный дистиллят, выдержка 0 мес.

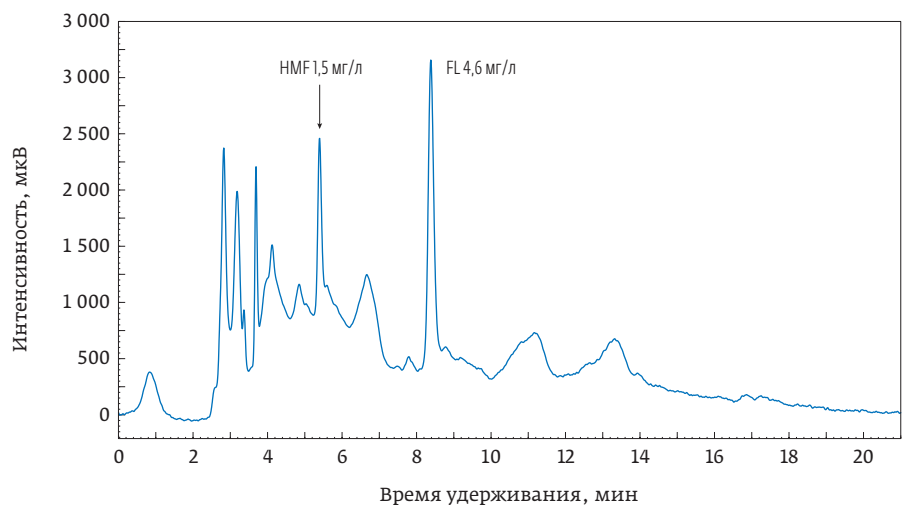


Рис. 7. Хроматограмма образца №19: лабораторный дистиллят, выдержка 12 мес.

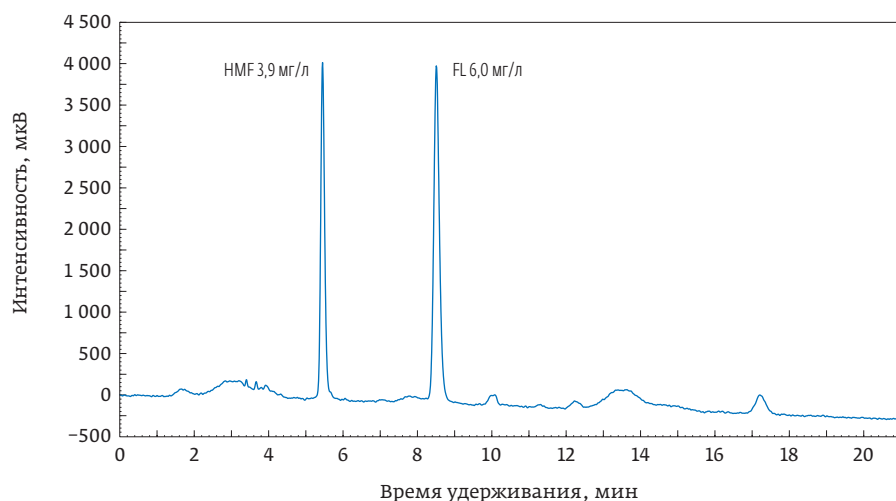


Рис. 8. Хроматограмма образца № 25: коньячный дистиллят, выдержка 96 мес. (Армения)

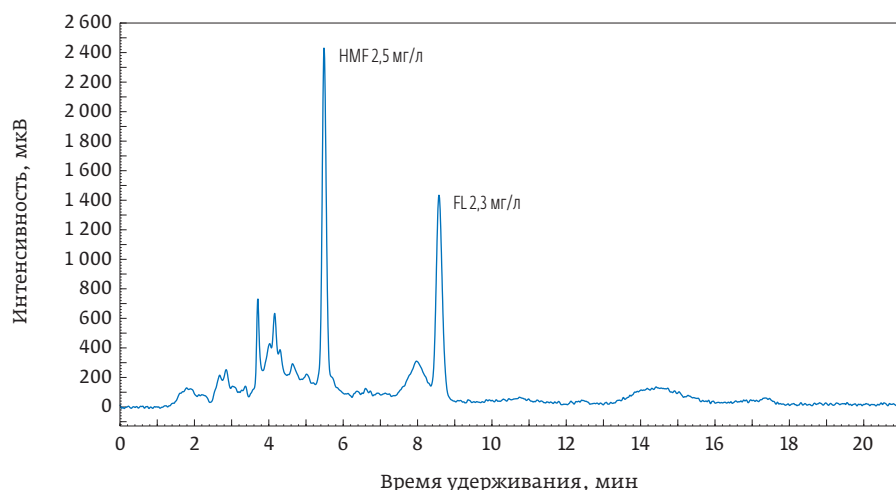


Рис. 9. Хроматограмма образца № 21: коньячный дистиллят, выдержка 60 мес. (Франция)

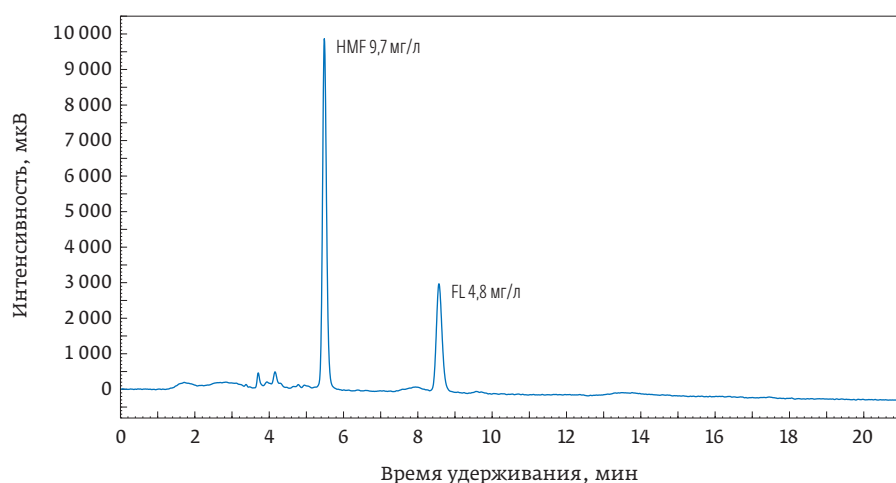


Рис. 10. Хроматограмма образца № 31: коньячный дистиллят, выдержка 60 мес. (Армения)

колера, содержащего НМФ в избыточном количестве (до 12,5 г/кг), в дозировке до 0,4%, как правило, применяемой при купажировании коньяков, приводит к увеличению концентрации НМФ и смещению значений показателя R до уровня менее 1,0. Таким образом, количественный критерий оценки качества – отношение концентраций FL и НМФ (показатель R) – позволяет на практике выявить недопустимую манипуляцию с составом дистиллята путем добавления в него простого карамельного (сахарного) колера (Caramel I-Plain, E-150a).

Представленный методический подход, основанный на методе ВЭЖХ, показал свою эффективность и ряд достоинств, среди которых можно выделить следующие:

- простота и легкость воспроизведения;
- высокая степень достоверности результатов определения;
- малые затраты времени;
- использование распространенного хроматографического оборудования и оборудования общелабораторного назначения;
- наличие предпосылок для автоматизации измерений при рутинном анализе большого количества образцов;
- коммерческая доступность чистых веществ – аналитических стандартов для градуировки хроматографа.

Рассмотренный методический подход, основанный на методе ВЭЖХ, эквивалентном официальному методу Международной межправительственной организации по виноградарству и виноделию OIV (метод № OIV-MA-BS-16: R2009 [13]), предложен для применения в рамках единого аналитического и экспертного алгоритма идентификации компонентного состава винодельческой продукции, в том числе коньяков, бренди,

коньячных и винных дистиллятов, установленного в национальном стандарте Российской Федерации ГОСТ Р 59570-2021 «Продукция винодельческая. Идентификация компонентов в части определения природы этанола и других соединений физико-химического состава» [14] в целях эффективного противодействия производству и изготовлению продуктов, не соответствующих требованиям законодательства, а также для повышения конкурентоспособности и обеспечения экспортного потенциала российской винодельческой отрасли.

Литература / References

1. Adam L., Bartels W., Christoph N., Stempf W. *Brennereianalytik. Band 1: Qualitätskontrolle in der Brennerei und beim Spirituosenhersteller. Band 2: Qualitätskontrolle und Analytik im Fachlabor.* Hamburg: Behr's Verlag; 1995:436 Seiten.
2. Ashurst P.R., Dennis M.J. *Analytical Methods of Food Authentication.* London: Blackie Academic & Professional; 1998:350 p.
3. Sun D.-W. *Modern Techniques for Food Authentication.* Amsterdam: Elsevier; 2008:689 p.
4. International Organisation of Vine and Wine. *Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis. Volume I & II.* Available from: <https://oiv.int/public/medias/7907/oiv-vol1-compendium-of-international-methods-of-analysis.pdf>, <https://oiv.int/public/medias/7788/oiv-compendium-of-international-methods-of-analysis-vol2-en.pdf> [Accessed 01st October 2021].
5. International Organisation of Vine and Wine. *Compendium of International Methods of Spiritous Beverages of Vitivinicultural Origin.* Available from: <https://oiv.int/en/technical-standards-and-documents/methods-of-analysis/compendium-of-international-methods-of-analysis-of-spirituos-beverages-of-vitivinicultural-origin> [Accessed 01st October 2021].
6. Jeuring H.J., Kupperts J.E.M. High-performance liquid chromatography of furfural and hydroxymethylfurfural in spirits and honey. *Journal of Association of Official Analytical Chemists.* 1980; (63):1215-1218.
7. Villalón-Mir M., Quessada-Granados J., Serrana H.L., Martínez M.C.L. High performance liquid chromatography determination of furanic compounds in commercial brandies and caramels. *Journal of Liquid Chromatography.* 1992; (15):513-524.
8. Quessada-Granados J., Villalón-Mir M., Garcia-Serrana L., Martínez M.C.L. Influence of aging factors on the furanic aldehyde contents of matured brandies aging markers. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 1996;(44):1378-1381.
9. Quessada-Granados J., Villalón-Mir M., Garcia-Serrana L., Martínez M.C.L. The influence of added caramel on furanic aldehyde content of matured brandies. *Food Chemistry.* 1996;(4):415-419.
10. Canas S., Belchior A.P., Spranger M.I., Bruno de Sousa R. High-performance liquid chromatography method for analysis of phenolic acids, phenolic aldehydes and furanic derivatives in brandies. Development and validation. *Journal of Separation Science.* 2003; (26):496-502.

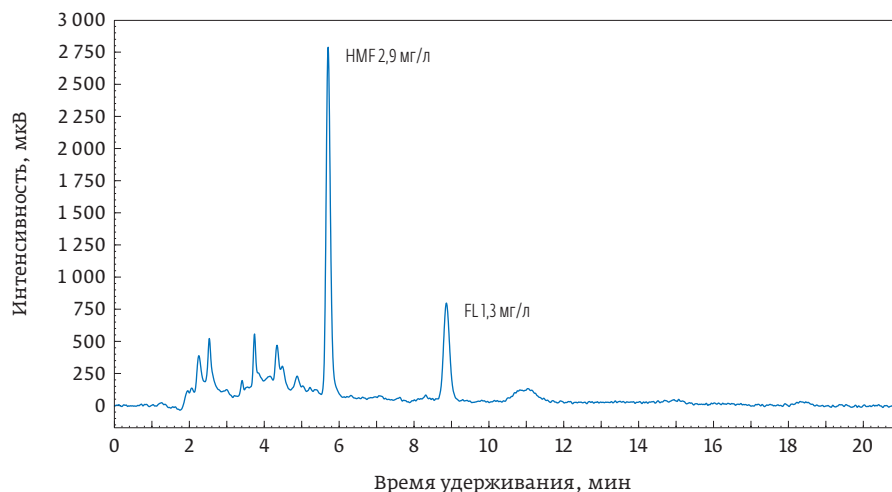


Рис. 11. Хроматограмма образца № 45: коньячный дистиллят, выдержка 60 мес. (Казахстан)

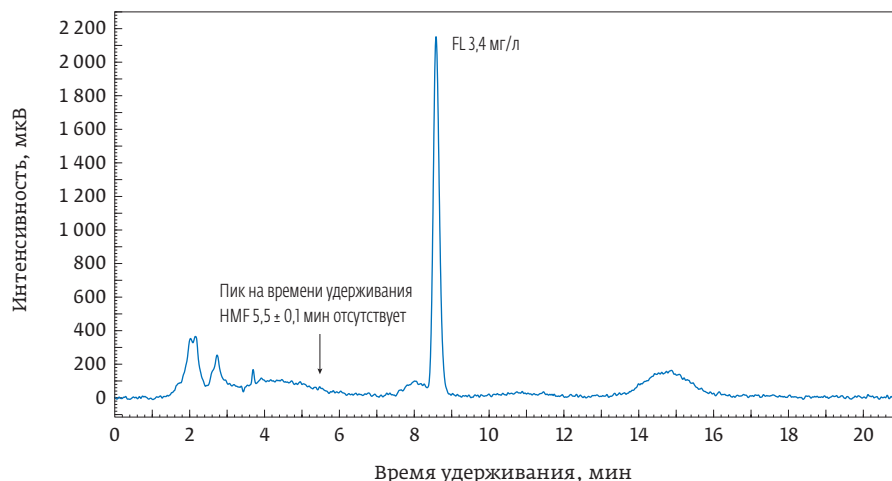


Рис. 12. Хроматограмма образца № 64: винный дистиллят, выдержка 0 мес. (Армения)

11. Canas S., Belchior A.P. Evaluation of wine brandies authenticity. Contribution of the furanic aldehydes and the phenolic aldehydes. In: *Actas do 7º Simpósio de Vitivinicultura do Alentejo.* 2007;(2):93-99.
12. Canas S., Belchior A.P. Effects of caramel addition on the characteristics of wine brandies. *Ciência e Técnica Vitivinícola.* 2013;(2):51-58.
13. International Organisation of Vine and Wine. OIV-MA-BS-16: R2009. *Principal compounds extracted from wood during ageing.* Paris: OIV; 2019.
14. Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии. Национальный стандарт Российской Федерации ГОСТ Р 59570-2021. *Продукция винодельческая. Идентификация компонентов в части определения природы этанола и других соединений физико-химического состава.* Москва: Стандартинформ; 2021. Federal Agency for Technical Regulation and Metrology. National standard of the Russian Federation GOST R 59570-2021. *Wine products. Identification of components in terms of determining the nature of ethanol and other compounds of physical and chemical composition.* Moscow: Standardinform Publ. 2021.

Статья поступила в редакцию 10.10.2021
Принята к публикации 30.10.2021

Новый подход к повышению точности элементного анализа методом оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

М. И. Мельник¹

УДК 543.4

Представлены сведения о передовых технологиях и интеллектуальных программных продуктах, реализованных в новых моделях оптико-эмиссионных спектрометров с индуктивно связанной плазмой Agilent 5800 и 5900 ИСП-ОЭС, которые обеспечивают абсолютно новый подход к повышению точности анализа образцов различной природы и состава.

В процессе анализа реальных образцов на Agilent 5800 и 5900 ИСП-ОЭС с помощью интеллектуального программного пакета IntelliQuant проводится быстрый сбор полуколичественных данных для элементов по всему спектральному диапазону и предоставляется исчерпывающая информация о составе пробы. После завершения исследования полного спектра инструмент IntelliQuant проверяет данные и автоматически определяет оптимальную длину волны для количественного анализа каждого элемента. Описаны методики выбора эмиссионных линий с учетом состава матрицы и спектральных интерференций. Отмечены способы визуализации элементного состава с помощью «тепловых карт» Периодической таблицы Менделеева и интеллектуальной диаграммы. Приведены примеры применения нового программного продукта для анализа образцов почвы с добавками алюминия.

Ключевые слова: благородные металлы, твердые полезные ископаемые, достоверность данных, ИСП-ОЭС, интеллектуальный программный пакет IntelliQuant

Повышение надежности оценки количественного определения элементов в различных объектах – одна из важных задач аналитического контроля в горнодобывающей, пищевой, сельскохозяйственной, энергетической, химической и фармацевтической промышленности, а также при мониторинге окружающей среды.

В спектроскопии элементного анализа наибольшее распространение получили оптический (атомно)-эмиссионный (ОЭС), атомно-абсорбционный и масс-спектральный методы. Широкое применение оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно

связанной плазмой (ИСП-ОЭС) обусловлено многоэлементностью, возможностью одновременного определения микропримесей и макрокомпонентов пробы, низкими пределами обнаружения, экспрессностью.

Метод основан на измерении излучения, испускаемого элементами пробы, которую помещают в индуктивно связанную плазму (ИСП) – плазменный разряд, возбуждаемый в токе аргона и поддерживаемый действием высокочастотного электромагнитного поля на ионизированный аргон. Температура плазмы может достигать 10 000 К, обеспечивая полную атомизацию элементов, и сводит к минимуму влияние химических эффектов интерференции. Существует два способа контроля излучения ИСП.

¹ ООО «Энерголаб», Москва, m.melnik@energolab.com.

В классической конфигурации ИСП-ОЭС контроль излучения ведется перпендикулярно току газов плазмы (радиальный обзор). Во втором способе контроль излучения осуществляют вдоль центра горелки (аксиальный обзор), в результате достигается более низкий фон рассеянного излучения и увеличивается время пролета частиц. За счет этого аксиальный обзор обеспечивает в несколько раз более низкие пределы обнаружения (до 10 раз) по сравнению с радиальным обзором. Agilent 5800 и 5900 ИСП-ОЭС – универсальные системы, в которых можно менять способ обзора в ходе анализа одного образца. Двойной обзор плазмы обеспечивает лучшие пределы обнаружения и расширяет границы рабочего диапазона определяемых концентраций.

Достоверность полученных методом ИСП-ОЭС аналитических результатов зависит от многих факторов, среди которых – химическая подготовка образцов, так как для анализа требуется предварительный перевод пробы в раствор. Задача может осложниться при анализе проб с неизвестным составом, поскольку изначально нет сведений о матрице. Ограничено применение метода из-за спектральных влияний, которые возрастают при анализе проб со сложной матрицей. И нельзя забывать еще один источник ошибок и погрешностей – человеческий фактор. Все эти проблемы зачастую приводят к необходимости выполнять повторный анализ образцов.

Онлайн опрос более 200 лабораторий, проведенный в 2019 году, показал, что лаборатории выполняют повторный анализ в среднем до 15% всех проанализированных на ИСП-ОЭС проб. Можно перечислить множество причин, вызывающих сомнения относительно точности результатов: несоответствие требованиям контроля качества, проблемы с оборудованием, неполное разложение пробы, путаница с пробами и др.

Для решения большинства из этих проблем компания Agilent разработала и выпустила программный пакет IntelliQuant – мощный, специализированный, интеллектуальный инструмент, который является частью программного обеспечения новых моделей ИСП-ОЭС Agilent 5800 и 5900 (рис. 1). Его задача – помочь пользователю определить элементный состав пробы и решить проблемы, перечисленные выше.

Программный пакет IntelliQuant может использоваться для совершенствования традиционных методик количественного определения элементов или для получения полуколичественных результатов за минимальное время и с минимальными настройками.

Во время анализа IntelliQuant проводит быстрый сбор полуколичественных данных для элементов по всему спектральному диапазону для каждого образца и предоставляет исчерпывающую информацию, которую невозможно получить на других ИСП-ОЭС. А при выполнении количественного определения элементов сканирование IntelliQuant обеспечивает быстрый результат. На рис. 2 представлена запись полного спектра пробы с указанием относительного содержания в ней каждого элемента. Эта информация используется для разработки методов, исключающих воздействие помех, определения коэффициентов разбавления и диапазона калибровки для каждого элемента, а также выбора обзора плазмы.

После завершения исследования полного спектра каждой пробы инструмент IntelliQuant проверяет данные и автоматически выбирает длину волны, которая обеспечит лучший результат для каждого элемента. Алгоритм IntelliQuant определяет интенсивность пика аналита, стабильность локального фона пика и вероятность спектральных помех от других элементов, содержащихся в пробе. Инструмент IntelliQuant обеспечивает высококачественные достоверные результаты и при этом не требует



Рис. 1. ИСП-ОЭС Agilent, модели 5800 и 5900

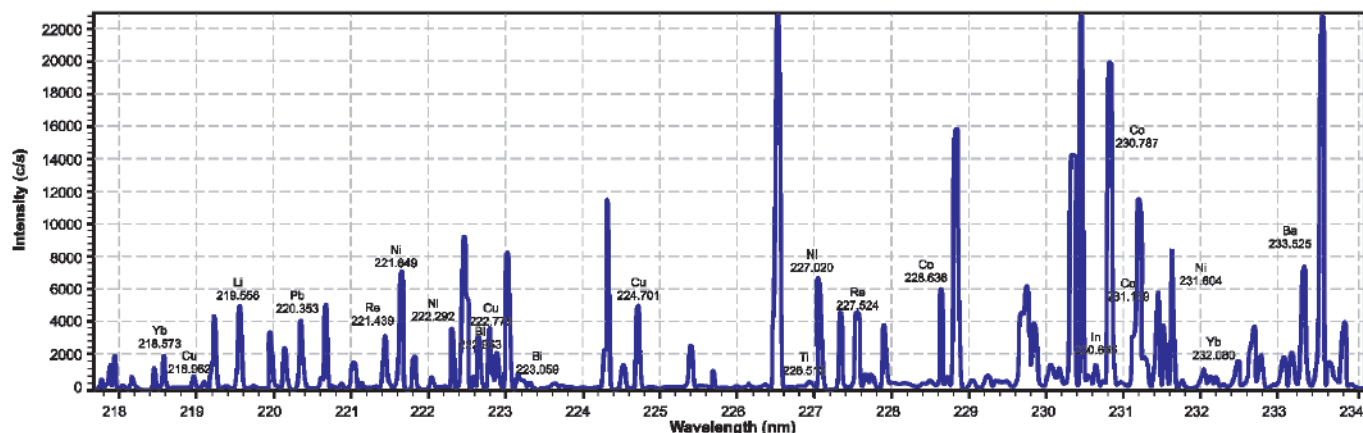


Рис. 2. Данные сканирования всего спектра, собранные IntelliQuant, с полным набором аналитических данных о пробе

от пользователя каких-либо спектроскопических знаний. Даже неопытный оператор может быть уверен в том, что данные получены на основе измерений без влияния помех и находятся в допустимом диапазоне интенсивности, который можно измерить в режиме «Снимок».

Получив данные о пробе, IntelliQuant с помощью функции так называемой звездочной рейтинговой оценки формирует список эмиссионных линий, наиболее оптимальных для проведения количественного определения каждого элемента, присутствующего в пробе. Такая оценка каждой эмиссионной линии позволяет исключить любые возможные интерференции (рис. 3). IntelliQuant автоматически определяет в пробе элементы, которые могут интерферировать, что существенно облегчает выбор для целевых аналитов эмиссионных линий свободных от наложений, что в дальнейшем используется для создания отчетов и настройки метода количественного определения элементов. Эмиссионные

линии, подверженные возможному влиянию, отмечаются меньшим количеством звезд. Потенциальные интерференции можно увидеть в программном обеспечении при наведении курсора на красный знак вопроса. Кроме того, эта система помогает пользователям исключать из отчетов результаты, искаженные помехами.

В качестве примера можно привести определение мышьяка в почвах по методике US EPA 6010, которая рекомендует использовать для количественного определения As эмиссионную линию 193,695 нм.

В отсутствие алюминия в образцах определению мышьяка по линии 193,695 нм ничего не мешает, фон низкий, что позволяет определять As с высокой чувствительностью и точностью (рис. 4).

Присутствие алюминия в образце мешает определению мышьяка, значительно повышает фон и при количественном определении As по линии

Cd			
214.439	★★★★★		
226.502	★★★★		
228.802	★★★	?	
361.051	★★		
326.105	★★		
508.582	★		

Analyte: Cd(228.802)
 Confidence: moderate
 Interference: As(228.812)
 Confidence: strong

Рис. 3. Звездочная рейтинговая система выбора наиболее оптимальных эмиссионных линий аналита системой IntelliQuant

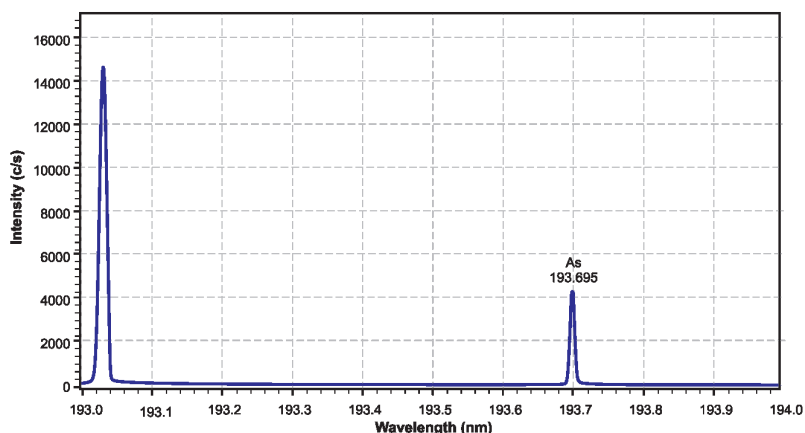


Рис. 4. Количественное определение мышьяка в образце почвы по эмиссионной линии 193,695 нм в отсутствии алюминия

193,695 нм приводит к заниженным результатам (рис. 5, табл. 1).

По результатам предварительного анализа проб IntelliQuant выдал рекомендации по выбору оптимальной эмиссионной линии для количественного определения мышьяка в образцах почв в присутствии алюминия (рис. 6, табл. 2).

Описанный подход применим к любым пробам, анализам и матрицам – IntelliQuant полностью в автоматическом режиме определит в пробе элементы, которые могут вызывать интерференции для целевых аналитов, и предложит выбор эмиссионных линий, свободных от наложений. Соответственно, обеспечит точное количественное определение элементов в пробах с самыми сложными матрицами.

Метод ИСП-ОЭС часто применяют для предварительного полуколичественного анализа, который нужен для сравнения относительных значений концентраций элементов между партиями проб, оценки изменений содержания целевых компонентов в растворах, происходящих с течением времени, а также определения границ градуировки по каждому из аналитов для более точного их количественного определения в дальнейших исследованиях.

Пакет IntelliQuant Screening позволяет проводить быстрый полуколичественный анализ проб любой сложности и за 10–15 с идентифицировать, рассчитать и выдать данные о примерном содержании для более, чем 70 элементов в неизвестных и неописанных пробах, что делает эту систему идеальным инструментом для скрининга образцов.

В ходе быстрого полуколичественного анализа результаты отображаются в виде периодической таблицы – «термокарты» и выделяются различными цветами. Такая наглядная картина дает представление об элементном составе образца и диапазоне концентраций каждого аналита (рис. 7).

В настройках по умолчанию элементы с низкой концентрацией отображаются желтым цветом, в средней – оранжевым, в высокой – красным. Эти настройки могут быть изменены пользователем по своему усмотрению.

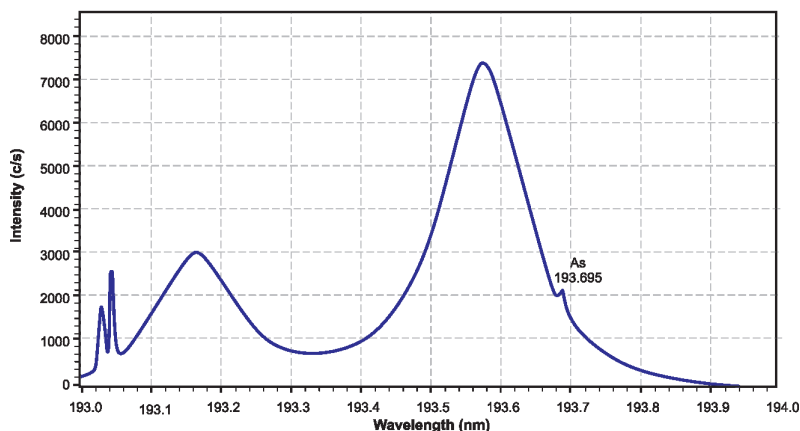


Рис. 5. Определение мышьяка в образце почвы по эмиссионной линии 193,696 нм на фоне 5000 ppm алюминия

Таблица 1. Определение мышьяка в образцах почвы в присутствии алюминия

Количество Al в образцах почвы, ppm	Al 266,039 нм, %	As 188,980 нм, ppm	As 193,696 нм, ppm	As 197,198 нм, ppm
0	2,4	114,25	114,83	118,44
500	7,37	113,48	112,27	121,05
1000	12,51	115,25	111,98	124,24
2500	26,82	114,83	103,18	131,14*
5000	49,16	111,13	89,72*	140,00*

* Значение вышло за границы доверительного интервала

Element	Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
As			188.980	☆☆	1.07	3453.6	27500.3
			193.696	☆☆	0.56	1334.1	176791.4
			197.198	☆	1.32	2952.9	61540.7
			228.812	☆☆☆	1.00	1336.4	4824.7
		✓		234.984	☆☆☆	1.07	28.01.8

Рис. 6. Рекомендации IntelliQuant по выбору оптимальной эмиссионной линии для количественного определения мышьяка в образцах почв в присутствии алюминия

Таблица 2. Звездочный рейтинг эмиссионных линий мышьяка при анализе почвы в присутствии алюминия

Количество Al в образцах почвы, ppm	As 188,980 нм	As 193,696 нм	As 197,198 нм	Комментарии
0	★★★★★	★★★★	★	As 197: возможны интерференции от V 197,199 нм
500	★★★★★	★★★	★★★	
1000	★★★★	★★	★★★	
2500	★★★★	★	★	As 197: выброс по концентрации
5000	★★★	★	★	As 197: выброс по концентрации

Функция IntelliQuant Smart Views позволяет использовать дополнительные графики для анализа тенденций. Новые возможности визуализации включают гистограмму и круговую диаграмму. Оператор может быстро переключаться между представлением результатов в виде кривой изменения концентрации и представлением в виде процентов от общего проанализированного содержимого проб. На рис. 8 показаны результаты полуколичественного определения некоторых элементов в стандартном эталонном материале промышленного осадка NIST 2782 в виде процентного содержания в образце. С помощью визуализации результатов пользователи могут быстро определять аномальные значения и их причины.

При анализе малоизученных проб с помощью вновь созданного метода количественного

определения элементов можно параллельно продолжать их анализ с использованием IntelliQuant. Данные IntelliQuant позволят лучше исследовать возникающие помехи, которые могли отсутствовать в пробах на момент разработки метода. Эти аналитические данные помогут усовершенствовать метод за счет выбора дополнительных длин волн или устранить обнаруженные спектральные помехи с помощью скоростной автоматической аппроксимации кривых (FACT) или поправки на межэлементное влияние (IEC).

Слишком высокие результаты могут быть связаны со спектральными помехами от другого элемента. Низкие, а тем более слишком низкие значения концентраций вызваны ошибками при пробоподготовке или неправильным подбором кислот для вскрытия проб. IntelliQuant позволяет выявлять подобные проблемы.

Например, результат количественного определения бария оказался ниже ожидаемого. Не исключено, что высокий уровень сульфатов в пробе мог вызвать осаждение бария еще до начала измерения. Сера может не определяться в рамках количественного метода, однако ее можно обнаружить и определить полуколичественным методом с помощью IntelliQuant.

Другой пример – ненадлежащая пробоподготовка. Если во время растворения образца добавлено неправильное количество или совсем не добавили соляную кислоту, это может привести к неправильному

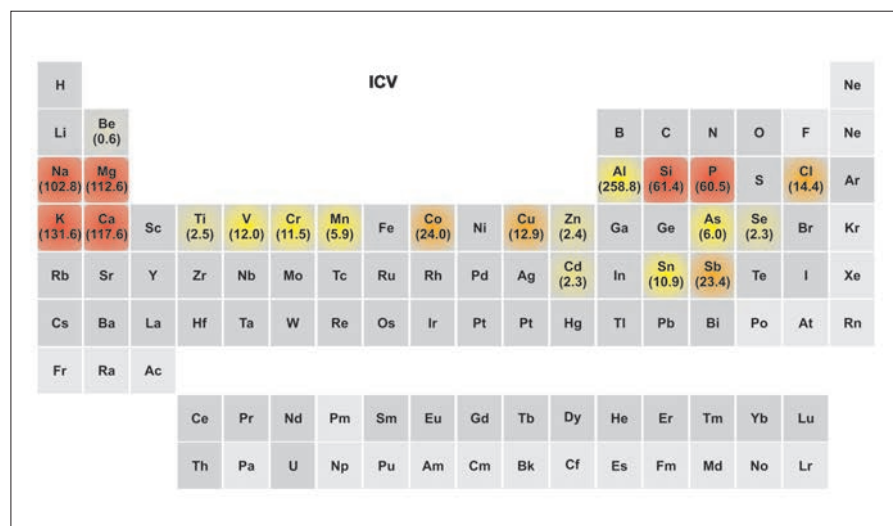


Рис. 7. Пример визуализации результатов скрининга образцов в системе IntelliQuant

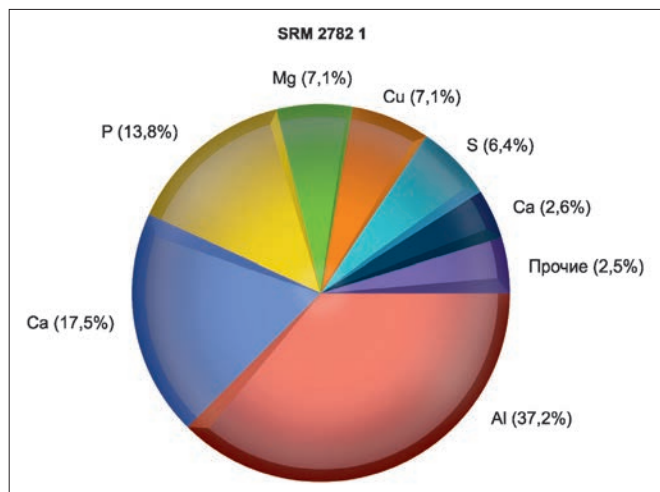


Рис. 8. Результаты полуколичественного анализа стандартного эталонного материала промышленного осадка NIST 2782

разложению образца и в дальнейшем негативно отразиться на результатах анализа. Такую ошибку очень трудно обнаружить. IntelliQuant позволяет выбрать представление результатов с пометкой,

указывающей на низкое содержание или отсутствие хлора в пробах и, соответственно, проконтролировать эффективность разложения образца еще до создания отчета по анализу. Такой же подход может быть использован для большинства кислот, применяемых при разложении образцов.

IntelliQuant – это действительно мощный, интеллектуальный инструмент, который позволяет значительно повысить точность и достоверность результатов при анализе образцов различной природы и состава в горнодобывающей, пищевой, сельскохозяйственной, энергетической, химической и фармацевтической промышленности, а также для мониторинга окружающей среды.

И хотя IntelliQuant является частью программного обеспечения Agilent 5800/5900 ИСП-ОЭС, его возможности не ограничиваются применением только к пробам для ИСП-ОЭС. IntelliQuant позволяет проводить интеллектуальную обработку данных при анализе методом ИСП-МС, этот пакет уже включен в программное обеспечение для ИСП-МС Agilent.

Статья поступила в редакцию 20.10.2021

Принята к публикации 13.11.2021



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



Юрген Бёккер
СПЕКТРОСКОПИЯ

Москва: ТЕХНОСФЕРА, 2021. – 528 с., ISBN 978-5-94836-220-5

Цена 760 руб.

Спектроскопия как средство описания атомов, ионов и молекул с помощью типовых длин волн, измеряемых при возбуждении, принадлежит сегодня к важнейшим и самым распространенным методам инструментальной аналитики. Специальные измерительные устройства, в том числе абсорбционные и эмиссионные спектрометры, обеспечивают точное определение количественного и качественного состава газообразных, жидких и твердых веществ.

В книге дается обзор разных методов атомной и молекулярной спектрометрии и рассматриваются многие аналитические проблемы, решаемые в лабораториях промышленных предприятий, в естественнонаучных и технических учреждениях, а также проблемы изучения и защиты объектов окружающей среды. В книге представлена широкая гамма существующих методов исследования, а также перечень приборов с руководством по их применению.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

125319, Москва, а/я 91; тел.: +7 495 234-0110; факс: +7 495 956-3346; e-mail: knigi@technosphera.ru; sales@technosphera.ru

Извлечение, очистка и концентрирование палладия из новых сырьевых источников на основе отработавшего ядерного топлива

А. М. Сафиулина, к. х. н.^{1,2}, А. А. Семенов, к. х. н.¹, А. В. Лизунов, к. т. н.¹,
Н. Е. Борисова, к. х. н.³, Т. В. Макарова¹, Г. А. Шарадзе¹

УДК 542.61

Показана актуальность расширения сырьевой базы платиновых металлов за счет переработки отработавшего ядерного топлива (ОЯТ). Проведен обзор перспективных методов извлечения, очистки и концентрирования платиноидов. Обоснованы необходимость поиска новых экстракционных реагентов и усовершенствование ранее предложенных технологических схем получения остро-дефицитного палладия и других благородных металлов из ОЯТ.

Ключевые слова: благородные металлы, платиновые металлы, платиноиды, палладий, родий, рутений, платина, осмий, иридий, сырьевые источники, отработанное ядерное топливо, ОЯТ, экстракция, экстрагенты

Благородные металлы (БМ), к которым, помимо золота и серебра, относят шесть металлов платиновой группы, с каждым годом находят все более широкие сферы применения и поэтому требуется увеличение объемов их добычи. Производство благородных металлов является одной из важнейших отраслей металлургии. Возрастающий спрос на платиновые металлы вступает в острое противоречие с их дефицитностью и вынуждает искать новые сырьевые источники.

Уровень цен на золото, платину и палладий значительно влияет на объемы собственных продаж и состояние смежных товарных и фондовых рынков [1, 2]. Долгосрочная динамика цен на благородные металлы зависит в основном от внешних факторов: темпов мировой инфляции, политических решений (эмбарго, политическая изоляция

стран – производителей драгоценных металлов), финансовых и энергетических кризисов, появления новых областей использования металлов. Рынки предложения благородных металлов не в состоянии быстро реагировать на изменение спроса. Введение новых мощностей по добыче затягивается на годы, а консервация замыкающих производств зачастую откладывается на долгое время из-за кредитных обязательств по обслуживанию дорогостоящего горного производства. Вследствие этого рынки драгоценных металлов являются неэластичными, а бизнес-циклы всплесков и падений цен на них очень продолжительны. При этом на рынках драгоценных металлов ежегодно происходит реализация товарных продуктов на сумму от 48 до 65 млрд долл. США и уровень цен из года в год растет [3–5].

Родий, рутений, иридий и осмий относятся к так называемым внебиржевым редким металлам. Они являются попутными компонентами при добыче платины и палладия, поэтому объемы их производства зависят от динамики рынка основных металлов. В результате внешних факторов, в частности изменения структуры потребления и появления новых областей применения, цены на эти металлы

¹ АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А. А. Бочвара», 123060, г. Москва, ул. Рогова, 5а.

² amsafiulina@bochvar.ru.

³ Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, 119991, Москва, Ленинские горы, 1.

значительно меняются. Так, рост цен на родий, самый дорогой из платиноидов, связан с повышением спроса на него в производстве автомобильных каталитических конверторов. Востребованность рутения обусловлена тем, что он заменяет более дорогой родий в автокатализаторах, а также используется при производстве жестких компьютерных дисков. Иридий, мировое потребление которого составляет 2–2,5 т в год, в основном применяется в качестве катализатора при производстве уксусной кислоты и по своей стоимости стоит на втором месте после родия. В связи с очень малым спросом и объемом продаж осмия на мировом рынке (не более 0,5 т в год) цена на него почти на порядок ниже цены иридия, а его собственный рынок практически отсутствует [2].

Мировой спрос на платину и палладий постоянно растет и за последние годы их производство почти удвоилось [6, 7]. Сегодня из-за острой дефицитности палладия его стоимость превышает золото. Интерес к палладию связан с увеличением технической потребности в нем, сейчас это один из финансовых активов, быстрее всего растущих в цене. Ограниченные природные запасы, низкое содержание в рудах платиноидов принуждают к поиску новых путей их получения, таких как переработка различных видов наиболее богатого вторичного сырья.

Важным источником драгоценных металлов платиновой группы, который имеет большое коммерческое значение, является отработанное ядерное топливо (ОЯТ) [8, 9]. Если в топливе реакторов типа ВВЭР (водо-водяной энергетический реактор) нарабатывается до килограмма палладия на одну тонну ОЯТ, то его содержание в ОЯТ реакторов на быстрых нейтронах может достигать 5 кг на тонну [10, 11]. Извлечение палладия из ОЯТ на сегодня является наиболее перспективным вариантом освоения этого типа сырья платиновых металлов. К сожалению, в состав палладия, выделяемого из ОЯТ, входит от 14 до 16% бета-радиоактивного 107-го изотопа с периодом полураспада $6,5 \cdot 10^6$ лет [12]. После удаления изотопа ^{107}Pd из ОЯТ, весь остальной палладий может быть использован так же, как и добываемый из природных сырьевых источников. Из-за отсутствия летучих соединений у палладия единственным технически реализуемым способом разделения его изотопов на сегодня является электромагнитная сепарация [12]. При этом слаборадиоактивный ^{107}Pd может применяться как основа катализатора в радиохимических производствах атомной отрасли.

Для первичного выделения палладия могут быть использованы методы электрохимического

восстановления на катоде, причем в непрерывном режиме на компактной аппаратуре. При использовании катода с высокоразвитой поверхностью из углеродных нетканых материалов возможно большое накопление палладия – до 8–10 г металла на 1 г катода, при этом сохраняется высокая полнота извлечения палладия из раствора (до 99,9%). При однократном электрохимическом выделении палладия можно достичь коэффициентов очистки до 105 от большинства продуктов деления [4, 5], которые не восстанавливаются на катоде.

В отличие от природных руд, ОЯТ является возобновляемым ресурсом, при переработке которого образуются дополнительные объемы технически важных металлов. Действительно, при использовании рациональной технологии переработки ОЯТ удалось бы выделить ценные элементы, однако таких технологий ни в России, ни за рубежом сегодня не существует. Поэтому решение проблемы переработки ОЯТ и обращения с техногенными радиоактивными отходами с целью выделения из них драгоценных и других редких металлов является актуальной и перспективной научной и инженерной задачей.

Наиболее распространенный технологический прием в схеме переработки ОЯТ – экстракция, которая позволяет выделить из технологических растворов и сконцентрировать в определенной форме ионы благородных металлов [8]. Экстрагенты для этой цели должны отличаться высокой селективностью, а также стойкостью к гидролизу и радиолиту в жестких технологических условиях для возможности их рециклинга и многократного использования.

Палладий в растворах различных кислот образует анионные комплексы, наиболее сильные – с лигандами, имеющими «донорные» атомы N и S [13]. Подобное поведение свойственно всему ряду благородных металлов. Исходя из этого предположения, был разработан ряд экстрагентов. Ранее для выделения БМ из соляно- и азотнокислых растворов успешно использовали серосодержащие органические экстрагенты (сульфоксиды) [14–18], азотсодержащие экстрагенты (алкиламины [20, 25], оксимы [18, 19]), также азот- и серосодержащие органические лиганды (тиобензанилиды и производные 2-тиопиколинамида [21], производные тиомочевины [22]).

На основе растворов сульфидов нефти в триэтилбензоле авторы [16, 17] разработали способ селективного извлечения и концентрирования золота и палладия из сложных хлоридных и нитратно-нитритных водных растворов. Предложенный метод заключается в двух экстракционных циклах,

направленных на селективное концентрирование палладия из нитратно-нитритного раствора и его глубокую очистку в хлоридной системе.

Экстракция палладия алкиламинами и четвертичными аммониевыми основаниями (ЧАО) эффективна при низком содержании азотной кислоты в водных растворах, также в обоих случаях с ростом концентрации HNO_3 экстракционная способность алкиламинов и ЧАО по отношению к палладию уменьшается. Поскольку в промышленных масштабах используют ароматические разбавители, такие как толуол или бензол, то применение этих лигандов для выделения благородных металлов из растворов переработки ОЯТ затруднительно из-за влияния радиолиза на разбавитель [20, 25].

Опубликовано несколько работ по извлечению палладия из азотнокислых растворов с применением оксимов [18, 19]. Эти лиганды известны своим хелатирующим взаимодействием с ионом металла при экстракции. Коэффициент распределения палладия равен двум при экстракции раствором оксима альфа-бензоина в ароматических разбавителях из 2 моль/л азотнокислого раствора. Низкая селективность по отношению к палладию, а также использование ароматических разбавителей серьезно затрудняют применение этих соединений для экстракции БМ из растворов ПУРЭКС-процесса (технология извлечения ценных компонентов из отработавшего ядерного топлива).

В литературе имеются работы по извлечению палладия из рафинатов ПУРЭКС-процесса [23-25]. Для извлечения БМ использовали фосфорилсодержащие лиганды, как монодентатные (трибутилфосфат [26-28], триоктилфосфиноксид [29]), так и бидентатные (карбомоилметилфосфиноксид [30]).

Для извлечения палладия используют 100% трибутилфосфат (ТБФ), однако эффективная экстракция в этом случае возможна только в области от 0,1 до 1,0 моль/л HNO_3 с коэффициентами распределения 0,6-1,0. С ростом концентрации азотной кислоты в водной фазе экстракционная эффективность резко снижается, так что при 4 моль/л азотной кислоты палладий не извлекается. При высоких концентрациях ТБФ наряду с палладием наблюдается совместная экстракция других ионов металлов. Кроме того, гидродинамические характеристики 100% ТБФ накладывают ограничения на использование обычных установок для жидкостной экстракции [26-28].

Экстракционная способность триалкилфосфиноксида (ФОР) по отношению к различным металлам значительно выше по сравнению с ТБФ [36]. Поэтому следовало бы ожидать более эффективного

извлечения палладия из рафинатов ПУРЭКС-процесса. Отметим, что эффективность ФОР в бензоле при извлечении нитрата Pd(II) из растворов от 0,2 до 4,0 моль/л HNO_3 значительно выше по сравнению с ТБФ. Однако экстракция палладия сильно подавляется с ростом концентрации азотной кислоты и, следовательно, экстрагенты группы ФОР могут применяться только в области низких концентраций HNO_3 [29].

Экстракционная способность карбомоилметилфосфиноксида (КМФО) в полярном растворителе N-нитробензотрифтормид (F3) по отношению к палладию в азотнокислых растворах зависит от кислотности. В условиях низкой концентрации HNO_3 коэффициенты распределения палладия около двух, а с дальнейшим ростом кислотности в водном растворе эффективность экстракции палладия снижается. Кроме того, необходимо отметить отсутствие селективности при экстракционном выделении палладия из растворов, имитирующих рафинаты ПУРЭКС-процесса [30].

Наряду с нейтральными фосфорилсодержащими моно- и бидентатными экстрагентами для извлечения металлов платиновой группы из азотнокислых растворов имитаторов ОЯТ использовали производные диамидов (малонамиды [31], дигликольамиды [32], диоксодиамиды [33]). Согласно результатам, приведенным в работах [25-27], можно сделать вывод, что диамиды различного строения обладают невысокой экстракционной способностью по отношению к группе платиновых элементов в азотнокислых средах. В случае применения соединений этого класса требуются дополнительные стадии очистки палладия от примесей раствора переработки ОЯТ.

Наряду с описанными выше лигандами в изучении экстракции металлов платиновой группы активно использовали циклические и ациклические эфиры [35]. В качестве яркого представителя полиэфирных ациклических лигандов выступают поданды. Поданды – это цепочечные реагенты с некоторым количеством донорных атомов, расположенных вдоль цепи с интервалами. Для экстракции благородных металлов использовали сульфидный поданд, содержащий шесть донорных атомов серы [36, 37]. Эффективность извлечения палладия растворами поданда в 1,2-дихлорэтаноле или метилэтилкетоне [36, 37] практически не зависит от концентрации HCl в интервале 0,1-4 моль/л, от концентрации HClO_4 в диапазоне 0,1-1 моль/л и в 0,25-3,5 моль/л HNO_3 . При этом степень извлечения ионов Pd(II) из азотнокислых сред значительно ниже, чем из растворов HCl и HClO_4 .

К числу наиболее распространенных подандов относятся фосфорилсодержащие [38–39]. Эффективность экстракции платиновых металлов и золота фосфорилсодержащими подандами определяется возможностью возникновения псевдомacroцикла с ионом гидроксония, а также его достаточной гидрофобностью как условием перехода в органическую фазу образующегося по гидратно-сольватному механизму ионного ассоциата. На степень извлечения палладия, платины и золота существенное влияние оказывает строение экстрагента. Так, извлечение палладия из 3,5 моль/л HCl и платины из 4 моль/л HCl подандами, имеющими в своем составе пять донорных центров (пентаденатные фосфорилсодержащие поданды), максимально. Поданды являются эффективными реагентами для экстракции ионов платиновых металлов, однако они не проявляют высокой избирательности по отношению к определенным платиноидам, поэтому проблему селективного извлечения и разделения близких по свойствам платиновых металлов данные реагенты решить не могут.

Краун-эфиры относятся к числу наиболее доступных макроциклических лигандов. Исследования по экстракции Pd(II), Pt(IV) Ir(IV) показали [41], что коэффициенты распределения платиновых металлов в основном малы. Дибензо-18-краун-6 (Д18К6) использовали для извлечения следовых количеств Pd(II) из растворов $H_2[PtCl_6]$ и $RhCl_3$ (из солянокислых и тиоцианатных сред) [41]. При контакте палладий-содержащих галогенидных растворов с раствором Д18К6 в хлороформе образуется мелкодисперсная третья фаза, которая при добавлении в экстракционную систему ацетонитрила, ацетофенона или других полярных растворителей легко растворяется в органической фазе.

Каликсарены – одни из ярких представителей циклических полиэфирных соединений. В качестве эффективных экстрагентов палладия из азотнокислых сред были использованы каликсарены с донорной фосфорильной группой, прикрепленной к жесткой платформе. Коэффициент распределения при экстракции Pd(II) 0,01 моль/л раствором одного из каликсаренов в *n*-нитробензотрифториде составил 3 при 0,1 моль/л HNO_3 и 0,17 при 3 моль/л HNO_3 [42, 43]. Показано, что эффективность извлечения Pd(II) каликс[4]аренами в полярном разбавителе (*N*-нитробензотрифторид) из 0,3 моль/л раствора HNO_3 снижается в зависимости от типа заместителя у атома фосфора в ряду: бутил-пропил > этил > метил. Однако такое поведение не характерно для соответствующих моноденатных соединений. Для выяснения причины этого эффекта

изучали влияние структуры каликсарена на его распределение между органической и водной фазами. Процент уноса органического реагента зависит от строения заместителя при атоме фосфора, природы разбавителя и концентрации азотной кислоты в водной фазе и варьируется от 80 до 5%. Вследствие высокого процента уноса каликс[4]аренов в водную фазу при экстракции, сложности их синтеза и неселективного комплексобразования с палладием применение их для рафинирования благородных металлов из растворов переработки ОЯТ представляется нецелесообразным.

Судя по совокупности доступных литературных данных, наибольшую перспективу в качестве экстрагентов для выделения палладия из растворов переработки ОЯТ представляют собой тиодигликольамиды [44, 45]. Это родственные к диамидам соединения, однако, они помимо азота содержат также атомы серы, сродство которой к палладию очень велико. Используя растворы *N, N, N', N'*-тетра(2-этилгексил)тиодигликольамида в додекане, удалось достичь практически полного извлечения палладия (коэффициент разделения более 10^5) из растворов, имитирующих рафинаты ПУРЭКС-процесса.

Выводы

Как видим, в условиях острого дефицита палладия на мировом рынке, отработавшее ядерное топливо представляется перспективным сырьевым источником по отношению к этому платиноиду, поэтому следует ожидать вовлечения ОЯТ в схему производства палладия и других благородных металлов для нужд народного хозяйства. При этом жидкостная экстракция по совокупности своих характеристик наиболее перспективна для переработки ОЯТ с целью извлечения палладия. Наиболее перспективными соединениями для этого представляются тиодигликольамиды. Поэтому необходимо интенсифицировать исследования, направленные на получение новых соединений из этого класса, и на изучение их экстракционных свойств по отношению к палладию. Тем не менее, следует продолжить изучение соединений других классов, которые потенциально могут стать новыми высокоселективными, химически- и радиационно-стойкими экстракционными реагентами, а также совершенствовать ранее предложенные технологические схемы для более эффективного извлечения, очистки и концентрирования одного из наиболее важных металлов платиновой группы.

Литература

1. **Боярко Г. Ю.** *Благородные металлы. Применение, цены, спрос и предложение, запасы в недрах и прогноз развития рынка.* М.: Геонформ-марк; 2001. 80 с.
2. **Боярко Г. Ю.** Динамика цен на драгоценные металлы. *Известия Томского политехнического университета.* 2005;308(2):160–166.
3. Информационное агентство «metaltorg.ru». Текущие цены (spot) на мировых рынках. <https://www.metaltorg.ru/sources/precious> [Дата обращения 11.10.2021].
4. Ведомости. Золото и палладий резко подорожали в июне <https://www.vedomosti.ru/business/articles/2019/07/08/806017-zoloto-i-palladii> [Дата обращения 11.10.2021].
5. mdf.ru. ЦБ-РФ курсы драгметаллов. <http://mfid.ru/centrobank/preciousmetals/?left=3&right=-1&from=06.05.2019&till> [Дата обращения 11.10.2021].
6. **Меретуков М. А., Орлов А. М.** *Металлургия благородных металлов (зарубежный опыт).* М.: Metallurgia, 1990. 416 с.
7. Красцветмет. Инфо-центр. Состоялось очередное заседание совета директоров ОАО «Красцветмет» под председательством министра экономики края Егора Васильева <https://www.krastsvetmet.ru/info-centre/news/sostoyalos-ocherednoe-zasedanie-soveta-direktorov-oao-krastsvetmet-podpredsedatelstvom-ministra-eko/> [Дата обращения 11.10.2021].
8. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY, Feasibility of Separation and Utilization of Ruthenium, Rhodium and Palladium from High Level Wastes, Technical Reports Series No. 308, IAEA, Vienna (1989).
9. **Беляев А. В.** Химико-технологические проблемы платиновых металлов при переработке отработанного ядерного топлива. *Журнал структурной химии.* 2003;44(1):39–47.
10. **Похитонов Ю. А., Романовский В. Н.** Палладий в отработавшем топливе АЭС. Есть ли перспективы выделения и использования? *Радиохимия.* 2000;47(1):3–14. (Pokhitonov Y. A., Romanovskii V. N. Palladium in Irradiated Fuel. Are There Any Prospects for Recovery and Application? *Radiochemistry.* 2005;47(1):1–13).
11. **Похитонов Ю. А., Романовский В. Н.** Методы выделения палладия из облученного топлива и перспективы его использования для иммобилизации долгоживущих радионуклидов. Труды Радиевого института им. В. Г. Хлопина. Санкт-Петербург, Т. XVII, 2014, с. 5–55.
12. **Галль Н. Р., Галль Л. Н., Бердников А. С., Семенов А. А., Лизунов А. В., Сафиулина А. М.** Перспективы электромагнитного метода разделения изотопов и возможные пути его модернизации. *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы.* 2019;97(1):65–77.
13. **Золотов Ю. А., Варшал Г. М., Иванов В. М.** *Аналитическая химия металлов платиновой группы.* М.: КомКнига, 2005. 592 с.
14. **Никитин Ю. Е., Муринов Ю. И., Розен А. М.** Химия экстракции сульфоксидами. *Успехи химии.* 1976;45(12):2233–2252.
15. **Карманников В. П.** Способ очистки родия и иридия. Патент РФ № 2156819. Оpubл. 27.09.2000.
16. **Торгов В. Г., Татарчук В. В., Ренард Э. В., Дружинина И. А., Корда Т. М., Татарчук А. Н.** Обоснование выбора экстракционной системы на основе сульфидов нефти для извлечения осколочного палладия. *Атом. энергия.* 1994;76(6):478–485.
17. **Торгов В. Г., Татарчук В. В., Дружинина И. А., Корда Т. М., Ренард Э. В.** Поведение благородных металлов при экстракционном извлечении и аффинаже осколочного палладия. *Атом. энергия.* 1996;80(4):267–273.
18. **Петрова А. М., Багрова Е. Г., Касиков А. Г.** Способ извлечения палладия из кислого медьсодержащего раствора. Патент РФ № 2654818. Оpubл. 22.05.2018.
19. **Dakshinamoorthy A., Dhama P. S., Naik P. W., Dudwadkar S. K., Munshi S. K., Dey P. K., Venugopal V.** Separation of palladium from high level liquid waste of PUREX origin by solvent extraction and precipitation methods using oximes. *Desalination.* 2008;232(1–3):26–36.
20. **Mezhov E. A., Kulikov I. A., Teterin E. G.** Study of Extraction of Palladium from Nitric Acid Solutions with Nitrogen-Containing Compounds, as Applied to Recovery of Fission Palladium from Spent Nuclear Fuel of Nuclear Power Plants: 2. Effect of Radiation on Palladium Recovery and Condition of Extraction Systems. *Radiochemistry.* 2002;44(2):141–145.
21. **Шкиль А. Н.** Экстракция благородных металлов тиобензанилидом и N-замещенными 2-тиопиколинамидами и ее аналитическое применение // Диссертация ... канд. хим. наук. 02.00.02. Москва. 1984. 253 с.
22. **Потапов В. В.** Экстракция палладия и платины из солянокислых растворов S, N- и S, O-содержащими органическими соединениями // Диссертация ... канд. хим. наук. 02.00.04. Уфа. 2000. 155 с.
23. **Ruhela R., Sindh A. K., Tomar B. S., Hubli R. C.** Separation of palladium from high level liquid waste – A review. *RSC Adv.* 2014;4(24):24344–243350.
24. Томский технологический университет. Служба новостей. Ученые ТПУ предлагают извлекать палладий, родий и рутений из отработавшего ядерного топлива. <https://news.tpu.ru/news/2017/11/11/27895/> [Дата обращения 11.10.2021].
25. **Mezhov E. A., Kuchmunov V. A., Druzhnikov V. V.** Study of extraction of palladium from nitric acid solutions with nitrogen containing compounds, as applied to recovery to fission palladium from spent nuclear fuel of nuclear power plants. Extraction and back washing conditions. *Radiochemistry.* 2002;44(2):135–140.
26. **Lunichkina K. P., Renard E. V., Shevchenko V. B.** Extraction of palladium by tributyl-phosphate from nitrate and perchlorate solutions. *Zh. Neorg. Khim.* 1974;19(1):205–209.
27. **Zaitsev B. N., In'voka E. N.** Palladium distribution in the Pd(NO₃)₂-NaNO₃-HNO₃-TBP-decane system. *Radiochemistry.* 1981;23(6):817–820.
28. **Shmidt V. S., Shorokhov N. A.** Chemistry of palladium in extraction processes of NPP spent fuel reprocessing. *Atom. Energ.* 1988;64(2):103–110.
29. **Shmidt V. S., Shorokov N. A., Novikova S. S., Teterin E. G., Penteleeva A. N.** Extraction of palladium(II) nitrate from nitric acid solutions by tri-n-butyl- and triisooamylphosphine oxides. *Radiochemistry.* 1983;25(2):202–207.
30. **Zaitsev B. N., Kvasnitskii I. B., Korolev V. A., Babain V. A., Pokhitonov Y. A.** Recovery of Pd from Spent Fuel: 3. Recovery of Pd from Nitric Acid Solutions Using Carbamoyl Phosphine Oxides. *Radiochemistry.* 2005;47(4):374–377.
31. **Courson O., Lebrun M., Malmbeck R., Pagliosa G., Romer K., Satmark B., Glatz J. P.** Partitioning of minor actinides from HLLW using the DIAMEX process. Pt. 1. Demonstration of extraction performances and hydraulic behaviour of the solvent in a continuous process. *Radiochim. Acta.* 2000;88(12):857–863.
32. **Zhu Z.-X., Sasaki Y., Suzuki H., Suzuki S., Kimura T.** Cumulative study on solvent extraction of elements by N, N, N', N'-tetraoctyl-3-oxapentanediamide (TODGA) from nitric acid into n-dodecane. *Anal. Chim. Acta.* 2004;527:163–168.
33. **Sasaki Y., Morita Y., Kitatsuji Y., Kimura T.** Extraction Behavior of Actinides and Metal Ions by the Promising Extractant, N, N, N', N'-Tetraoctyl-3,6-dioxaoctanediamide (DOODA). *Solvent Extr. Ion Exch.* 2010;28: PP. 335–349.
34. **Rozen A. M., Krupnov V. V.** Dependence of the extraction ability of organic compounds on their structure. *Russian Chemical Reviews.* 1996;65(11):973–1000.
35. **Волчкова Е. В., Буслаева Т. М., Мишихина Е. А., Громов С. П.** Экстракция благородных металлов макроциклическими соединениями. Моск. гос. унив-т тонких хим. технологий им. М. В. Ломоносова. М.: Издательство МИТХТ, 2013. 114 с.
36. **Lachowicz E., Czapiuk M.** Liquid-liquid extraction of palladium and gold by the sulphide podand 1,12-di-2-thienyl-2,5,8,11-tetrahydrododecane. *Talanta.* 1990;37(10):1011–1015.
37. **Lachowicz E., Krajewski A.** Liquid-liquid extraction of metal ions by the sulphide podand 1,12-di-2-thienyl-2,5,8,11-tetrahydrododecane. *Analyt. Chim. Acta.* 1986;188:239–245.

38. Туранов А. Н., Баулин В. Е., Солотнов А. Ф., Цветков В. Е. Экстракция галогенидных комплексов палладия(II) фосфорилсодержащими поддандами. *Журн. неорг. химии*. 1995;40(5):866–871.
39. Туранов А. Н., Баулин В. Е., Харитонов А. В., Цветков В. Е. Экстракция платины из солянокислых растворов фосфорилсодержащими поддандами. *Журн. неорг. химии*. 1994;39(8):1394–1399.
40. Туранов А. Н., Карандашев В. К., Баулин В. Е., Цветков В. Е. Экстракция следовых количеств золота из солянокислых растворов фосфорилсодержащими поддандами. *Журн. неорг. химии*. 1995;40(11):1926–1930.
41. Якшин В. В., Вилкова О. М., Тананаев И. Г., Мясоедов Б. Ф. Селективная экстракция платины, иридия и палладия макроциклическими эндорепцепторами из солянокислых растворов. *Росс. хим. журн.* 2010;54(3):56–60.
42. Smirnov I. V., Karavan M. D., Efremova T. I., Babain V. A., Miroshnichenko S. I., Cherenok S. A., Kal'chenko V. I. Extraction of Am, Eu, Tc, and Pd from nitric acid solutions with phosphorylated calixarenes. *Radiochemistry*. 2007;49(2):482–492.
43. Smirnov I. V., Karavan M. D., Babain V. A., Kvasnitskii I., Stoyanov E., Miroshnichenko S. I. Effect of alkyl substituents on extraction properties and solubility of calix[4]arene dialkylphosphine oxides. *Radiochim. Acta*. 2007;95(2):97–102.
44. Ruhela R., Sharma J. N., Tomar B. S., Panja S., Tripathi S. C., Hubli R. C., Suri A. K. N, N', N'-Tetra(2-ethylhexyl)thiodiglycolamide T(2EH)TDGA: A novel ligand for the extraction of palladium from high level liquid waste (HLLW). *Radiochim. Acta*. 2010;98:209–214.
45. Ruhela R., Sharma J. N., Tomar B. S., Adya V. C., Seshagiri T. K., Hubli R. C., Suri A. K. Stability studies of N, N', N'-tetra-(2-ethylhexyl) dithiodiglycolamide (DTDGA). *Radiochim. Acta*. 2013;101:169–174.

References

1. Boyarko G. Yu. Blagorodnye metally. Noble metals. *Application, prices, supply and demand, subsurface reserves and market development forecast*. Moscow.: Geonformmark publ. 2001. 80 p. (in Russ.).
2. Boyarko G. Yu. Dynamics of prices for precious metals. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta – Bulletin of the Tomsk Polytechnic University*. 2005;308(2):160–166. (in Russ.).
3. Information agency “metaltorg.ru”. Current prices (spot) on world markets/URL: <https://www.metaltorg.ru/courses/precious> [Accessed 11.10.2021].
4. Vedomosti. Gold and palladium rose sharply in June. URL: <https://www.vedomosti.ru/business/articles/2019/07/08/806017-zoloto-i-palladii> [Accessed 11.10.2021].
5. mdf.ru. Central Bank-RF courses for precious metals. URL: <http://mf.ru/centrobank/preciousmetals/?left3&right-1&from06.05.2019&till> [Accessed 11.10.2021].
6. Meretukov M. A., Orlov A. M. *Metallurgy of precious metals (foreign experience)*. M.: Metallurgy publ, 1990. 416 p.
7. Krastsvetmet. Info center. A regular meeting of the Board of Directors of OJSC Krastsvetmet was held under the chairmanship of the Minister of Economy of the Territory Yegor Vasiliev. URL: <https://www.krastsvetmet.ru/info-centre/news/sostoyalos-ocherednoe-zasedanie-soveta-direktorov-oao-krastsvetmet-podpredsedatelstvov-ministra-eko/> [Accessed 11.10.2021].
8. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY, Feasibility of Separation and Utilization of Ruthenium, Rhodium and Palladium from High Level Wastes, Technical Reports Series No. 308, IAEA, Vienna (1989).
9. Belyaev A. V. Chemical and technological problems of platinum metals in the reprocessing of spent nuclear fuel. *Zhurnal strukturnoy khimii – Journal of Structural Chemistry*. 2003;44(1):39–47. (in Russ.).



**ПЕТЕРБУРГСКАЯ
ТЕХНИЧЕСКАЯ
ЯРМАРКА**

В РАМКАХ ВЫСТАВКИ ПРОЙДЕТ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ПРОМЫШЛЕННЫЙ КОНГРЕСС



26–28 АПРЕЛЯ
2022

КВЦ «ЭКСПОФОРУМ»
Петербургское шоссе, 64

ВЕДУЩЕЕ ПРОМЫШЛЕННОЕ МЕРОПРИЯТИЕ СЕВЕРО-ЗАПАДА

+7 965 772 7759 | a.ilina@restec.ru | ptfair.ru

10. Pokhiltonov Y. A., Romanovskii V. N. Palladium in Irradiated Fuel. Are There Any Prospects for Recovery and Application? *Radiochemistry*. 2005;47(1):1-13.
11. Pokhiltonov Yu. A., Romanovsky V. N. Methods for separating palladium from irradiated fuel and prospects for its use for immobilization of long-lived radionuclides. *Proceedings of the VI. V. G. Khlopina. St. Petersburg, V. XVII, 2014, pp. 5-55.*
12. Gall N. R., Gall L. N., Berdnikov A. S., Semenov A. A., Lizunov A. V., Safulina A. M. Prospects for the electromagnetic method of isotope separation and possible ways of its modernization. *Questions of atomic science and technology. Series: Materials Science and New Materials*. 2019;97(1):65-77. (in Russ.).
13. Zolotov Yu. A., Varshal G. M., Ivanov V. M. *Analytical chemistry of platinum group metals*. M.: KomKniga publ, 2005. 592p. (in Russ.)
14. Nikitin Yu. E., Murinov Yu. I., Rosen A. M. Extraction chemistry with sulfoxides. *Uspekhi khimii - Advances in chemistry*. 1976;45(12):2233-2252. (in Russ.)
15. Karmannikov V. P. Method for purifying rhodium and iridium. RF patent No. 2156819. Publ. September 27, 2000.)
16. Torgov V. G., Tatarchuk V. V., Renard E. V., Druzhinina I. A., Korda T. M., Tatarchuk A. N. Justification of the choice of an extraction system based on oil sulphides for the extraction of debris palladium. *Atom. energiya - Atom. energy*. 1994;76(6):478-485. (in Russ.)
17. Torgov V. G., Tatarchuk V. V., Druzhinina I. A., Korda T. M., Renard E. V. Behavior of noble metals during extraction extraction and refining of debris palladium. *Atom. energiya - Atom. energy*. 1996;80(4):267-273. (in Russ.)
18. Petrova A. M., Bagrova E. G., Kasikov A. G. Method for extracting palladium from acidic copper-containing solution. RF patent No. 2654818. Publ. 05.22.2018.
19. Dakshinamoorthy A., Dhama P. S., Naik P. W., Dudwadkar S. K., Munshi S. K., Dey P. K., Venugopal V. Separation of palladium from high level liquid waste of PUREX origin by solvent extraction and precipitation methods using oximes. *Desalination*. 2008;232(1-3):26-36.
20. Mezhev E. A., Kulikov I. A., Teterin E. G. Study of Extraction of Palladium from Nitric Acid Solutions with Nitrogen-Containing Compounds, as Applied to Recovery of Fission Palladium from Spent Nuclear Fuel of Nuclear Power Plants; 2. Effect of Radiation on Palladium Recovery and Condition of Extraction Systems. *Radiochemistry*. 2002;44(2):141-145.
21. Shkil A. N. Extraction of noble metals with thiobenzanilide and N-substituted 2-thiopicolinamides and its analytical application // Dissertation ... candidate of chemical sciences. 02.00.02. Moscow. 1984. 253 p. (in Russ.).
22. Potapov V. V. Extraction of palladium and platinum from hydrochloric acid solutions of S, N- and S, O-containing organic compounds // Dissertation ... candidate of chemical sciences. 02.00.04. Ufa. 2000. 155 p. (in Russ.).
23. Ruhela R., Sindh A. K., Tomar B. S., Hubli R. C. Separation of palladium from high level liquid waste - A review. *RSC Adv*. 2014;(4):24344-24350.
24. Tomsk Technological University. News Service. TPU scientists propose to extract palladium, rhodium and ruthenium from spent nuclear fuel. URL: <https://news.tpu.ru/news/2017/11/11/27895/> [Accessed 11.10.2021].
25. Mezhev E. A., Kuchmunov V. A., Druzhnikov V. V. Study of extraction of palladium from nitric acid solutions with nitrogen containing compounds, as applied to recovery to fission palladium from spent nuclear fuel of nuclear power plants. Extraction and back washing conditions. *Radiochemistry*. 2002;44(2):135-140.
26. Lunichkina K. P., Renard E. V., Shevchenko V. B. Extraction of palladium by tributyl-phosphate from nitrate and perchlorate solutions. *Zh. Neorg. Khim. - Journal of Inorganic Chemistry*. 1974;19(1):205-209. (in Russ.).
27. Zaitsev B. N., In'voka E. N. Palladium distribution in the Pd(NO₃)₂-NaNO₃-HNO₃-TBP-decane system. *Radiochemistry*. 1981;23(6):817-820.
28. Schmidt V. S., Shorokhov N. A. Chemistry of palladium in extraction processes of NPP spent fuel reprocessing. *Atom. Energ.* 1988;64(2):103-110.
29. Schmidt V. S., Shorokov N. A., Novikova S. S., Teterin E. G., Pen-teleeva A. N. Extraction of palladium(II) nitrate from nitric acid solutions by tri-n-butyl- and triisoamylphosphine oxides. *Radiochemistry*. 1983;25(2):202-207.
30. Zaitsev B. N., Kvasnitskii I. B., Korolev V. A., Babain V. A., Pokhiltonov Y. A. Recovery of Pd from Spent Fuel: 3. Recovery of Pd from Nitric Acid Solutions Using Carbamoyl Phosphine Oxides. *Radiochemistry*. 2005;47(4):374-377.
31. Courson O., Lebrun M., Malmbeck R., Pagliosa G., Romer K., Satmark B., Glatz J. P. Partitioning of minor actinides from HLLW using the DIAMEX process. Pt. 1. Demonstration of extraction performances and hydraulic behaviour of the solvent in a continuous process. *Radiochim. Acta*. 2000;88(12): PP. 857-863.
32. Zhu Z.-X., Sasaki Y., Suzuki H., Suzuki S., Kimura T. Cumulative study on solvent extraction of elements by N, N, N', N'-tetraoctyl-3-oxapentanediamide (TODGA) from nitric acid into n-dodecane. *Anal. Chim. Acta*. 2004;527:163-168.
33. Sasaki Y., Morita Y., Kitatsuji Y., Kimura T. Extraction Behavior of Actinides and Metal Ions by the Promising Extractant, N, N, N', N'-Tetraoctyl-3,6-dioxaoctanediamide (DOODA). *Solvent Extr. Ion Exch.* 2010;28: PP. 335-349.
34. Rozen A. M., Krupnov B. V. Dependence of the extraction ability of organic compounds on their structure. *Russian Chemical Reviews*. 1996;65(11):973-1000.
35. Volchkova E. V., Buslaeva T. M., Mishchikhina E. A., Gro-mov S. P. *Extraction of noble metals by macrocyclic compounds*. Moscow state University of Fine Chem. technologies to them. M. V. Lomonosov. - M.: Publishing house of MITHT. 2013. 114 p.
36. Lachowicz E., Czapiuk M. Liquid-liquid extraction of palladium and gold by the sulphide podand 1,12-di-2-thienyl-2,5,8,11-tetrathiadodecane. *Talanta*. 1990;37(10):1011-1015.
37. Lachowicz E., Krajewski A. Liquid-liquid extraction of metal ions by the sulphide podand 1,12-di-2-thienyl-2,5,8,11-tetrathiadodecane. *Analyt. Chim. Acta*. 1986;188:239-245.
38. Turanov A. N., Baulin V. E., Solotnov A. F., Tsvetkov V. E. Extraction of palladium (II) halide complexes with phosphoryl-containing podands. *Zhurn. Neorg. Khimii - Journal. Inorg. Chemistry*. 1995;40(5):866-871. (in Russ.).
39. Turanov A. N., Baulin V. E., Kharitonov A. V., Tsvetkov E. N. Extraction of platinum from hydrochloric acid solutions by phosphoryl-containing podands. *Zhurn. Neorg. Khimii - Journal. Inorg. Chemistry*. 1994;39(8):1394-1399. (in Russ.).
40. Turanov A. N., Karandashev V. K., Baulin V. E., Tsvetkov E. N. Extraction of trace amounts of gold from hydrochloric acid solutions with phosphoryl-containing podands. *Zhurn. Neorg. Khimii. - Journal. Inorg. Chemistry*. 1995; 40 (11): 1926-1930. (in Russ.)
41. Yakshin V. V., Vilkova O. M., Tananaev I. G., Myasoedov B. F. Selective extraction of platinum, iridium and palladium by macrocyclic endoreceptors from hydrochloric acid solutions. *Russ. Chem. Zhurn. - Russian chemical journal*. 2010;54(3):56-60. (in Russ.).
42. Smirnov I. V., Karavan M. D., Efremova T. I., Babain V. A., Miroshnichenko S. I., Cherenok S. A., Kal'chenko V. I. Extraction of Am, Eu, Tc, and Pd from nitric acid solutions with phosphorylated calixarenes. *Radiochemistry*. 2007;49(2):482-492.
43. Smirnov I. V., Karavan M. D., Babain V. A., Kvasnitskii I., Stoyanov E., Miroshnichenko S. I. Effect of alkyl substituents on extraction properties and solubility of calix[4]arene dialkylphosphine oxides. *Radiochim. Acta*. 2007;95(2):97-102.
44. Ruhela R., Sharma J. N., Tomar B. S., Panja S., Tripathi S. C., Hubli R. C., Suri A. K. N, N, N', N'-Tetra(2-ethylhexyl)thiodiglycolamide T(2EH)TDGA: A novel ligand for the extraction of palladium from high level liquid waste (HLLW). *Radiochim. Acta*. 2010;98:209-214.
45. Ruhela R., Sharma J. N., Tomar B. S., Adya V. C., Seshagiri T. K., Hubli R. C., Suri A. K. Stability studies of N, N, N', N'-tetra-(2-ethylhexyl) dithiodiglycolamide (DTDGA). *Radiochim. Acta*. 2013;101:169-174.

Статья поступила в редакцию 10.10.2021

Принята к публикации 9.11.2021



РОССИЙСКАЯ
НЕДЕЛЯ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ
RUSSIAN HEALTH CARE WEEK

Ежегодно входит в план научно-практических мероприятий Министерства здравоохранения РФ



6–10 декабря 2021



За здоровую жизнь

XI Международный форум по профилактике
неинфекционных заболеваний и формированию
здорового образа жизни



Здравоохранение

30-я юбилейная международная выставка
«Медицинская техника, изделия медицинского
назначения и расходные материалы»



Здоровый образ жизни

14-я международная выставка «Средства реабилитации
и профилактики, эстетическая медицина, фармацевтика
и товары для здорового образа жизни»

6–9 декабря 2021



MedTravelExpo

Санатории. Курорты. Медицинские центры

4-я международная выставка медицинских
и оздоровительных услуг, технологий оздоровления
и лечения в России и за рубежом



www.zdravo-expo.ru

Реклама



Организаторы:

- Государственная Дума ФС РФ
- Министерство здравоохранения РФ
- АО «ЭКСПОЦЕНТР»

При поддержке:

- Совета Федерации ФС РФ
- Министерства промышленности и торговли РФ
- Федерального агентства по туризму (Ростуризм)

Под патронатом ТПП РФ



Россия, Москва, ЦВК «ЭКСПОЦЕНТР»

12+

Анализатор аминокислот ARACUS*



На протяжении более четверти века немецкая компания membraPure успешно работает на рынке систем чистой и сверхчистой воды, анализаторов общего органического углерода и аминокислот, а также ионных хроматографов. Специалисты компании постоянно совершенствуют оборудование, разрабатывают новые инструменты, используя в работе передовые технологии. Выпускаемая продукция не требует специального обслуживания и обеспечена сервисной онлайн-поддержкой. Высокотехнологичные приборы широко известны во всем мире и реализуются через дилерскую сеть и собственные офисы компании.

ARACUS работает по золотому стандарту ионной хроматографии с постколоночной дериватизацией с нингидрином при детектировании на 440 и 570 нм с помощью не требующих обслуживания светодиодных фотометров.

Прибор может быть настроен на непрерывный анализ 96 образцов в охлаждаемом автопроботборнике. Насос позволяет одновременно работать с двумя линиями подачи жидкости (элюентной и реактивной), что гарантирует постоянное перемешивание. Элюенты и раствор реагентов избирательно подбираются с помощью вентиля и идеально смешиваются друг с другом.

Добавление нингидрина обеспечивает количественный анализ.

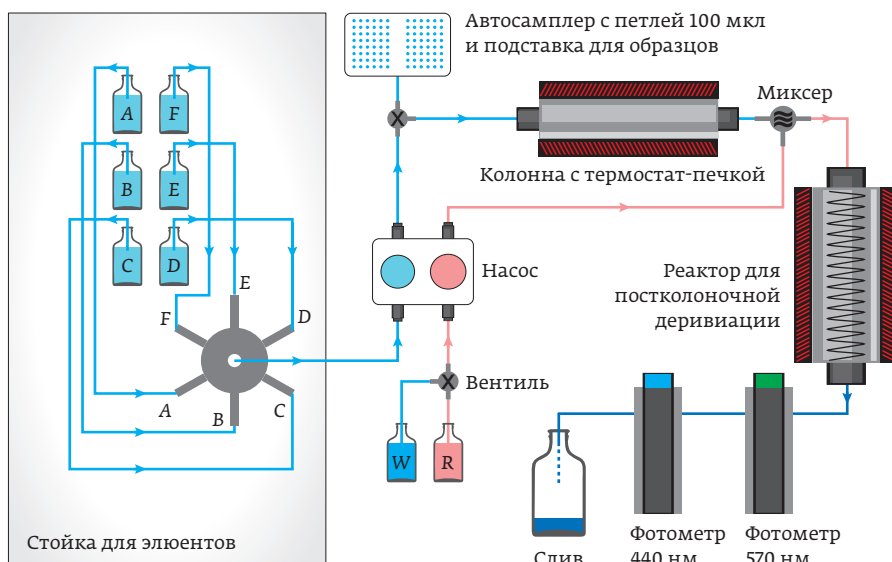


Схема работы анализатора аминокислот ARACUS. После разделения аминокислот внутри колонки смесь образца с раствором реагента проходит через химический реактор. Затем раствор образца проходит через светодиодные фотометры (570 нм + 440 нм), где аминокислоты опосредованно детектируются с помощью красителей

* На правах рекламы.

Процедура промывки клапана для инъекции и шприцевого насоса позволяет избежать перекрестных загрязнений. Уровень отдельных реагентов контролируется при запуске серии измерений и предупреждает пользователя, если количество реагента не достаточно для завершения запланированной серии измерений.

Модель ARACUS advanced оснащена двухнасосной системой для одновременной подачи буфера и реагента. Инертный газ снабжает основной блок и элюентную камеру атмосферой защитного газа за счет уменьшения присутствия атмосферного кислорода для повышения соотношения сигнал / шум.

Технические характеристики

Метод	Ионообменная хроматография с постколоночной дериватизацией с добавлением нингидрина
Автоматический пробоотборник	2 стойки для образцов, в каждой из которых есть место для 48 флаконов, охлаждение образцов, дозировка в 3-х различных режимах: <ul style="list-style-type: none"> ■ полный цикл (100 мкл), ■ частичный цикл (5–50 мкл), ■ или в микролитрах (1–35 мкл)
Разделительная колонка	Нержавеющая сталь, катионообменная смола, воспроизводимость времени удержания <0,3% RSD, воспроизводимость пиковой области ~1,0% RSD
Печь-термостат для колонки	20–80 °С, точность 0,1%
Температура реактора	20–140 °С
Спектроскопическое детектирование	Светодиодные фотометры (440 нм + 570 нм), проточная кювета: объем 10 мкл, аналоговый сигнал 0–5 В, уровень шума 0,02 mAU, отклонение от линейности 0,3%, <i>опционно</i> : флуоресцентный детектор 200–650 нм
Предел обнаружения	<2 нмоль / мл
Предел количественного определения	>5 нмоль / мл (с помощью метода ОРА <0,5 нмоль / мл)
Система насосов	Одинарный насос (ARACUS), двойной насос (ARACUS advanced), макс. давление 400 бар, скорость потока: 0,01–10,00 мл / мин, воспроизводимость 0,1% RSD при 100 мкл / мин
Максимальное рабочее давление	120 бар
Наборы, готовые к использованию	Наборы, включающие элюенты, реагенты и буфер для дополнительного разбавления, адсорбент аммиака и разделительные колонны для 500–1000 анализов
Программное обеспечение и	iControl & Clarity (в соответствии с 21 CFR Part 11) или iControl & AminoPeak
Габариты, вес, мощность	1080 × 370 × 375 мм ^o , 60 кг, 110–230 В, 50 / 60 Гц

* 800 мм с открытым основным блоком.

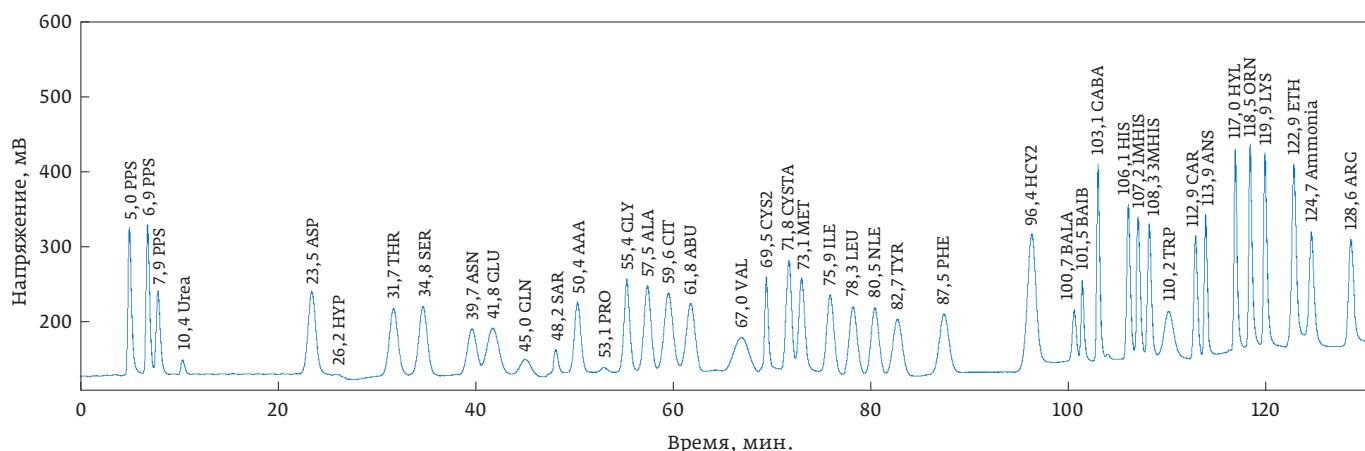
Возможен активный контроль количества каждого реагента в сосудах по сенсорам веса (доступно только с программным обеспечением Aminopreak).

Чувствительный флуоресцентный детектор для аминов с о-фталевым альдегидом (OPA) включен в расширенную конфигурацию ARACUS.

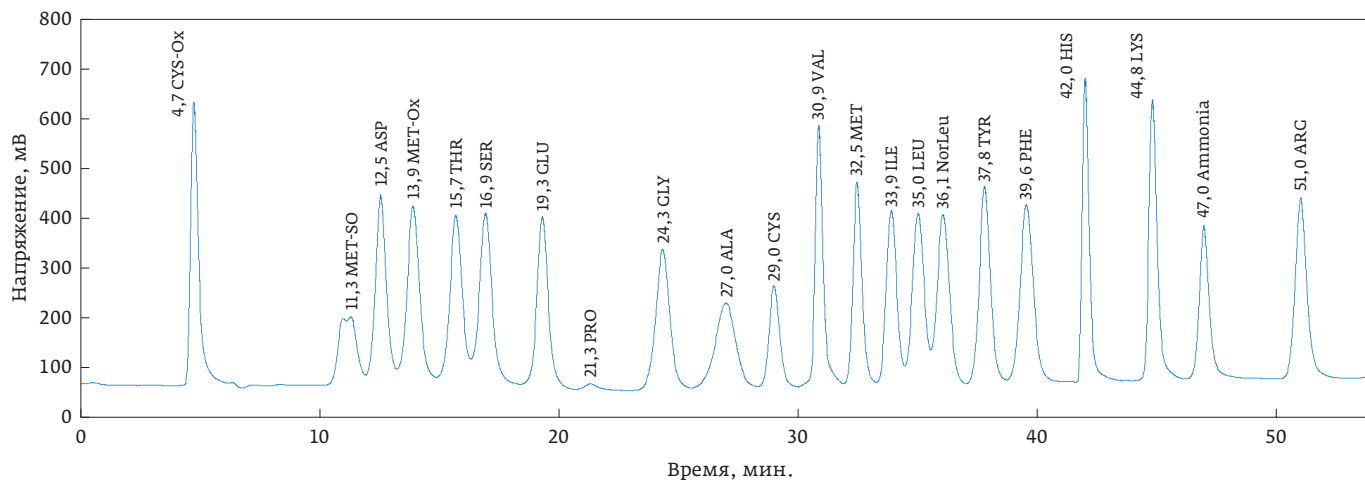
Возможно разделение до 44 аминокислот примерно за один час, а также нескольких аминокислот в течение нескольких минут. ARACUS используется в клинических лабораториях (например, скрининг новорожденных,

диагностика сердечно-сосудистых заболеваний, диабета второго типа и др.) для определения свободных / физиологических аминокислот в плазме крови, сыворотке крови, слюне и моче, при контроле качества для определения гидролизованых аминокислот в продуктах питания, напитках и кормах, при исследовании метаболических процессов для определения биогенного амина и других задач.

Качество разделения и анализа хорошо иллюстрируют представленные хроматограммы.



Определение свободных/физиологических аминокислот в плазме крови, сыворотке крови, слюне и моче



Определение гидролизованых аминокислот в продуктах питания, напитках и кормах в укороченном режиме

membraPure GmbH

Wolfgang-Küntschner-Str. 14, 16761 Hennigsdorf/Berlin, Germany

+49 3302-201 20 0

sales@membrapure.de

mp membraPure
WATER · TOC · AMINO · ION
Made in Germany, more than 25 years...



16-я Международная выставка
вакуумного и криогенного оборудования

12–14 апреля 2022

Москва ,ВДНХ, Павильон 57



Представьте
свою продукцию
потенциальным
заказчикам



Вакуумное
оборудование

Криогенное
оборудование

Оборудование
для нанесения
функциональных
покрытий

Забронируйте стенд
vacuumtechexpo.com

Организатор



Международная
Выставочная
Компания

+ 7 (495) 252 11 07
vacuumtechexpo@mvk.ru

При поддержке



Анализ кристаллической структуры органического порошкового материала с помощью оптической системы высокого разрешения*

Введение

Большинство известных сегодня кристаллических структур решено на монокристаллах. Однако, в ряде случаев получить монокристалл не представляется возможным. В последние годы точность порошковых рентгеновских дифрактометров значительно улучшилась так, что стало возможным проводить анализ кристаллической структуры с использованием порошковых образцов. В этой работе продемонстрирован пример проведения структурного анализа на основе дифрактограммы порошкового образца.

Материалы

В качестве анализируемого образца выбран порошок γ -индометацина. Его кристаллическая решетка относится к триклинной сингонии, для которой характерны три базовых вектора разной длины (a , b , c), все углы между которыми (α , β , γ) не прямые, из-за чего многие дифракционные линии перекрываются. Следствием такого перекрытия является трудность в определении параметров кристаллической решетки из порошковой дифрактограммы.

Оборудование и измерения

Измерения проводили на автоматическом многофункциональном рентгеновском дифрактометре SmartLab Rigaku в медном излучении с использованием сменных оптических компонент, таких как: изогнутый Ge(111)-монохроматора Йоханссона, эллиптическое зеркало СВО-Е для фокусировки рентгеновского пучка на детекторе через образец (в схеме съемки «на просвет»), а также оптики СВО типа зеркала Гёбеля для формирования параллельного пучка. Юстировку всех оптических компонент проводили в автоматическом

режиме по максимумам интенсивностей прямого рентгеновского пучка. В качестве системы детектирования использовали высокоскоростной линейный полупроводниковый детектор D / teX Ultra250 (256 каналов, ширина канала 75 мкм). Обработку данных проводили с помощью программного обеспечения SmartLab Studio II.

Результаты исследования

На рис. 1 показано наложение дифрактограмм, полученных с использованием разных оптических систем. Первая (красного цвета) – получена в геометрии параллельного пучка, оптика СВО, содержащей линии $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$ рентгеновского спектра. Вторая (синего цвета) – получена в сфокусированном пучке в комбинации Ge(111)-монохроматора и зеркала СВО-Е, обеспечивающей чистый $K\alpha_1$ -спектр.

Сравнительный анализ показывает, что в чистом $K\alpha_1$ -спектре прекрасно разделяются и проявляются

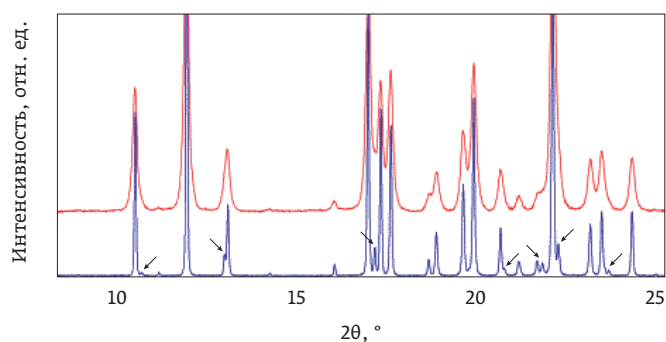


Рис. 1. Дифрактограммы γ -индометацина, полученные с использованием геометрии параллельного пучка (красная дифрактограмма) и оптической системы высокого разрешения (синяя дифрактограмма). Стрелками обозначены дифракционные линии, которые не смогли определить в геометрии параллельного пучка

* На правах рекламы.

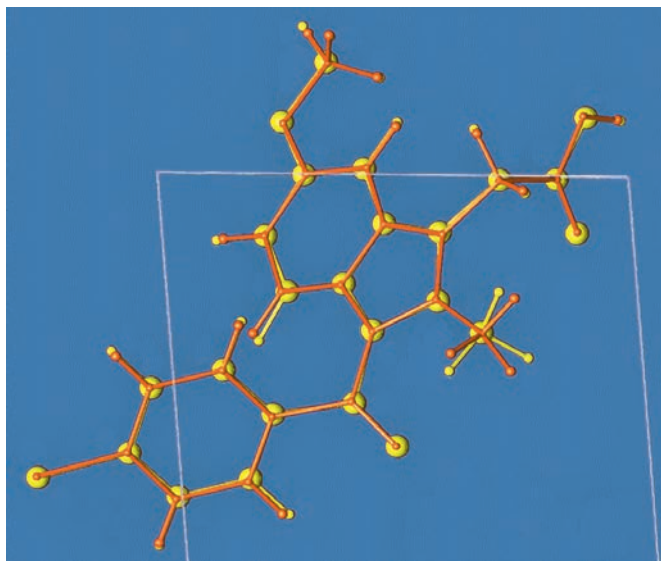


Рис. 2. Кристаллическая структура γ -индометацина, полученная на порошковом образце (желтый) и монокристалле (оранжевый)

мельчайшие дифракционные линии, которые было трудно обнаружить, используя традиционную

оптическую геометрию параллельного пучка. Кристаллическая структура была успешно решена благодаря улучшениям в качестве полученных данных.

Исходная структура была решена с использованием эволюционного алгоритма в прямом пространстве, сопряженного с методом Ритвельда для последующего уточнения структуры. Сравнение кристаллических структур, полученных на порошковом образце и монокристалле, показало хорошее совпадение (рис. 2).

Оборудование и программное обеспечение, рекомендованные для проведения измерений

- Автоматический многофункциональный рентгеновский дифрактометр SmartLab Rigaku;
- Ge(III)-монокроматор Йоханссона;
- эллиптическое многослойное рентгеновское зеркало CBO-E;
- высокоскоростной 1D-детектор высокого разрешения D/teX Ultra250;
- программное обеспечение SmartLab Studio II.

Подготовили А. В. Пучков, И. Б. Гуртовая
по материалам: <http://www.rigaku.com/applications>.



Rigaku
Leading With Innovation

Представитель Ригаку Корпорэйшн в странах СНГ:



E-Globaledge Corporation
イーグローバレッジ株式会社

123610, Россия, г. Москва,
Краснопресненская наб., 12, ЦМТ
Тел.: +7 495 967 0959;
E-mail: info@e-globaledge.ru

www.e-globaledge.ru

Автоматический высококлассный рентгеновский дифрактометр (XRD) высокого разрешения SmartLab Rigaku





- Лучший тонкопленочный дифрактометр в мире;
- 9 кВт источник с вращающимся анодом высокой яркости PhotonMax;
- Интеллектуальный пакет SmartLab Studio II;
- Опционально доступна in-plane геометрия;
- Полностью автоматизированная юстировка;
- Новое семейство оптики CBO с автоматическим переключением пучка CBO-Auto;
- 2D детектор HyPix-3000;
- Преимущества проведения 2D количественного анализа;
- 2D SAXS, WAXS и GI-SAXS;
- Анализ наноматериалов, тонких пленок Micro-Area, in-situ;
- Огромный выбор приставок для любых задач.

Новое программное обеспечение SmartLab Studio II, предоставляющее пользователю интеллектуальную систему User Guidance, является, пожалуй, одной из главных и инновационных особенностей. Экспертный функционал системы направляет оператора через все нюансы и сложности, возникающие в процессе любого эксперимента. Эту систему можно сравнить с живым специалистом, который стоит рядом с вами.



www.rigaku.com

Полиморфизм тристеарина*

М. Шубнель

Активные фармацевтические ингредиенты, жиры, масла, металлы, соли и многие другие материалы могут существовать в различных кристаллических формах. Это явление называют полиморфизмом. В статье на примере тристеарина показано, что полиморфные материалы можно исследовать с помощью метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Полиморфизмом обладает большое количество материалов. Изучать полиморфизм важно, особенно для активных фармацевтических соединений и в пищевой промышленности, поскольку различные модификации активного вещества могут дать разные эффекты: разница кристаллических форм в пищевых продуктах сказывается на их текстуре. Известно, например, что шесть модификаций масла какао плавятся в диапазоне от 17,3 до 36,3 °С. В темном шоколаде преимущественно содержится модификация с высокой температурой плавления, а в молочном шоколаде – низкоплавкая модификация. В результате темный и молочный шоколад создают разные вкусовые ощущения (так называемое вкусовое впечатление).

В статье описана общая методика обнаружения и исследования полиморфизма с помощью ДСК. В качестве примера выбран эксперимент с тристеарином.

Растительные масла состоят преимущественно из триглицеридов жирных кислот. Тристеарин – это простой триглицерид, в котором три остатка стеариновой кислоты соединяются с молекулой глицерина (см. рис. 1). Известны три кристаллические модификации тристеарина, которые, согласно литературным данным, плавятся при 54 °С (α-фаза), 63,5 °С (β'-фаза) и 72,7 °С (β-фаза) [1, 2].

Описание эксперимента

Для эксперимента ДСК использовали прибор МЕТТЛЕР ТОЛЕДО DSC 3+, оснащенный системой охлаждения IntraCooler. Применялись разные программы нагрева, которые описаны более подробно ниже. Для эксперимента использовали тристеарин (CAS 555-43-1) компании Sigma Aldrich.

Перед проведением основного эксперимента ДСК целесообразно выполнить предварительный цикл, состоящий из нагрева, охлаждения и повторного нагрева. Плавление тристеарина происходит в диапазоне от 54 до 72 °С в зависимости от преобладающей кристаллической фазы. Для предварительного цикла нагрева, охлаждения и повторного нагрева выбран диапазон от 10 до 90 °С. Скорости нагрева и охлаждения составляли 10 К/мин.

Результаты

Результаты, полученные в предварительном цикле, показаны на рис. 2. При первом нагреве (красная кривая) образец плавился около 72,7 °С. Очевидно, что исходный материал представлял собой β-тристеарин. При охлаждении материал кристаллизуется при 52 °С. При втором нагреве тристеарин плавился около 54 °С. Энтальпия кристаллизации и плавления около 54 °С приблизительно одинаковы. Совокупность этих данных и температура пиков плавления указывают, что жидкий тристеарин, расплавленный во время первого нагрева, кристаллизуется при охлаждении в форме α-тристеарина. Энтальпия плавления α-тристеарина

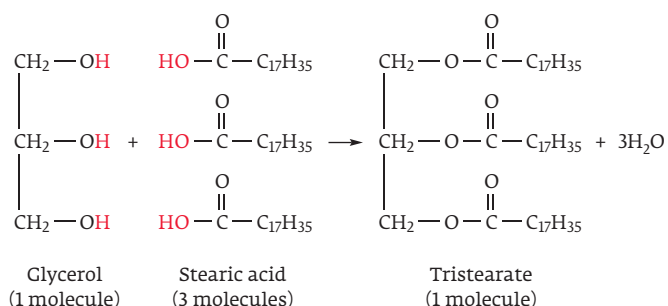


Рис. 1. Тристеарин (глицерилтристеарат) – это триглицерид, образующийся при взаимодействии одной молекулы глицерина и трех молекул стеариновой кислоты с выделением трех молекул воды

* На правах рекламы. Перевод статьи Dr. Markus Schubnell Polymorphism of Tristearin из журнала МЕТТЛЕР ТОЛЕДО UserCom 51

составляет около 125 Дж/г. После плавления α -формы наблюдается широкий экзотермический пик, который мы связываем с кристаллизацией. Образующиеся при этом кристаллы затем плавятся, начиная с температуры 70 °С. Наличие двух процессов плавления подтверждает, что тристеарин является полиморфным материалом.

Однако для более полного изучения полиморфного поведения тристеарина необходимо провести дополнительные эксперименты. Один из возможных подходов – изотермическая кристаллизация образца тристеарина при температуре, превышающей нижнюю точку плавления, с последующим охлаждением и повторным нагревом. На рис. 3 показаны результаты такого эксперимента. Новый образец сначала нагрели до 90 °С, затем охладили со скоростью 10 К/мин до комнатной температуры (эти кривые на иллюстрации не показаны). После предварительной выдержки образец нагрели до 57 °С со скоростью 7 К/мин (зеленая кривая на рис. 3). Образец (α -фаза) плавится полностью. В последующем изотермическом сегменте (57 °С, 3 мин) материал кристаллизуется с образованием формы, которая не может быть α -формой, поскольку кристаллизация α -формы происходит при более низкой температуре. После изотермической выдержки образец охладили до комнатной температуры со скоростью 20 К/мин. В процессе охлаждения (синяя кривая на рис. 3) наблюдается небольшой пик кристаллизации. Вероятно, во время изотермической выдержки кристаллизация произошла не полностью. Во время охлаждения оставшаяся жидкая фаза кристаллизуется в α -форму при температуре около 50 °С. Если охлажденный таким путем образец снова нагреть (красная кривая на рис. 3), сначала расплавятся α -кристаллы, образованные во время охлаждения (при уже известной температуре около 54 °С). После этого около 63 °С расплавятся кристаллы,

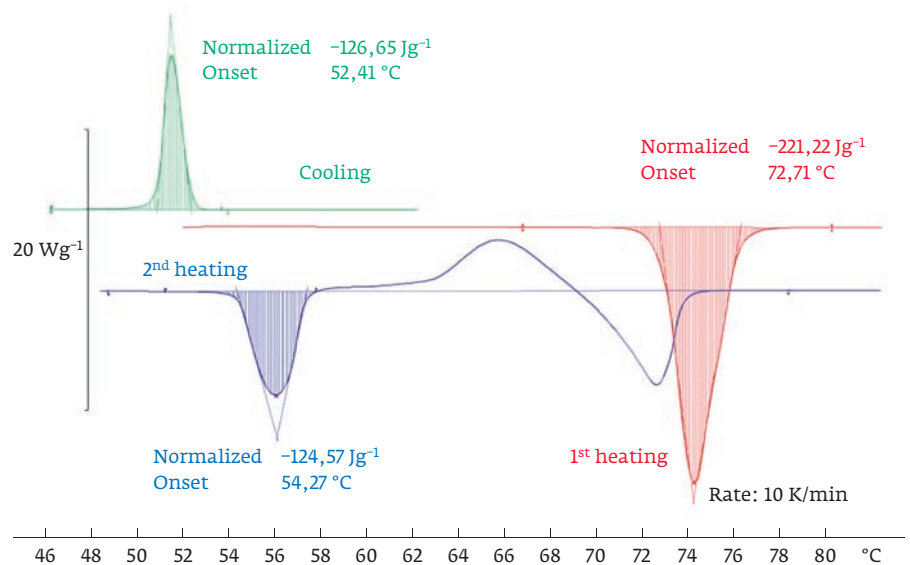


Рис. 2. Цикл нагрева, охлаждения и повторного нагрева тристеарина со скоростью 10 К/мин

образованные во время изотермической кристаллизации. Затем из расплава кристаллизуется (по меньшей мере частично, как видно по экзотермическому пику) стабильная β -фаза, которая плавится при температуре около 72 °С. Эксперименты показали, что тристеарин может существовать как минимум в трех полиморфных модификациях.

В описанном здесь эксперименте образец после изотермической кристаллизации и охлаждения нагревали со скоростью 20 К/мин. В последующих экспериментах образец после изотермической

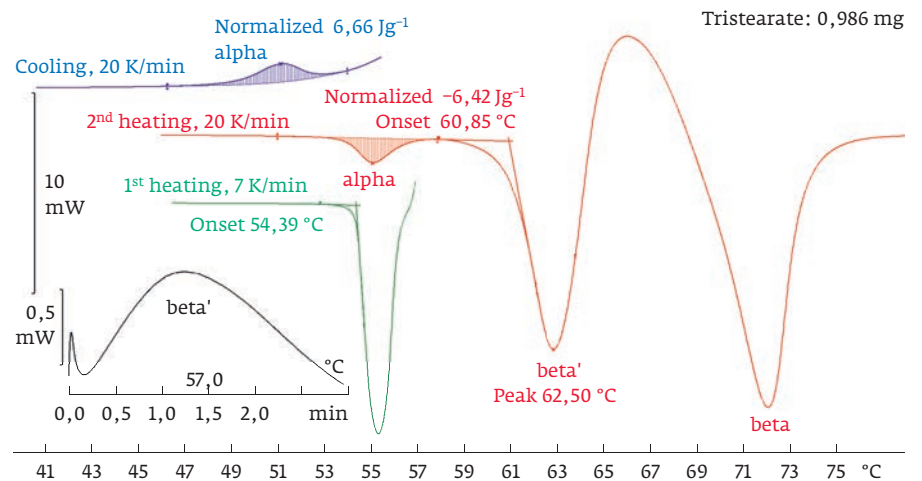


Рис. 3. Изотермическая кристаллизация тристеарина при 57 °С с последующим охлаждением и нагревом

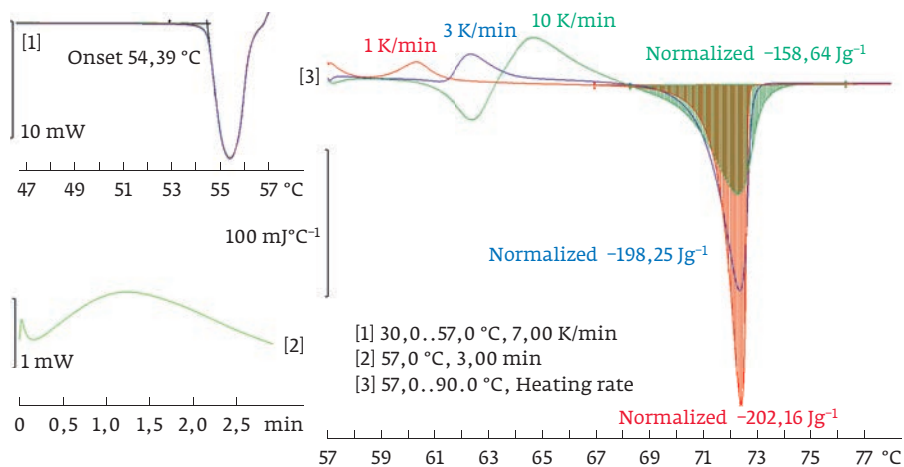


Рис. 4. Изотермическая кристаллизация тристеарина при 57 °C и кривые последующего нагрева со скоростью 1, 3 и 10 К/мин

кристаллизации не охлаждали, а нагревали с разной скоростью. Полученные кривые ДСК представлены на рис. 4. На графике показан первый сегмент нагрева до 57 °C (вверху слева, синяя кривая) и кривая теплового потока, полученная в ходе изотермической кристаллизации (внизу слева, зеленая кривая, 3 мин). Справа показаны кривые нагрева, записанные при скорости 1, 3 и 10 К/мин. Для более корректного сравнения кривые ДСК нормализованы по скорости нагрева. На кривой, соответствующей скорости нагрева 1 К/мин (красная), сначала наблюдается снижение теплового потока, которое отсутствует на двух других кривых (3 и 10 К/мин). Этот «половинный» экзотермический пик относится к продолжению

с температуры 61 °C, а β -фаза затем кристаллизуется (частично) из жидкой фазы. Тот факт, что кристаллизация β -фазы происходит не полностью, подтверждается величиной энтальпии плавления: при скорости нагрева 10 К/мин энтальпия пика плавления β -фазы составляет всего 159 Дж/г, при скорости 3 К/мин – 198 Дж/г, а при скорости 1 К/мин – 208 Дж/г. Энтальпия плавления чистой β -фазы (рис. 2) равна 221 Дж/г [3]. Кроме того, эти пики плавления шире и расположены при немного более низкой температуре, чем пик плавления чистой β -фазы (рис. 2).

Эксперименты с изотермической выдержкой были продолжены при разных температурах и с разной длительностью для более глубокого изучения процесса изотермической кристаллизации. Результаты показаны на рис. 5. Графики слева соответствуют изотермической выдержке при 55 и 57 °C (шкала времени логарифмическая). На графиках справа показаны кривые нагрева (со скоростью 5 К/мин) после изотермической выдержки. На графиках слева вертикальными линиями показано время протекания отдельных процессов кристаллизации. Кривые изотермической выдержки, при которой образец кристаллизуется в течение наибольшего времени (красные кривые), содержат два пика, не зависящих от температуры: первый пик после относительно короткой выдержки на отметках

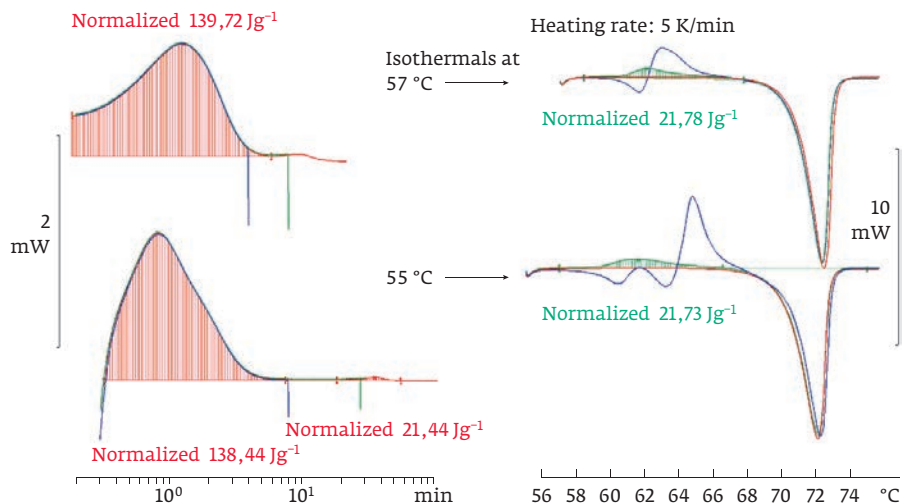


Рис. 5. Изотермическая кристаллизация тристеарина при 55 и 57 °C с разной выдержкой и с последующим нагревом (5 К/мин)

0,81 мин (55 °С) и 1,21 мин (57 °С) и второй пик, гораздо меньший, на отметках 36,6 мин (55 °С) и 9,6 мин (57 °С). Первый пик соответствует кристаллизации β'-фазы, а второй – твердофазному переходу β'-фазы в β-фазу. В то же время кривые нагрева ДСК (графики на рис. 5 справа) содержат только один пик плавления тристеарина, который кристаллизуется в ходе длительной изотермической выдержки (красные кривые), тогда как все остальные кривые нагрева содержат либо дополнительный экзотермический пик (твердофазный переход, зеленые кривые для 57 и 55 °С), либо пик плавления с последующим пиком кристаллизации (синие кривые). Очевидно отличие формы кривых изотермической выдержки при 55 и 57 °С. Температура кристаллизации 55 °С очень близка к температуре плавления α-фазы, и плавление, вероятно, не происходит при этой температуре полностью. По этой причине кривые изотермической выдержки начинаются с эндотермического пика на кривой теплового потока, который соответствует плавлению кристаллов, не успевших расплавиться во время нагрева. При 55 °С кристаллизация происходит быстрее, чем при 57 °С: максимальная скорость кристаллизации достигается за 50 с при 55 °С и за 100 с при 57 °С. Кроме того, в зависимости от условий кристаллизации (температура, продолжительность) образуются разные структуры. Это можно наблюдать на кривых нагрева в тех экспериментах, когда образец кристаллизовался в течение восьми минут при 55 °С и четырех минут при 57 °С (синие кривые на графиках справа). После кристаллизации при 57 °С на синей кривой имеется пик плавления, за которым следует пик кристаллизации, тогда как после кристаллизации при 55 °С на синей кривой перед пиком кристаллизации наблюдаются два пика плавления. Это указывает на существование двух разных β'-фаз. Подобные наблюдения можно найти в литературе [3, 4]. Дополнительные эксперименты показали, что двойной пик, наблюдаемый в процессе нагрева, возникает, только когда изотермическая кристаллизация происходит в течение определенного времени между 54,9 и 55,1 °С.

Для изучения процессов кристаллизации можно использовать и эксперименты с охлаждением. Первый эксперимент с охлаждением со скоростью 10 К/мин

(рис. 2) показал, что при этой скорости образуется метастабильная α-фаза. Возникает вопрос: смогут ли кристаллизоваться и другие фазы, если охлаждение будет достаточно медленным? На рис. 6 показаны три кривые, полученные при охлаждении со скоростью 0,02 К/мин (график слева), и кривые нагрева (справа), выполненного сразу же после охлаждения. На двух небольших врезках внизу кривые показаны полностью; прямоугольниками выделены области, показанные выше и приведенные в более крупном масштабе.

Кривые охлаждения отличаются начальной температурой: для зеленой кривой она составляет 74 °С, а для двух других – 77 °С. При начальной температуре 74 °С перед охлаждением еще присутствуют остаточные зародыши кристаллизации β-формы, но при температуре 77 °С они, несомненно, отсутствуют. Этим можно объяснить немного более высокую, примерно на 1 °С, температуру кристаллизации (при скорости охлаждения 0,02 К/мин это соответствует 50 мин!). Сравнение кривых охлаждения с кривыми нагрева (зеленые) показывает, что при охлаждении от начальной температуры 74 °С практически во всем объеме образца кристаллизуется стабильная β-форма. Небольшой пик при 65 °С соответствует плавлению немногих присутствующих β'-кристаллов. Содержание β'-кристаллов составляет около 1%. Эта величина была найдена по площадям двух пиков и известным значениям энтальпии β- и β'-фазы.

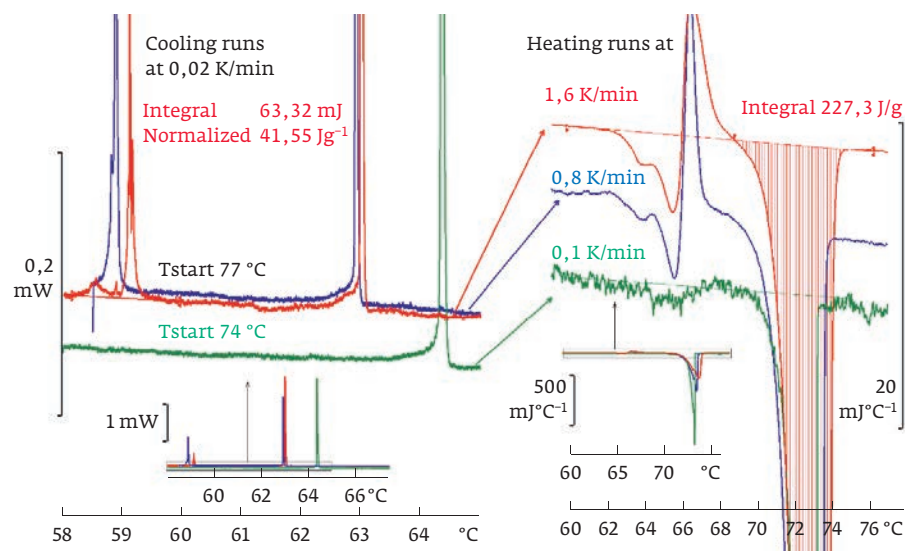


Рис. 6. Кривые охлаждения со скоростью 0,02 К/мин (слева) и кривые последующего нагрева, выполненного при разных скоростях (справа; кривые нормализованы по скорости нагрева)

Таблица 1. Измеренные значения температуры плавления и энтальпии плавления тристеарина, сравнение с данными из литературы [1, 2]

Фаза	Точка плавления, °С		Энтальпия плавления, Дж/г	
	Измерение	Справочные данные	Измерение	Справочные данные
α	54,3 (начало)	54 (начало)	126,1 (по кристаллизации, рис. 2)	162,6
β'	62,5 (пик)	63,5 (без уточнения)	139,7 (по кристаллизации, рис. 5)	160,4
β	72,7 (начало)	72,7 (начало)	221,2	227,7

Кривые охлаждения с начальной температурой 77 °С показывают два четких пика, причем при тщательном рассмотрении пик при 59 °С состоит из двух пиков, которые расположены очень близко друг к другу (мы считаем, что маленький пик на красной кривой может быть случайным искажением). Здесь мы снова рассматриваем острый пик около 63 °С как кристаллизацию β' -фазы из расплава. Тем не менее кристаллизация еще не закончена. Оставшийся расплав кристаллизуется при 59 °С, образуя две β' -фазы. Кривые нагрева с хорошей воспроизводимостью показывают два небольших пика плавления при 64 и 64,7 °С. Образовавшийся расплав рекристаллизуется в стабильную форму, которая плавится при 73 °С. Содержание β' -кристаллов при 58 °С составляет около 30%. Эти эксперименты подтверждают существование двух β' -фаз (рис. 5).

Выводы

В статье описаны методики, применимые в исследованиях полиморфных материалов. В качестве примера выбран эксперимент с тристеарином.

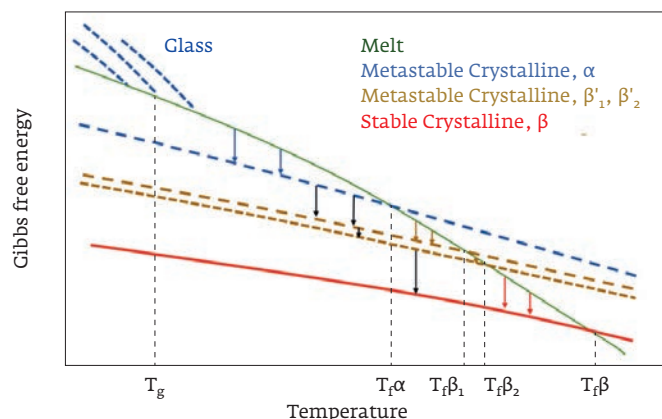


Рис. 7. Качественная фазовая диаграмма тристеарина. Черными стрелками показаны возможные твердофазные переходы, цветными – кристаллизация из расплава. Твердофазные переходы $\alpha \rightarrow \beta'_1/\beta'_2$ не наблюдались

Идентифицированы три кристаллические модификации тристеарина (α , β' и β), описанные в литературе. Результаты показывают, что тристеарин является монокристаллическим материалом (имеет только одну стабильную кристаллическую форму). α -фаза и β' -фаза метастабильны. Процесс кристаллизации при скорости охлаждения 10 К/мин соответствует правилу ступеней Оствальда, согласно которому в ходе кристаллизации образуется наименее стабильная форма.

Полученное значение энтальпии плавления хорошо согласуется с данными из научных публикаций. Энтальпии плавления метастабильных фаз, напротив, сильно различаются. Результаты представлены в табл. 1. Для энтальпии фазового перехода $\beta' \rightarrow \beta$ получено значение 21,4 Дж/г (рис. 5).

Эксперименты, в которых образец тристеарина нагревался со скоростью 5 К/мин после изотермической кристаллизации при 54,9 °С, позволяют сделать вывод, что существуют две β' -фазы (β'_1 и β'_2) с немного отличающимися температурами плавления. Этот результат подтверждается измерениями во время охлаждения: если тристеарин медленно охлаждается (0,02 К/мин) из расплава, материал может кристаллизироваться в стабильную β -фазу и две метастабильные β' -фазы. Возможно, что так называемая β' -фаза является смесью кристаллов β'_1 и β'_2 . Упоминание о β'_1 - и β'_2 -фазах можно найти в литературе [3, 4].

Полученные результаты дают возможность построить качественную фазовую диаграмму тристеарина (рис. 7). Черными стрелками показаны возможные твердофазные переходы, цветными – кристаллизация из расплава. Твердофазные переходы $\alpha \rightarrow \beta'_1/\beta'_2$ не наблюдались.

Литература

1. <https://de.wikipedia.org/wiki/Tristearin>.
2. <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C555431&Mask=4#ref-8>.
3. **Hernqvist, L.** Polymorphism of Triglycerides a Crystallographic Review. Food Structure. 1990;9(1):39-44.

METTLER TOLEDO – крупнейший мировой производитель весов и аналитических приборов

для лабораторных исследований, промышленного производства и торговли.

Оборудование METTLER TOLEDO находит свое применение в научно-исследовательских и заводских лабораториях, при дозировании жидких и сыпучих материалов, на линиях упаковки и контроля качества продукции, при определении габаритов перевозимых грузов в различных областях промышленности, науки и торговли.

www.mt.com



Лабораторные весы и компараторы массы

Лабораторные весы, аналитические, технические, микро- и ультрамикровесы, автоматическое дозирование порошков и жидкостей, анализаторы влажности, гири для тестирования



Промышленные весы и тензометрические датчики

Настольные весы, портативные весы, напольные весы, счетные весы, весы для контрольного взвешивания, весы для смешивания красок, терминалы, весовые модули, тензодатчики



Оборудование для контроля качества продукции

Чеквейеры для динамического взвешивания, металлодетекторы, системы рентгеновского контроля, системы для отслеживания и сериализации продукции, системы визуального контроля



Пипетки Rainin

Механические и электронные пипетки Rainin, многоканальные пипетки, наконечники BioClean для пипеток, высокопроизводительные системы дозирования



Промышленные аналитические системы

Датчики pH, датчик ОВП, кислорода, CO₂, датчики озона, биоагрузка, общая концентрация органического углерода, газ, анализаторы натрия и двуокиси кремния, трансмиттеры



Транспорт и логистика

Автомобильные весы, железнодорожные весы, весы для паллет и вилочных погрузчиков, устройства для измерения габаритов паллет и посылок



Аналитические приборы

Титраторы, плотномеры, рефрактометры, измерительные приборы и датчики pH, электропроводности, растворенного кислорода и ионов, оборудование для термического анализа, спектрофотометры



Автоматизированные реакторы и анализ In Situ

Определение характеристик частиц, анализ реакций, реакционные калориметры, лабораторные реакторы, анализ распределения частиц по размеру, анализ технологических процессов



Торговые весы и системы

Весы для самообслуживания, весы для прилавка, контрольно-кассовые весы, системы этикетирования, программное обеспечение

METTLER TOLEDO

Преподавание аналитической химии студентам фармацевтической специальности факультета фундаментальной медицины МГУ им. М.В.Ломоносова

О. В. Моногарова, к. х. н.¹, Е. И. Каленикова, д. ф. н.²

УДК 348.147

Рассмотрены особенности фармацевтической специальности в рамках подготовки студентов факультета фундаментальной медицины Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова. Обсуждены наиболее важные аспекты преподавания аналитической химии студентам-провизорам: ориентация общего курса аналитической химии на будущую профессиональную деятельность; разработка новых элективных курсов, направленных на специализированное изучение отдельных физико-химических методов; научно-исследовательская работа, посвященная разработке новых аналитических подходов для решения фармацевтических задач.

Ключевые слова: аналитическая химия, фармацевтическая специальность, фармацевтический анализ, преподавание, высшее профессиональное образование

Особенности фармацевтической специальности

Факультет фундаментальной медицины (ФФМ) создан ректором Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова (МГУ) В. А. Садовничим в 1992 году. Подготовка по специальности «фармация» по 5-летней программе начата в 2008 году, с 2011 года срок обучения провизора увеличен до шести лет. Область профессиональной деятельности выпускников по специальности «Фармация» включает фармацевтическую деятельность в сфере обращения лекарственных средств. Специальность «Фармацевтическая химия, фармакогнозия» связана «с изучением физических, химических, биологических свойств лекарственных веществ и лекарственного сырья и разработкой методов получения, очистки, стандартизации

и контроля качества лекарственных средств» [1]. Основу методологии составляет комплекс физических, химических, физико-химических, биологических, биохимических и биофармацевтических методов. По окончании специалитета провизор должен уметь «...проводить мониторинг качества, эффективности и безопасности лекарственных средств...» [1]. Объектами фармацевтического анализа традиционно являются лекарственные субстанции и препараты (классический фармацевтический анализ по нормативной документации), а также вода, воздух, почва, растения, ткани животных и человека для фармакокинетических и токсикологических исследований (биофармацевтический анализ). В зависимости от поставленных задач фармацевтический анализ включает в себя различные формы контроля качества лекарств: анализ готовых лекарственных форм (порошков, драже, таблеток, капсул и т. п.) и растительного лекарственного сырья, постадийный контроль производства лекарственных средств и экспресс-анализ в аптечных условиях, определение содержания токсических веществ, примесей и продуктов разложения и т. п.

¹ Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова, o_monogarova@mail.ru.

² Факультет фундаментальной медицины МГУ им. М. В. Ломоносова, eikaleni@fbm.msu.ru.

Для контроля качества лекарственных средств используют методы анализа, которые описаны в Фармакопейных статьях или включены в Государственную Фармакопею [2]. Любая лекарственная субстанция (действующее вещество природного или синтетического происхождения, из которого изготавливают лекарственное средство) или лекарственная форма не могут быть использованы для потребления конечным пользователем, если не разработаны методики их качественного и количественного анализа. Разработанные аналитические методики тщательно проверяют, отрабатывают и включают в Фармакопейную статью. Таким образом, фармакопейный анализ – контроль качества лекарственного сырья, субстанций, лекарственных форм, проводимый в соответствии с требованиями Фармакопеи и, как правило, с применением методов аналитической химии. При этом используемые методики определения состава лекарственных препаратов и лекарственного растительного сырья должны быть аттестованы и внесены в основной документ – Государственную Фармакопею.

Следует отметить, что фармацевтический анализ имеет свои особенности, отличающие его от других, поскольку объекты представляют собой вещества различной природы в широком диапазоне содержаний. Кроме того, необходимо анализировать не только индивидуальные лекарственные вещества, но и их смеси с большим числом компонентов. С каждым годом количество лекарственных средств возрастает, возникает необходимость разработки новых способов анализа фармпрепаратов. Каким требованиям должен удовлетворять фармацевтический анализ? Он должен быть селективным, чувствительным, точным, воспроизводимым, экспрессным, простым и экономичным. Селективность выбранного метода важна при проведении анализа смесей лекарственных веществ, при определении действующего вещества в присутствии продуктов разложения и примесей. Требования к чувствительности и точности повышаются при оценке степени чистоты препарата. Высокочувствительный метод позволяет установить минимальные содержания примесей и продуктов трансформации действующих веществ. При постадийном контроле производства, при проведении экспресс-анализа в аптеках важную роль играет время, затраченное на мониторинг лекарственного препарата.

Количественный анализ выполняют как классическими химическими (титриметрией и гравиметрией), так и инструментальными (спектроскопическими, хроматографическими, электрохимическими и т. п.) методами.

Из титриметрических методов чаще всего используют кислотно-основное титрование в неводных средах, окислительно-восстановительное титрование и комплексонометрию (для определения катионов металлов). Гравиметрию применяют, как правило, для контроля потери массы лекарственного препарата при его высушивании, реже – для определения содержания отдельных компонентов. К основным преимуществам классических химических методов анализа следует отнести высокую точность, низкую стоимость, возможность определения больших содержаний (в первую очередь, действующего вещества), к недостаткам – ограниченный круг определяемых веществ, узкие диапазоны определяемых содержаний и, главное, низкую чувствительность. Поэтому при определении следовых количеств примесей или продуктов трансформации действующих веществ целесообразно использование высокочувствительных инструментальных методов.

В последние годы расширяется применение хроматографических методов анализа (тонкослойной (ТСХ), газожидкостной (ГЖХ) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)). Метод ТСХ используют как для идентификации, разделения, так и для определения фармакологически активных веществ и примесей в лекарственных препаратах. Методами ГЖХ, как правило, определяют содержание остаточных растворителей в субстанциях и лекарственных формах. Сегодня в практике фармацевтического анализа возрастает роль ВЭЖХ, которая дополняет или заменяет традиционные методы. Среди электрохимических методов анализа лекарственных препаратов лидерство, по-прежнему, удерживает потенциометрия, особенно потенциометрическое титрование в неводных средах. Значительно реже используют кулонометрию и вольтамперометрию. Среди спектроскопических методов анализа широко применяют спектрофотометрию (особенно в УФ-области спектра), колориметрию (для оценки цветности и прозрачности растворов), рефрактометрию и ИК-спектроскопию (преимущественно для определения подлинности субстанций и компонентов лекарственных форм). При анализе лекарственных препаратов решают несколько аналитических задач. Во-первых, проведение качественного анализа, то есть идентификацию компонентов фармацевтического препарата; во-вторых, количественный анализ, включающий определение действующих веществ, остаточных растворителей, вспомогательных веществ и посторонних примесей.

В табл. 1 представлены основные методы, используемые для определения подлинности, доброкачественности лекарственных средств

Таблица 1. Методы анализа лекарственных веществ

Название метода	Подлинность лекарственных средств	Количественный анализ лекарственных веществ	Другие показатели качества лекарственных средств
Спектральные методы анализа			
Спектрометрия БИК	+ (экспресс)		+
Спектрометрия ИК	+		+
Спектрофотометрия в видимой и УФ-области	+	+	+
Атомно-эмиссионная спектрометрия			+
Атомно-абсорбционная спектрометрия			+
Флуориметрия		+	+
Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	+	+	+
Масс-спектрометрия	+	+	
Рамановская спектрометрия	+ (экспресс)		
Рентгенофлуоресцентная спектрометрия	+	+	
Рентгеновская порошковая дифракция	+	+	
Электрохимические методы анализа			
Ионометрия		+	+
Кондуктометрия	+	+	
Электрофорез	+		+
Капиллярный электрофорез	+		+
Электрофорез в полиакриламидном геле	+		+
Косвенная амперометрия		+	+ (метод Фишера)
Косвенная потенциометрия		+	
Хроматографические методы анализа (хроматография)			
Бумажная	+		+
Тонкослойная	+		+
Газовая	+	+	+
Высокоэффективная жидкостная	+	+	+
Сверхкритическая флюидная	+	+	+
Эксклюзионная	+	+	+
Ионообменная	+	+	+
Аффинная	+	+	+

и количественного анализа фармацевтических субстанций.

Студенты-провизоры изучают множество химических дисциплин, среди которых немаловажную роль играет аналитическая химия.

Аналитическая химия для студентов-провизоров

Учебный курс аналитической химии для студентов фармацевтической специальности ФФМ МГУ им. М. В. Ломоносова был подготовлен в соответствии с программой, рекомендованной Министерством здравоохранения России для фармацевтических вузов и факультетов в 2000 году. Дисциплина «аналитическая химия» относится к базовой части учебного плана подготовки специалиста и изучается студентами-провизорами на втором курсе в течение двух семестров. Календарный план курса включает в себя лекции, семинары и лабораторные занятия. К промежуточным формам аттестации относятся коллоквиумы, контрольные работы, домашние задания, тестовые опросы. В конце третьего и четвертого семестров предусмотрены зачет и письменный экзамен соответственно. Общий объем дисциплины составляет 12 зачетных единиц^{*}, в том числе 259 академических часов, отведенных на контактную работу студентов, и 173 академических часа – на самостоятельную работу.

Главные цели изучения аналитической химии студентами-провизорами – приобретение фундаментальных знаний по этой дисциплине, а также освоение химических и инструментальных методов анализа, получивших наиболее широкое распространение в фармацевтической практике. Для достижения высокой квалификации необходимо изучить общие принципы качественного химического анализа основных классов неорганических и органических веществ и лекарственных препаратов разных фармакологических групп; проработать теоретические основы и освоить на практике классические химические (гравиметрию, титриметрию) и инструментальные (физические и физико-химические: спектроскопические, электрохимические и хроматографические) методы количественного анализа; познакомиться с основами методов разделения, концентрирования веществ и научиться использовать их в практике фармацевтического анализа.

Важной особенностью и преимуществом курса является ориентация практических и теоретических

заданий на будущую профессиональную деятельность студентов-провизоров – применение изучаемых методов для решения фармацевтических задач. Большинство лабораторных работ посвящено анализу лекарственных препаратов химическими или инструментальными методами [3].

В течение почти двух месяцев с начала учебного года студенты активно занимаются качественным анализом, проводят множество Фармакопейных реакций обнаружения катионов и анионов, систематический и дробный качественный анализ конкретных фармацевтических препаратов в виде различных лекарственных форм (растворов, сиропов, эмульсий, суспензий, кремов, мазей, таблеток, драже и др.). Наиболее распространены для анализа в учебных целях препараты, содержащие неорганические компоненты: «Маалокс», «Ферроплекс», «Де-Нол», «Фосфалюгель», «Алмагель», цинковые мази и глазные капли, кардиопрепараты и т. п.

Следующий блок лабораторных работ посвящен количественному анализу препаратов классическими химическими методами – титриметрическим и гравиметрическим. Этим методам уделяется очень большое внимание в практикуме по аналитической химии со студентами-провизорами, поскольку они относятся к фармакопейным. Оба метода применяются для контроля качества лекарственных препаратов и лекарственного растительного сырья. В практикуме в равной степени представлены все четыре группы титриметрических методов. В качестве примеров можно привести кислотно-основное титрование аскорбиновой кислоты, комплексометрическое титрование висмута в препарате «Де-Нол», осадительное титрование сульфата магния в инъекционном растворе методом бариметрии, перманганатометрическое определение пероксида водорода в гидроперите и др.

Большую часть четвертого семестра студенты выполняют практикум по инструментальным методам анализа. Среди всего многообразия аналитических методов особое внимание уделено спектральным, электрохимическим и хроматографическим. Лабораторные работы по этим группам методов также ориентированы на фармацевтическую практику: спектрофотометрическое определение дибазола и папаверина при совместном присутствии способом Фирордта, контроль качества таблеток аспирина и разделение аминокислот методом тонкослойной хроматографии, ионометрическое определение фторида в противокариесных препаратах и др. В самое ближайшее время в практикум по аналитической химии планируется ввести ряд новых актуальных фармацевтических задач, среди

* Зачетная единица – единица измерения трудоемкости учебной работы, составляет 36 ч. – Прим. ред.

которых амперометрическое титрование цинка в препаратах; спектрофотометрическое определение парацетамола и кофеина в цитрамоне способом Фирордта; разделение водорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии и др.

Внедрение повседневных профессиональных задач в практикум обеспечивает более высокую эффективность обучения и повышает интерес к аналитической химии, позволяя студентам понять, как изучаемая ими научная дисциплина может понадобиться в дальнейшей работе [3].

Письменный экзамен

В конце учебного года студента ждет письменный экзамен. Экзаменационный билет посвящен конкретному неорганическому соединению, как правило соли. В него входят вопросы как теоретического, так и расчетного характера, а также элементы практических навыков (идентификация веществ по цвету, запаху, название химической посуды и т. д.) [4]. Билет состоит из шести блоков: характеристика соединения; реакции обнаружения ионов; расчетные задачи по химическому равновесию; задачи по химическим методам количественного анализа; задачи по инструментальным (физико-химическим) методам количественного анализа; общие практические вопросы. Все задания так или иначе связаны с химическим соединением, которому посвящен экзаменационный билет. Такой подход позволяет систематизировать полученные студентом знания, осознать возможность их применения для решения конкретных реальных задач.

О рейтинге

Для оценки знаний студентов в течение учебного года используется рейтинговая система. На протяжении последних лет она постоянно совершенствуется. Оценивается абсолютно каждая позиция календарного плана: качество выполнения и оформления всех лабораторных работ, коллоквиумы, рубежные контрольные работы, домашние задания. Для получения оценки «отлично» студенту необходимо получить не менее 90% от максимального числа баллов, для получения оценки «хорошо» – не менее 80%.

При выставлении итоговой оценки принимается во внимание не только балл за экзамен, но и работа студента в семестре, то есть суммарный рейтинг. Оценки «отлично», «хорошо» и «удовлетворительно» выставляются студентам, набравшим не менее 85, 70 и 55% от максимального балла суммарного рейтинга соответственно. Студент, набравший

на экзамене менее 60 баллов и/или менее 55% от общего рейтинга, получает оценку «неудовлетворительно».

На данный момент рейтинговая система достаточно адекватно отражает истинные знания студентов, но, тем не менее, продолжает совершенствоваться. Апробирован альтернативный рейтинг, в основе которого лежит статистическая обработка оценок, выставленных по пятибалльной шкале, по всем позициям учебной программы дисциплины. Новый рейтинг более «прозрачен», позволяет наиболее объективно подойти к оценке знаний студентов. Работа над модифицированием рейтинговой системы продолжается.

Научно-исследовательская деятельность студентов

Программа по аналитической химии на факультете фундаментальной медицины имеет научно-исследовательскую направленность. Студенты старших курсов нередко выбирают аналитические лаборатории для выполнения курсовых, дипломных, а также аспирантских работ. В частности, в 2013–2015 годах студенты-провизоры с успехом защитили дипломные проекты, выполненные на кафедре аналитической химии. Среди них:

- определение микроэлементов в биологических жидкостях и фармацевтических препаратах методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой [5];
- сорбционно-рентгенофлуоресцентное и атомно-эмиссионное определение микроэлементов в растительном лекарственном сырье и витаминно-минеральных комплексах [6];
- цветометрическое и косвенное рентгенофлуоресцентное определение фармпрепаратов с использованием пенополиуретановых сорбентов [7, 8].

В 2020 году выпускник ФФМ МГУ защитил выполненную на кафедре аналитической химии диссертацию на соискание ученой степени кандидата фармацевтических наук на тему «Идентификация и определение действующих веществ в лекарственных средствах методом цифровой цветометрии». Научная работа, посвященная разработке новых и совершенствованию уже существующих методов анализа лекарственных средств и фармацевтических препаратов, продолжается и по сей день. Результаты работ публикуются в ведущих российских и зарубежных журналах [9–12].

Надо отметить, что результаты научных исследований постепенно внедряются в образовательный процесс. Предложенные в диссертационной

работе подходы, посвященные мультисенсорному цветометрическому анализу для идентификации действующих веществ в препаратах, применяются в практикуме по химическому качественному анализу и активно используются студентами-провизорами. Разработанные технически простые и дешевые устройства для спектрометрического анализа задействованы в работах по фотометрическому определению ацетилсалициловой кислоты в препарате «Кардиомагнил» и флуориметрическому определению рибофлавина мононуклеотида в инъекционном растворе и т. п. [13]. Таким образом, новый тренд заключается в неразрывной связи научной работы обучающихся по специальности «фармация» студентов и аспирантов с образовательным процессом.

Заключение

Что нового сделано за последние три-четыре года в преподавании аналитической химии студентам-фармацевтам?

1. В образовательный процесс (прежде всего, в практикум) внедрены новые аналитические разработки, установки и методики, созданные в рамках научно-исследовательских работ (курсовых, дипломных, аспирантских) студентами-провизорами и соискателями ученой степени кандидата фармацевтических наук.
2. Внесены изменения в рейтинговую систему, направленные на более эффективную оценку знаний студентов.
3. На базе практикума студенты проводят анализ лекарственных препаратов различными методами (как химическими, так и инструментальными) с дальнейшей обработкой и сравнением полученных результатов.
4. Разработаны новые курсы, направленные на специализированное изучение физико-химических методов, широко применяемых в фармацевтическом анализе.

В ближайшие годы планируется дальнейшее совершенствование учебной программы по аналитической химии для студентов-провизоров. Основные изменения, на наш взгляд, должны коснуться практикума: речь идет о внедрении новых лабораторных работ (прежде всего, за счет использования разнообразных фармацевтических объектов анализа), позволяющих оценить значение химии в контроле качества лекарств. Это приведет к росту интереса студентов к курсу аналитической химии. В процессе выполнения лабораторной работы студент должен будет решить пусть небольшую, но реальную

химико-фармацевтическую аналитическую задачу, что позволит ему приблизиться к профессии уже с младших курсов университета. При этом следует принимать во внимание ведущую роль Фармакопеи, строгость и документальность фармакопейных методик. Однако не нужно забывать о том, что прежде чем попасть в Фармакопею, методики были кем-то разработаны, апробированы и аттестованы. Вполне возможно, что одним из авторов очередной из них в новом издании Фармакопеи станет выпускник (или даже студент) ФФМ МГУ.

Литература

1. ВАК 14.04.02. Фармацевтическая химия, фармакогнозия. URL: <https://teacode.com/online/vak/p14-04-02.html>. [Дата доступа 21.10.2021].
2. Государственная Фармакопея Российской Федерации. XIV издание. 2018.
3. **Моногарова О. В.** Комплексный подход к обучению аналитической химии студентов фармацевтической специальности. *Журнал аналитической химии*. 2018;73(10):793-796.
4. **Мугинова С. В., Филатова Д. Г., Ланская С. Ю.** Методические разработки по аналитической химии для студентов II курса факультета фундаментальной медицины. Часть II. М., 2009. 151 с.
5. **Большов М. А., Серёгина И. Ф., Успенская Е. В., Титорович О. В., Сыроешкин А. В., Максимова Т. В., Плетенева Т. В.** Современные подходы к определению содержания примесных элементов в фармацевтических субстанциях методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. *Судебно-медицинская экспертиза*. 2015;58(6):31-33.
6. **Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В., Чапленко С. А.** Определение микроэлементов в витаминно-минеральных комплексах и лекарственном растительном сырье рентгенофлуоресцентным методом с использованием диазотированных пенополиуретановых сорбентов. *Микроэлементы в медицине*. 2016;17(1):30-37.
7. **Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В., Чапленко С. А.** Сорбционно-цветометрическое определение действующих веществ в лекарственной субстанции тетрациклина гидрохлорида и в растворе для инъекций цианокобаламина. *Разработка и регистрация лекарственных средств*. 2016;3:134-137.
8. **Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В., Чапленко С. А.** Цветометрическое и косвенное рентгенофлуоресцентное определение действующих веществ с использованием химически модифицированных пенополиуретановых сорбентов. *Химико-фармацевтический журнал*. 2017;51(8):55-59.
9. **Oskolok K. V., Shults E. V., Monogarova O. V., Chaplenko A. A.** Optical molecular analysis using office flatbed photo scanner: New approaches and solutions. *Talanta*. 2018;178:377-383.
10. **Monogarova O. V., Chaplenko A. A., Oskolok K. V.** Multisensory digital colorimetry to identify and determination of active substances in drugs. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. 2019; 299. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2019.126909> <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925400519311086>
11. **Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В.** Идентификация и определение левомицетина в лекарственных препаратах методом мультисенсорной цифровой цветометрии. *Вестник Московского университета. Серия 2: Химия*. 2020;61(1):3-10.
12. **Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В.** Мультисенсорный цветометрический анализ препаратов дидрогестерона, троксерутина и адеметионина с использованием штрих-кодов. *Фармация и фармакология*. 2021;9(1):64-72.
13. **Oskolok K. V., Monogarova O. V., Garmay A. V.** Molecular optical analyzers based on smartphones for high school and universities. *Journal of Chemical Education*. 2021;9(6):1937-1945.

References

1. VAK 14.04.02. Pharmaceutical Chemistry, Pharmacognosy. URL: <https://teacode.com/online/vak/p14-04-02.html>. [Accessed 21.10.2021].
2. State Pharmacopoeia of the Russian Federation. XIV edition. 2018.
3. Monogarova O. V. An Integrated Approach to Teaching Analytical Chemistry to Pharmaceutical Students. *Zhurnal Analiticheskoi Khimii – Journal of Analytical Chemistry*. 2018;73(10):793–796. (in Russ.)
4. Muginova S. V., Filatova D. G., Lanskaya S. Yu. *Methodological Developments in Analytical Chemistry for Second-Year Students of the Faculty of Fundamental Medicine. Part II*. Moscow Publ., 2009. 151 p. (in Russ.)
5. Bolshov M. A., Seregina I. F., Uspenskaya E. V., Titorovich O. V., Syroeshkin A. V., Maksimova T. V., Pleteneva T. V. Modern Approaches to the Determination of the Content of Impurity Elements in Pharmaceutical Substances by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Sudebno-Meditsinskaya Ekspertiza – Forensic Medical Expertise*. 2015;58(6):31–33. (in Russ.)
6. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V., Chaplenko S. A. Determination of Trace Elements in Vitamin-Mineral Complexes and Medicinal Plant Raw Materials by X-Ray Fluorescence Method Using Diazotized Polyurethane Foam Sorbents. *Mikroelementy v Medicine – Trace Elements in Medicine*. 2016;17(1):30–37. (in Russ.)
7. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V., Chaplenko S. A. Sorption-Colorimetric Determination of Active Substances in the Drug Substance Tetracycline Hydrochloride and in the Solution for Injection of Cyanocobalamin. *Razrabotka i Registraciya Lekarstvennykh Sredstv – Development and Registration of Medicines*. 2016;3:134–137. (in Russ.)
8. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V., Chaplenko S. A. Colorimetric and Indirect X-Ray Fluorescence Determination of Active Substances Using Chemically Modified Polyurethane Foam Sorbents. *Khimiko-Farmaceuticheskii Zhurnal – Pharmaceutical Chemistry Journal*. 2017;51(8): 55–59. (in Russ.)
9. Oskolok K. V., Shults E. V., Monogarova O. V., Chaplenko A. A. Optical Molecular Analysis Using Office Flatbed Photo Scanner: New Approaches and Solutions. *Talanta*. 2018;178:377–383.
10. Monogarova O. V., Chaplenko A. A., Oskolok K. V. Multisensory Digital Colorimetry to Identify and Determination of Active Substances in Drugs. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. 2019;299. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2019.126909>
11. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V. Identification and Determination of Chloramphenicol in Medicinal Products by Multisensor Digital Colorimetry. *Vestnik Moskovskogo Universiteta. Seriya 2: Khimiya – Moscow University Bulletin. Series 2: Chemistry*. 2020;61(1):3–10. (in Russ.)
12. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V. Multisensor Colorimetric Analysis of Dydrogesterone, Troxerutin and Ademetonine Preparations Using Barcodes. *Farmaciya i Farmakologiya – Pharmacy and Pharmacology*. 2021;9(1):64–72. (in Russ.)
13. Oskolok K. V., Monogarova O. V., Garmay A. V. Molecular Optical Analyzers Based on Smartphones for High School and Universities. *Journal of Chemical Education*. 2021;9(6):1937–1945.

Статья поступила в редакцию 27.09.2021
Принята к публикации 30.10.2021

КНИГИ ИЗДАТЕЛЬСТВА «ТЕХНОСФЕРА»



ВВЕДЕНИЕ В СОВРЕМЕННУЮ ЖИДКОСТНУЮ ХРОМАТОГРАФИЮ

Ллойд Р. Снайдер, Джозеф Дж. Кирклэнд, Джон У. Долан

М.: ТЕХНОСФЕРА, 2020. –
960 с. + 17 стр. цв. вкл.
ISBN 978-5-94836-600-5

Цена 2200 руб.

Это третье издание книги «Введение в современную жидкостную хроматографию» – на сегодняшний день одно из самых популярных в мире справочных руководств по современной жидкостной хроматографии. Это и учебник, и справочник, и даже энциклопедия по всем (или почти по всем) вопросам, связанным с ВЭЖХ.

В книге освещено огромное количество вопросов, связанных с теорией хроматографии, современным оборудованием ВЭЖХ, методами детектирования и устройством детекторов, подробно рассмотрены теоретические и практические аспекты выбора неподвижных и подвижных фаз. Особое внимание уделено обращенно-фазовой, нормально-фазовой, гель-проникающей, гидрофобной, гидрофильной и другим видам хроматографии.

Книга предназначена для широкого круга специалистов, имеющих дело с современной жидкостной хроматографией. Она будет полезна как тем, кто только начинает знакомиться с жидкостной хроматографией, так и специалистам, уже имеющим опыт работы в этой области.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

✉ 125319, Москва, а/я 91; ☎ +7 495 234-0110; 📠 +7 495 956-3346; knigi@technosphaera.ru, sales@technosphaera.ru



КОМПОЗИТ-ЭКСПО

Четырнадцатая международная специализированная выставка

29 - 31 марта 2022

Россия, Москва,
ЦВК «Экспоцентр», павильон 1



Основные разделы выставки:

- Сырье для производства композитных материалов, компоненты: смолы, добавки, термопластики, углеродное волокно и т.д.
- Наполнители и модификаторы
- Стеклопластик, углепластик, графитопластик, базальтопластик, базальтовые волокна, древесно-полимерный композит (ДПК) и т.д.
- Полуфабрикаты (препреги)
- Промышленные (готовые) изделия из композитных материалов
- Технологии производства композитных материалов со специальными и заданными свойствами
- Оборудование и технологическая оснастка для производства композитных материалов
- Инструмент для обработки композитных материалов
- Измерительное и испытательное оборудование
- Сертификация, технический регламент
- Компьютерное моделирование
- Утилизация



выставка
участник
системы



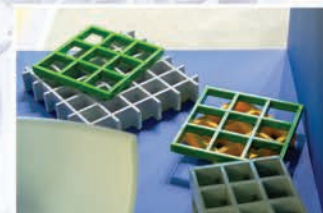
независимый
выставочный
аудит

Параллельно проводится выставка:



ПОЛИУРЕТАНЭКС

Тринадцатая международная специализированная выставка
www.polyurethanex.com



Специальный
раздел:
**КЛЕИ И
ГЕРМЕТИКИ**

Информационная поддержка:



Дирекция:

Выставочная Компания «Мир-Экспо»
115230, Россия, Москва, Хлебозаводский проезд,
дом 7, строение 10, офис 507 | Тел.: 8 495 988-1620
E-mail: info@composite-expo.ru | Сайт: www.composite-expo.ru



[youtube.com/user/compoexorussia](https://www.youtube.com/user/compoexorussia)



[@compoexorpus](https://twitter.com/compoexorpus)



[@ocompo](https://www.t.me/ocompo)

Организаторы:



Статьи и материалы, опубликованные в журнале «Аналитика» в 2021 году

Аккредитация лабораторий

И. В. Болдырев, Т. Я. Селиванова

Особенности определения качественных свойств.

ТРЕБОВАНИЯ К ЛАБОРАТОРИЯМ № 2, с. 130

А. П. ЗРЕЛОВ

О современных особенностях признания

аккредитованных лабораторий в Российской Федерации № 3, с. 230

В. И. ШЕВЕЛЕВА

Особенности новой редакции международного

стандарта по терминам и определениям в области оценки

соответствия ISO / IEC 17000:2020 № 4, с. 290

Аналитика веществ и материалов

К. С. Сычев, Е. А. Окунская, И. А. Галушко,

В. В. Орловский

Применение поверхностно-пористых ВЭЖХ-колонок

для проведения рутинных анализов на стандартном

ВЭЖХ-оборудовании № 1, с. 24

Б. Л. Мильман, Н. В. Луговкина, И. К. Журкович

Передовые исследования в химии. 2012–2020 годы № 5, с. 402

Аналитические методы и приборы

О. В. Родинков

Современные тенденции развития парофазного

газохроматографического анализа № 1, с. 30

Н. П. Бобырь, И. Г. Лесина, А. А. Семенов, А. С. Аникин,

Н. Е. Забирова, А. В. Лизунов, А. С. Крюкова,

А. Н. Букин, Е. В. Козлова

Исследование распределения трития в конструкционных

и функциональных материалах методом

радиолюминографии № 1, с. 40

Н. Н. Герасименко

Количественное определение содержания бора в стеклах

с помощью волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного

спектрометра № 1, с. 46

С. Н. Степанов, А. В. Петров, С. С. Степанов

Разработка компаратора ПКМ-100 № 1, с. 50

К. С. Сычев, Е. А. Окунская, И. А. Галушко

Применение изократической ВЭЖХ в обращенно-фазовом

и гидрофильном режимах для группового определения

антибиотиков различных классов № 2, с. 136

СИСТЕМА для получения чистой и ультрачистой воды

AQUINITY² E35 / 70 № 2, с. 142

«КАРУСЕЛЬ» – новая приставка фирмы «СИМЕКС» с автоматической

подачей образцов при регистрации спектров пропускания

на ИК-ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРАХ ФТ-801 / 803 № 2, с. 144

Н. Н. Герасименко

Количественный фазовый анализ материалов

цементного производства № 2, с. 146

РОССИЙСКИЕ СПЕКТРОМЕТРЫ для контроля состава

металлов и сплавов № 2, с. 150

КОМПАНИЯ «ИННОФОРЛАБ» – КОМПЕТЕНТНОСТЬ, КАЧЕСТВО,

НАДЕЖНОСТЬ ПЕРЕДОВЫХ НЕМЕЦКИХ ТЕХНОЛОГИЙ № 2, с. 152

А. Г. Талибова, В. С. Файнберг, М. Г. Ганин,

О. В. Федосеев, С. С. Мозговая, С. В. Овчинников

Применение изотопной масс-спектрометрии для выявления

фактов фальсификации и определения места происхождения

продуктов пчеловодства № 3, с. 202

А. А. Семенов, А. В. Лизунов, А. В. Глебов,

Ф. В. Макаров, Л. А. Карпюк

Перспективы использования нитрида кремния,

модифицированного изотопом азот-15 высокого обогащения,

при изготовлении оболочек ТВЭЛов № 3, с. 208

Анализ оксидных порошковых материалов, подготовленных

методом сплавления с флюсом, на волнодисперсионном

рентгенофлуоресцентном спектрометре № 3, с. 218

А. В. Астахов

Определение соединений хлора в нефтепродуктах № 3, с. 224

Определение содержания FeO в агломерате железной руды

с помощью многоканального рентгенофлуоресцентного

спектрометра с дополнительным дифракционным каналом ... № 4, с. 304

ТРЕХКВАДРУПОЛЬНЫЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТР AGILENT 6470B – LAUREAT SCIENTISTS' CHOICE AWARDS 2020 № 4, с. 308	АНАЛИЗАТОР АМИНОКИСЛОТ ARACUS № 7, с. 480
IONUS – ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗАТОР ИОНОВ № 4, с. 310	АНАЛИЗ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ОРГАНИЧЕСКОГО ПОРОШКОВОГО МАТЕРИАЛА С ПОМОЩЬЮ ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ № 7, с. 484
А. Я. Яшин, Я. И. Яшин, В. В. Родченкова ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ. КРАТКИЙ ОБЗОР № 4, с. 316	Д-р Маркус Шубнель ПОЛИМОРФИЗМ ТРИСТЕАРИНА № 7, с. 486
М. М. Мухина, Ю. В. Крылова 50 ЛЕТ С МОМЕНТА ВЫПУСКА ПЕРВОГО АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА AAS 1 В ЙЕНЕ № 5, с. 354	Выставки и конференции А. С. Авиллов, А. Л. Васильев РКЭМ 2020 – 28-я РОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ – ПЛОЩАДКА ДЛЯ ОБМЕНА ОПЫТОМ, ИДЕЯМИ И НАУЧНЫМИ ДОСТИЖЕНИЯМИ № 1, с. 54
А. В. Пучков КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ПОЛИМОРФНЫХ ПРИМЕСЕЙ В ЛЕКАРСТВЕННОЙ СУБСТАНЦИИ НА НАСТОЛЬНОМ РЕНТГЕНОВСКОМ ДИФРАКТОМЕТРЕ № 5, с. 358	О. А. Лаврентьева, Е. Н. Покатаева, В. В. Родченкова «АНАЛИТИКА ЭКСПО»: ПАРАД ИННОВАЦИЙ № 3, с. 180
Н. Г. Терентьева, С. А. Тогушаков, Е. И. Резван, В. А. Терешин ОПРЕДЕЛЕНИЕ УРАНА, ПЛУТОНИЯ, НЕПТУНИЯ И АМЕРИЦИЯ В РАСТВОРАХ-ИМИТАТОРАХ ОТРАБОТАВШЕГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С АЗОТНОЙ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ № 5, с. 362	Т. А. Петрова ВСЕРОССИЙСКИЙ ОТРАСЛЕВОЙ КОНКУРС РОССИЙСКОГО СОЮЗА ХИМИКОВ «5 ЗВЕЗД. ЛИДЕРЫ ХИМИЧЕСКОЙ ОТРАСЛИ – 2021» № 4, с. 280
А. Я. Яшин МЕТОДОЛОГИЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИОКСИДАНТНОЙ АКТИВНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ № 5, с. 370	3-я МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ ПО КРИОЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ RICSEM 2021 № 4, с. 282
РОССИЙСКИЕ СПЕКТРОМЕТРЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОСТАВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ № 5, с. 386	А. И. Сапрыкин, А. Р. Цыганкова ХРОНИКА XI ВСЕРОССИЙСКОЙ НАУЧНОЙ КОНФЕРЕНЦИИ И ШКОЛЫ «АНАЛИТИКА СИБИРИ И ДАЛЬНЕГО ВОСТОКА», ПОСВЯЩЕННОЙ 100ЛЕТИЮ СО ДНЯ РОЖДЕНИЯ И. Г. ЮДЕЛЕВИЧА № 5, с. 390
А. Р. Цыганкова ЭФФЕКТИВНЫЕ СПОСОБЫ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРИ ПРОБОПОДГОТОВКЕ В СПЕКТРАЛЬНОМ АНАЛИЗЕ ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ № 7, с. 450	Д. В. Фалкин ИТОГИ I ВСЕРОССИЙСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ «АККРЕДИТАЦИЯ. КОМПЕТЕНТНОСТЬ – 2021. ДИАЛОГ ЭКСПЕРТОВ И АККРЕДИТОВАННЫХ ЛИЦ» № 5, с. 392
А. Ю. Колеснов, С. Р. Цимбалаев, Ф. Х. Ламердонова ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА ВИНОДЕЛЬЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ: СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ № 7, с. 458	А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева, В. В. Родченкова НОВЫЙ МОСКОВСКИЙ ОФИС «САРТОРИУС РУС» РАСПАХНУЛ ДВЕРИ ДЛЯ ПАРТНЕРОВ И КЛИЕНТОВ № 7, с. 436
М. И. Мельник НОВЫЙ ПОДХОД К ПОВЫШЕНИЮ ТОЧНОСТИ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА МЕТОДОМ ОПТИКО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ № 7, с. 466	Е. В. Рыбакова ПЕРВЫЙ ВСЕРОССИЙСКИЙ СИМПОЗИУМ И ШКОЛА-КОНФЕРЕНЦИЯ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ «ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫХ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ» № 7, с. 442
А. М. Сафиулина, А. А. Семенов, А. В. Лизунов, Н. Е. Борисова, Т. В. Макарова, Г. А. Шарадзе ИЗВЛЕЧЕНИЕ, ОЧИСТКА И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ПАЛЛАДИЯ ИЗ НОВЫХ СЫРЬЕВЫХ ИСТОЧНИКОВ НА ОСНОВЕ ОТРАБОТАВШЕГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА № 7, с. 472	ВТОРАЯ ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ «АККРЕДИТАЦИЯ. КОМПЕТЕНТНОСТЬ – 2021» № 7, с. 448
	Календарь событий № 2, с. 170; № 3, с. 250; № 4, с. 330; № 5, с. 410

Метрология химического анализа

Ю. В. Грачёва

НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ КАЛИБРОВКЕ
ЛАБОРАТОРНЫХ ДОЗИРУЮЩИХ УСТРОЙСТВ № 2, с. 154

М. В. Кравчик, И. А. Новиков

ПРОБЛЕМЫ КЛАССИФИКАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
В БИОМЕДИЦИНСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ № 3, с. 234

К. С. Сычев, Е. А. Окунская

ПРОБЛЕМАТИКА КОРРЕКТНОЙ ПРОВЕРКИ ПРИГОДНОСТИ
И ОЦЕНКИ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ
ВЭЖХ-МЕТОДИК № 4, с. 294

Е. А. Новиков

ТАК ЧТО ЖЕ ТАКОЕ «СРЕДСТВО ИЗМЕРЕНИЙ»? № 5, с. 396

Мнение

В. Б. Артаев

ЧЕМ СЛОЖНЕЕ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЗАДАЧА, ТЕМ ЯРЧЕ ПРОЯВЛЯЮТСЯ
УНИКАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАШИХ ПРИБОРОВ № 1, с. 8

Е. В. Шохин

В КОМПАНИИ SARTORIUS РАБОТАЮТ ТОЛЬКО ОПТИМИСТЫ!
ОПЫТ ПРАКТИЧЕСКОГО СТРЕСС-МЕНЕДЖМЕНТА
В УСЛОВИЯХ ПАНДЕМИИ № 2, с. 94

Е. А. Каменщиков

БИЗНЕС РАЗВИВАЕТСЯ, КОГДА В КОМПАНИИ РАБОТАТЬ ИНТЕРЕСНО ... № 2, с. 102

А. Г. Муравьёв

НАУКОЕМКИЙ БИЗНЕС ОТВЕЧАЕТ НА ЗАПРОСЫ СЕГОДНЯШНЕГО ДНЯ ... № 2, с. 110

А. А. Макаров

ЛОВУШКА ORBITRAP КАК ФУНДАМЕНТ ДЛЯ СОЗДАНИЯ
НОВЫХ МЕТОДОВ И ТЕХНОЛОГИЙ № 4, с. 260

Сунг-Бин Джу

НАША СТРАТЕГИЯ – РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО ВЫСОКОТОЧНОГО
СПЕКТРАЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ С ОПТИМАЛЬНЫМИ
ХАРАКТЕРИСТИКАМИ № 4, с. 270

В. П. Иванов

СОЮЗ ПРОФЕССИОНАЛОВ ВО ГЛАВЕ ЛОКОМОТИВА
ОТЕЧЕСТВЕННОЙ ЭКОНОМИКИ № 5, с. 340

Л. А. Карпюк

МАСШТАБНЫЕ ПРОГРАММЫ РАЗВИТИЯ ПРИЗВАНЫ РЕШАТЬ
ЗАДАЧИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ЛИДЕРСТВА № 7, с. 422

Новости

ХИМИЯ В ФОКУСЕ. АНОНСЫ СВЕЖИХ ПУБЛИКАЦИЙ
ИЗ ИНФОРМАЦИОННОГО БЮЛЛЕТЕНЯ РОССИЙСКОГО ХИМИЧЕСКОГО
ОБЩЕСТВА ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА № 7, с. 428

Подготовка кадров

О. В. Моногарова, Е. И. Каленикова

ПРЕПОДАВАНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ СТУДЕНТАМ
ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ СПЕЦИАЛЬНОСТИ ФАКУЛЬТЕТА
ФУНДАМЕНТАЛЬНОЙ МЕДИЦИНЫ МГУ ИМ. М. В. ЛОМОНОСОВА № 7, с. 492

Современная лаборатория

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева

КАФЕДРА ФИЗИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ НИТУ «МИСиС»:
НАША СТРАТЕГИЯ – ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ НАУКИ И ВЫСОКИХ
ТЕХНОЛОГИЙ № 1, с. 16

ЛАБОРАТОРНАЯ МЕБЕЛЬ WESEMANN –

УДОБСТВО, КАЧЕСТВО И БЕЗОПАСНОСТЬ № 4, с. 300

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева

БУДУЩЕЕ ТЕХНОЛОГИЙ ВЫСОКОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ
В НАДЕЖНЫХ РУКАХ ПРОФЕССИОНАЛОВ № 5, с. 348

Страницы истории

В. В. Родченкова

ЗВЕЗДЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ.
АРНОЛЬД О. БЕКМАН № 1, с. 70

Е. И. Матиевская, Е. А. Баум

ПРОЕКТ ХИМИЧЕСКОГО ФАКУЛЬТЕТА МГУ ИМ. М. В. ЛОМОНОСОВА
И ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО МУЗЕЯ. ИЗ ИСТОРИИ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ 1940-х – НАЧАЛА 1970-х ГОДОВ.
ЧАСТЬ 1 № 2, с. 160

Е. И. Матиевская, Е. А. Баум

ПРОЕКТ ХИМИЧЕСКОГО ФАКУЛЬТЕТА МГУ ИМ. М. В. ЛОМОНОСОВА
И ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО МУЗЕЯ. ИЗ ИСТОРИИ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ 1940-х – НАЧАЛА 1970-х ГОДОВ.
ЧАСТЬ 2 № 3, с. 240

В. В. Родченкова

ЗВЕЗДЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ. УОЛЛЕС ГЕНРИ
И ДЖОЗЕФ РИЧАРД КУЛЬТЕРЫ № 4, с. 324

Экспертная оценка

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ В РОССИИ.
ПРОБЛЕМЫ, АКТУАЛЬНЫЕ ЗАДАЧИ И НОВЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ № 2, с. 122

ДРУЗЬЯ ИЛИ СОПЕРНИКИ? СОВРЕМЕННЫЕ КОММУНИКАЦИИ,
ИХ РОЛЬ В РАЗВИТИИ НАУКИ И ПРОИЗВОДСТВА № 4, с. 276



**ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА»
ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:**



М. Отто

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

М.: ТЕХНОСФЕРА, 2021. — 656 с.
ISBN 978-5-94836-615-9

Цена 1600 руб.

Аналитическая химия, будучи наукой междисциплинарной, включает в себя множество разнообразных методов, использующих различные химические, физические, а в последнее время — и биологические явления.

В пятом издании известного учебника подробно рассмотрены современные методы математической обработки результатов химического анализа и наиболее актуальные проблемы аналитической химии — автоматизация анализа, анализ материалов, биологических объектов и объектов окружающей среды.

Автор учебника сумел изложить разнообразные методы анализа — от классических до самых современных — с единых позиций, основанных на представлении об аналитическом процессе как процедуре извлечения информации о веществе. Книга, безусловно, будет полезна студентам университетов, изучающим химию, и специалистам-химикам.

Как заказать наши книги?

По почте: 125319, Москва, а/я 91
По факсу: (495) 956-33-46
E-mail: knigi@technosphaera.ru
sales@technosphaera.ru

ИНФОРМАЦИЯ О НОВИНКАХ
www.technosphaera.ru

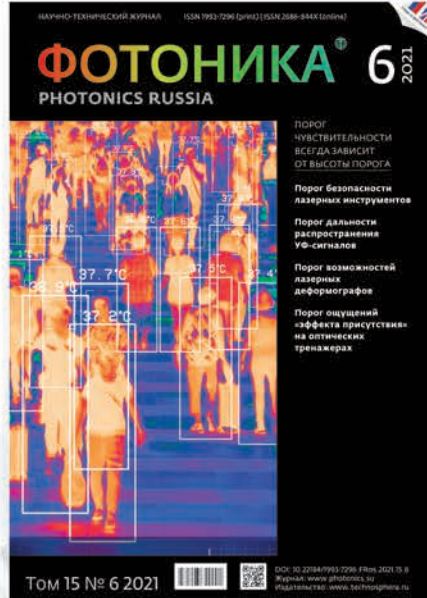


ТЕХНОСФЕРА
РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР

100% ГАРАНТИЯ
ПОЛУЧЕНИЯ ВСЕХ НОМЕРОВ



Стоимость 2200 р. за номер
Периодичность: 10 номеров в год
www.electronics.ru



Стоимость 1430 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.photonics.ru



Стоимость 1430 р. за номер
Периодичность: 6 номеров в год
www.j-analytics.ru

ПОДПИСКА НА ЖУРНАЛЫ

www.technosphere.ru



Стоимость 1056 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.lastmile.ru



Стоимость 1287 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.nanoindustry.ru



Стоимость 1716 р. за номер
Периодичность: 4 номера в год
www.stankoinstrument.ru

3 обл. Аналитика Экспо	
1	



JSM-IT800

Новый уровень интеллектуального управления микроскопов серии FE-SEM

НОВИНКА



ОБЕСПЕЧИВАЕТ НАИЛУЧШЕЕ
РАЗРЕШЕНИЕ В ЗАВИСИМОСТИ
ОТ МОДЕЛИ:

[SHL] – 0,5 нм при 15,0 кВ
[i] – 0,5 нм при 15,0 кВ
[is] – 0,6 нм при 15,0 кВ
[HL] – 0,7 нм при 20,0 кВ

www.jeolrus.com
www.jeol.co.jp/en