Методы и объекты химического анализа, 2006, т. 1, № 1, С. 27–34.

Подготовка проб в условиях микроволнового нагрева

И.В. Кубракова[1], Г.В. Мясоедова[1], С.А. Еремин[2], И.В. Плетнев[2],
О.Б. Моходоева[1], В.А. Морозова[2], К.С. Хачатрян[2]

[1] Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН,
119991 Россия, Москва, ул. Косыгина, 19, kubrakova@geokhi.ru, gvmyas@geokhi.ru,
[2]Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, химический факультет,
119992 Россия, Москва, Ленинские горы 1, eremin@enz.chem.msu.ru, pletnev@analyt.chem.msu.ru

Рассмотрены особенности протекания физико-химических процессов в растворах и гетерогенных системах под действием микроволнового излучения (МВИ) применительно к аналитическим операциям подготовки проб. На примере извлечения металлов платиновой группы комплексообразующими сорбентами, а также экстракции полиароматических углеводородов ионными жидкостями и хлорорганических пестицидов растворами спиртов исследованы возможности проведения сорбционного и экстракционного концентрирования под действием МВИ. Показана перспективность использования МВИ для создания аналитических схем, включающих стадию концентрирования и построенных по принципу total microwave sample preparation.

Микроволновое излучение (МВИ) в последние годы нашло широкое применение в различных областях химии и технологии: в комбинаторной и координационной химии, органическом синтезе, органическом и неорганическом анализе. Использование МВИ позволяет значительно повысить эффективность протекания различных процессов, поскольку обеспечивает сокращение времени получения целевого продукта и увеличивает его выход. Дополнительные возможности для использования МВИ создает разнообразие способов и приемов выполнения операций под действием излучения, а также широкий спектр коммерчески доступного специализированного оборудования [1–4].

Основным аналитическим приложением МВИ является подготовка проб, цель которой – получение заданного компонента в форме, удобной для определения, чаще всего растворенной. Наиболее полно исследованы процессы микроволнового разложения (растворения) объектов различной природы. Эти операции широко применяются в рутинном анализе. Сравнительно мало используется МВИ для концентрирования определяемых компонентов; вместе с тем эта стадия необходима при решении сложных аналитических задач даже при применении самых современных инструментальных методов. В данной работе особое внимание уделено исследованию возможностей МВИ для концентрирования и применению МВИ при разработке комбинированных методов анализа.

1. Особенности воздействия микроволнового излучения на растворы и гетерогенные системы

МВИ – один из видов неионизирующего электромагнитного излучения, частоты которого расположены между инфракрасной областью и радиочастотами в диапазоне 300–30 000 МГц. Для применения в промышленности, науке и медицине используется, главным образом, частота 2450 МГц. Механизм взаимодействия МВИ с веществом заключается в поглощении последним энергии электромагнитного излучения и рассеянии ее виде тепла. Хотя частота МВИ соответствует вращательному движению молекул, в конденсированном состоянии, где, в отличие от газовой фазы, свободное движение молекул отсутствует, поглощение энергии немедленно приводит к ее перераспределению между молекулами и гомогенному разогреву среды [5,6].

При воздействии МВИ на растворы передача энергии осуществляется по двум механизмам: за счет переориентации диполей растворителя и в результате перемещения в нем заряженных ионов растворенного вещества, т.е. посредством дипольного вращения и ионной проводимости. Влияние МВИ на химические превращения в растворах, структуру растворителя и состояние сольватированных ионов рассмотрено в работах [1,4]. Обсуждаются и специфические тепловые эффекты, обусловленные природой воздействия

© И.В. Кубракова, Г.В. Мясоедова, С.А. Еремин, И.В. Плетнев,
О.Б. Моходоева, В.А. Морозова, К.С. Хачатрян

МВИ на систему. В отличие от традиционного термического нагрева, микроволновый нагрев осуществляется равномерно по всему объему, вследствие чего температура раствора оказывается выше его окружения (стенок сосуда, газовой фазы над раствором и т.д.), и раствор может нагреться до температуры, превышающей температуру кипения при атмосферном давлении. Кроме того, в гетерогенных системах возможны термические эффекты на границе раздела фаз, обусловленные межфазной поляризацией. Неоднородность нагрева, связанная с различной способностью веществ поглощать энергию МВИ, приводит к нетривиальным результатам при объемном удалении воды, синтезе на твердых поверхностях, получении и использовании катализаторов [1,7]. Различие в способности исходных веществ и продуктов реакции поглощать энергию МВИ может послужить причиной возникновения автокаталитических реакций [8]. В реакциях органического синтеза непосредственное поглощение энергии промежуточным комплексом приводит к выходу продуктов реакции, значительно превышающему выход, достигаемый при той же объемной температуре в условиях термического нагрева [9].

Существенное влияние на протекание химических процессов и состав образующихся продуктов оказывает временной градиент нагрева, который для микроволнового нагрева значительно выше, чем для обычно используемого термического. В результате состав продуктов реакции для процессов, включающих конкурирующие (в том числе прямую и обратную) реакции, может быть различным.

В работах [4,10] рассмотрено протекание под действием МВИ некоторых аналитически важных химических реакций – гидролиза неорганических и органических соединений, комплексообразования ионов металлов с органическими реагентами, окисления органических веществ минеральными кислотами.

2. Операции микроволновой пробоподготовки

Подготовка проб может включать операции сушки, обжига, озоления, разложения (растворения), концентрирования. Несмотря на очевидные аналогии протекания химических реакций при термическом и микроволновом нагреве, в последнем случае удается достигать значительных дополнительных эффектов за счет специфики разогрева под действием излучения. Вопросам развития методов микроволновой пробоподготовки посвящено множество статей, монографии [1,6] и обзоры [4,11–16].

При проведении сушки благодаря непосредственному поглощению энергии излучения водой, находящейся в порах высушиваемого вещества, ее нагрев и испарение происходит значительно быстрее, чем в обычных условиях. По мере удаления влаги разогрев вещества уменьшается, и температура образца падает. Использование МВИ для сушки рассмотрено в работе [17].

При проведении обжига и сплавления непосредственное воздействие МВИ на анализируемое вещество отсутствует, а разогрев образца происходит от стенок печи, изготовленных из карбида кремния и быстро нагревающихся до 1200°С за счет сильного поглощения энергии излучения этим материалом. При этом уменьшается время разогрева муфеля и его экономичность; продолжительность обжига сокращается также за счет принудительной конвекции.

Одно из основных применений микроволновых систем в анализе – разложение образцов, разнообразных по составу и происхождению. Приемы и методы микроволнового разложения обобщены в монографиях и обзорах [4,13–16]. Основными причинами интенсификации микроволнового разложения являются: быстрота и равномерность нагрева реакционной смеси; превышение температуры кипения, соответствующей давлению в системе; локальные эффекты (нагрев растворителя в порах образца (например, почвы), приводящий к его разрушению, селективный нагрев компонентов гетерогенных систем; отражение излучения в приповерхностный слой раствора при разложении металлических образцов). Повышение температуры реакционной смеси при использовании закрытых систем позволяет исключить высококипящие кислоты. Заметно улучшаются и метрологические характеристики. Микроволновое разложение характеризуется высокой производительностью и экономичностью, гибкостью сочетания с концентрированием и инструментальным определением. Важным достоинством микроволновой подготовки является возможность использования МВИ на всех ее стадиях, взаимосвязанных и часто совмещенных друг с другом (total microwave sample preparation). Принципы выбора условий микроволнового разложения в зависимости от массы навески, скорости повышения температуры, объема реакционной смеси и общего объема сосуда подробно рассмотрены в монографии [1].

3. Микроволновое концентрирование

При анализе сложных объектов концентрирование часто является необходимой стадией пробоподготовки. Основная цель концентрирования при использовании современных инструментальных методов – отделение матрицы. Основные требования, предъявляемые к методам концентрирования, – полнота и быстрота извлечения определяемых компонентов.

Важнейшие методы выделения и разделения веществ, используемые в анализе, – сорбция и экстракция. Микроволновое сорбционное концентрирование применяется для извлечения из растворов ионов металлов комплексообразующими сорбентами; экстракционное – для извлечения органических веществ из почв, растительных материалов и других объектов. В первом случае воздействие МВИ обеспечивает лабилизацию кинетически инертных комплексов металлов, что повышает эффективность их сорбционного извлечения из растворов различного состава, во втором – ускоряет десорбцию в условиях высоких температур и увеличивает растворимость органических компонентов.

Особенности сорбционного извлечения благородных металлов комплексообразующими сорбентами под действием МВИ, а также принципы выбора растворителей для высокотемпературной микроволновой экстракции и примеры аналитических схем, построенных по принципу total microwave sample preparation, рассмотрены ниже.

3.1. Сорбционное концентрирование в комбинированных методах определения благородных металлов

Пример аналитической задачи, требующей использования предварительного концентрирования определяемых компонентов, является определение следовых количеств благородных металлов (БМ), необходимое как при поиске и оценке месторождений, так и при контроле технологических процессов и решении экологических задач. Трудность этой задачи заключается в определении низких (на уровне 10^{-7}–10^{-4}%) содержаний БМ, а также многообразии и сложности состава объектов, требующих многостадийной пробоподготовки [18,19].

Поскольку БМ являются активными комплексообразователями, для их концентрирования широко применяется концентрирование сорбцией на комплексообразующих сорбентах, характеризующихся высокой селективностью по отношению к БМ [19,20], например, сорбентами ряда ПОЛИОРГС с метилпиразольными группами, разработанными в ГЕОХИ РАН.

Несмотря на прочность образующихся комплексов, кинетика их образования часто слишком замедленна, что снижает полноту извлечения металлов и увеличивает время сорбции [19]. Поэтому даже для сорбционно-активных хлоридных комплексов обычно требуется длительное нагревание с сорбентом или использование лабилизирующих агентов, позволяющих получать более активные промежуточные соединения БМ. В качестве специфического лабилизирующего агента при комплексообразовании перспективно использование МВИ [4,10].

Ранее было показано, что эффективность сорбционного концентрирования комплексообразующими сорбентами значительно повышается в условиях микроволнового нагрева [21]. При этом МВИ воздействует как на комплексообразование БМ с функциональными группами сорбента, так и на диффузионные процессы в фазе сорбента. Нами установлено, что при концентрировании БМ мелкодисперсным сорбентом ПОЛИОРГС 4 с группами 3(5)-метилпиразола в условиях микроволнового нагрева существенно сокращается время концентрирования и повышается степень извлечения БМ, в том числе родия, иридия и рутения, образующих наиболее инертные комплексные соединения (рис. 1). При этом полное извлечение БМ достигается не только из солянокислых растворов, но и из азотнокислых сред, сорбция из которых ранее не исследовалась. В последнее время необходимость концентрирования БМ из азотнокислых растворов приобрела особую актуальность, например, при анализе растворов после разложения экологических, геохимических, биологических, фармакологических объектов с органической матрицей, а также растворов радиохимических производств.

МВИ позволяет существенно упростить последующую подготовку полученного после сорбции концентрата к определению. Определение БМ инструментальными методами (АЭС-ИСП, МС-ИСП) предпочтительно проводить в растворах, т.е. необходимо растворение концентрата. Разложение кислотами или в муфеле – длительные и трудоемкие процедуры, не исключающие потерь элементов и загрязнения концентрата. Нами предложен экспрессный способ микроволнового разложения сорбента в азотной кислоте в закрытых сосудах [22]. Для инструментального определения

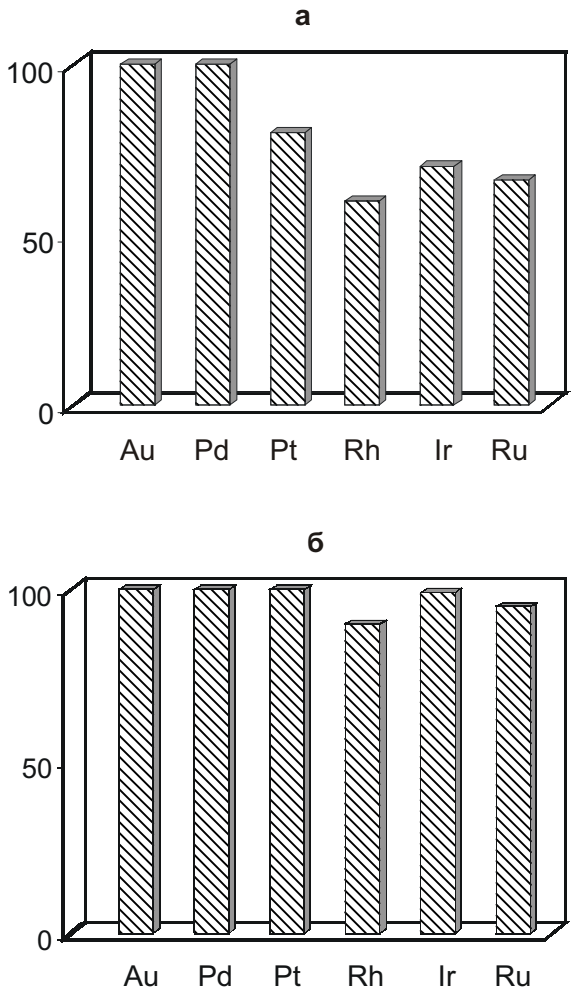


Рис. 1. Степень извлечения (%) благородных металлов мелкодисперсным сорбентом ПОЛИОРГС 4 при термическом нагреве(100°С, а) и микроволновом нагреве (130°С, б); время контакта 15 мин, V=50 мл, m=0,05 г, 1М HCl.

чрезвычайно важно, что полученный гомогенный азотнокислый раствор практически свободен от макрокомпонентов.

На основании разработанных новых приемов концентрирования БМ комплексообразующими сорбентами ПОЛИОРГС с использованием МВИ разработана схема комбинированных методов определения БМ инструментальными методами. Схема опробована на объектах различного состава с содержанием БМ 10^{-7}–10^{-4}% [23].

Проведенные исследования показали перспективность использования МВИ для создания схем анализа, в которых все стадии пробоподготовки (разложение образцов, концентрирование, растворение концентрата) – т.н. total microwave sample preparation – проводятся в условиях микроволнового нагрева. В сочетании с современными инструментальными методами определения новые приемы сорбционного концентрирования позволяют повысить эффективность комбинированных методов и существенно сократить время анализа.

3.2. Экстракция пестицидов смесями на основе спиртов

Широкое использование микроволновой экстракции началось около 10 лет назад с появлением высокопроизводительных (до 40 образцов одновременно) коммерческих лабораторных систем, предназначенных для экстракции. Влияние МВИ, проявляющееся в существенном ускорении процесса и увеличении степени извлечения определяемых компонентов, в значительной степени обусловлено повышением температуры реакционной смеси на несколько десятков градусов по сравнению с обычными условиями. Специфическая особенность микроволновой экстракции заключается в том, что она позволяет избирательно извлекать компоненты либо посредством селективного нагрева фазы или отдельного компонента системы (например, свободных молекул воды в растительных клетках) в зависимости от ее диэлектрических свойств, либо путем выбора органического растворителя, избирательно экстрагирующего тот или иной компонент. Помимо этого, существенно снижается расход органических растворителей и, следовательно, количество токсичных отходов [12].

Исключительно большое значение для эффективной микроволновой экстракции имеет выбор растворителя, который должен не только хорошо растворять извлекаемые вещества, но и активно поглощать энергию МВИ и быстро разогреваться. Соответствующими диэлектрическими характеристиками обладают некоторые полярные растворители, в первую очередь, низшие спирты. Применение спиртов и смесей на их основе обеспечивает быстрый разогрев реакционной смеси при экстракции и облегчает последующую реэкстракцию определяемых компонентов, поэтому использование спиртов в микроволновых экстракционных системах весьма перспективно. Дополнительный фактор, который при этом необходимо учитывать – термическая устойчивость определяемых соединений.

Преимущества использования спиртов в условиях микроволнового нагрева хорошо совмещаются с требованиями флуоресцентного поляризационного иммуноанализа (ФПИА), который относится к числу активно развивающихся в последние годы доступ-

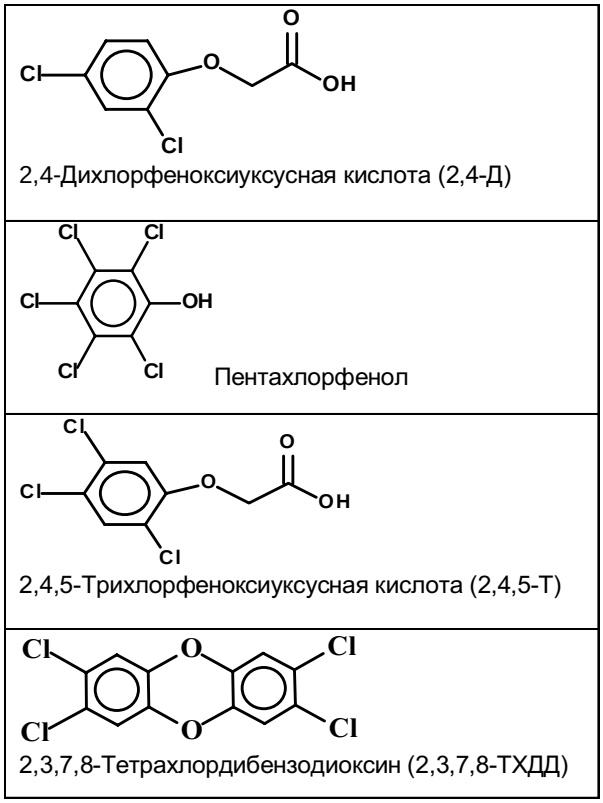
ных и экспрессных иммунохимических методов анализа, используемых для обеспечения эффективного контроля содержаний токсичных веществ [24–27]. При использовании ФПИА определение возможно только в водных или водно-органических растворах, а наиболее предпочтительны для иммунохимических методов метанол и этанол, т.к. они оказывают наименьшее влияние на стабильность антител, тогда как обычно используются смеси ацетон-гексан. Как и для большинства инструментальных методов, в случае ФПИА качество результатов в значительной степени определяется стадией подготовки вещества к анализу.

Примером актуальной аналитической задачи, для решения которой перспективно использование ФПИА, является определение органических загрязнителей в почвах. В этом случае основная задача подготовки состоит в обеспечении полноты экстракции компонентов, сорбирующихся на частичках почвы, и минимизации влияния матричных веществ (в основном органической природы) на определение аналита. Классический способ извлечения пестицидов из почв – многоступенчатая жидкостная экстракция органическими растворителями. Метод длителен (до 5 часов), трудоемок и использует большие количества растворителей. Совершенствование этой стадии анализа возможно с использованием МВИ.

Среди органических соединений, содержание которых в объектах окружающей среды требует постоянного контроля, особое место занимают хлорорганические пестициды, в частности, полифенолы, для которых установлена возможность трансформации в наиболее токсичные диоксины. В данной работе рассмотрена микроволновая экстракция некоторых хлорфеноксикислот (табл.1) из почв с использованием водно-органических экстрагентов для дальнейшего иммуноанализа.

Выбор условий микроволнового извлечения включает оптимизацию состава водноорганических смесей, используемых для экстракции, pH, соотношения массы почвы/объема экстрагента и времени экстракции, а также исследование и минимизацию влияния мешающих компонентов почвы на точность определения пестицидов методом ФПИА. Показано, что оптимальным является использование щелочных водно-спиртовых смесей, поскольку наиболее полное извлечение хлорфеноксикислот достигается при их переведении в диссоциированное состояние. На основе проведенных исследований поведения растворов низших спиртов в условиях микроволнового нагрева

Таблица 1. Структурные формулы основных хлорфеноксикислот, дефолианта пентахлорфенола и диоксина – одного из продуктов их превращения



и их экстрагирующей способности найдены условия экстракционного извлечения и предложен способ определения ряда хлорорганических пестицидов на основе полифенолов. Установлено, что наилучшими экстрагентами являются 20%-ный метиловый спирт в карбонатном буфере с pH 9,6 и 40%-ный этиловый спирт. Разработанная методика микроволновой экстракции позволяет извлекать пестициды из почвы за 15 мин, в то время как полное время ультразвуковой экстракции (референтного метода) хлорфеноксикислот составляет 2 ч. Такая пробоподготовка позволяет анализировать 2,4-Д и 2,4,5-Т в почве методом ПФИА на уровне от 2 и 40 мкг/г, соответственно. Результаты, получаемые при микроволновой экстракции, характеризуются более высокой правильностью, поскольку при классической многостадийной экстракции и очистки экстрактов в конечном растворе остается много органических растворителей, оказывающих сильное влияние на стабильность антител. Корреляция данных, полученных методом ПФИА, с результатами определения методом жидкостной хроматографии демонстрирует возможность количественного определения пестицидов в природных образцах.

3.3. Экстракция полиароматических углеводородов ионными жидкостями

Ионные жидкости (ИЖ) представляют собой органические соли, существующие при температурах от 10–80 до 300°С в жидком состоянии. В последние годы ИЖ широко используются в качестве альтернативных реакционных сред, в частности, в органическом синтезе и катализе [28]; их применение для разделения и выделения немногочисленны [29,30]. Начаты исследования по использованию ИЖ применительно к задачам аналитической химии. Вместе с тем ИЖ представляют интерес не только как растворители с необычными свойствами, но и как среды, весьма привлекательные для проведения процессов под действием МВИ [31,32]. Последнее обусловлено тем, что благодаря ионной природе и физико-химическим свойствам способность ИЖ поглощать энергию МВИ чрезвычайно высока. Это обеспечивает быстрый разогрев реакционной смеси и возможность проведения процесса при температуре 100–200°С практически в отсутствие паров растворителя.

Авторами статьи исследован микроволновый нагрев нескольких ИЖ, различающихся по катионному и анионному составу: гексафторфосфатов 1-бутил-3-метилимидазолия ($BMImPF_6$) и 1-бутил-2,3-диметилимидазолия (BM_2ImPF_6), бис-(трифторометилсульфонил)имидов 1-бутил-3-метилимидазолия ($BMImTf_2N$) и 1-бутил-2,3-диметилимидазолия (BM_2ImTf_2N), хлоридов 1-бутил-3-метилимидазолия (BMImCl), 1-бутил-2,3-диметилимидазолия (BM_2ImCl) (рис. 2).

Установлено, что термическая устойчивость ИЖ в условиях микроволнового нагрева примерно соответствует литературным данным об их устойчивости в обычных условиях (до 200-400°С), хотя в большинстве случаев начало разложения этих соединений под действием излучения наблюдается несколько раньше. Так, ИЖ, содержащие гексафторфосфат, под действием МВИ разлагаются при увеличении температуры выше 120°С с выделением HF (по всей видимости, за счет возможного гидролиза ИЖ при контакте с водной средой или за счет растворенных в ИЖ небольших количеств воды).

Изучение зависимости скорости микроволнового нагрева ИЖ от их состава (рис. 3) показало, что увеличение молекулярной массы катиона (при постоянном анионе) приводит к сокращению времени нагрева ИЖ. Наиболее ярко этот эффект выражен при небольшой мощности излучения (100 Вт); увеличение мощности приводит к сокращению времени нагрева для всех ИЖ, и различия между ними находятся в пределах ошибки эксперимента. Такое поведение определяется диэлектрическими свойствами исследованных ИЖ, проводимость которых уменьшается с увеличением молекулярной массы. Однако это поведение, связанное с молекулярной массой катиона, не всегда однозначно, что свидетельствует о значительной роли в процессе нагрева и механизма дипольной релаксации. Так, для четвертичных аммонийных солей, подобных ИЖ своей ионной природой (например, метилтриоктиламмоний хлорид – $MeOct_3NCl$), скорость разогрева относительно мала. Для ИЖ, при комнатной температуре (22±2°С) находящихся в кристаллизованном состоянии (BM_2ImPF_6, BMImCl, BM_2ImCl), разогрев лимитируется пологим участком на кривых нагрева, связанным с переходом этих веществ в жидкое

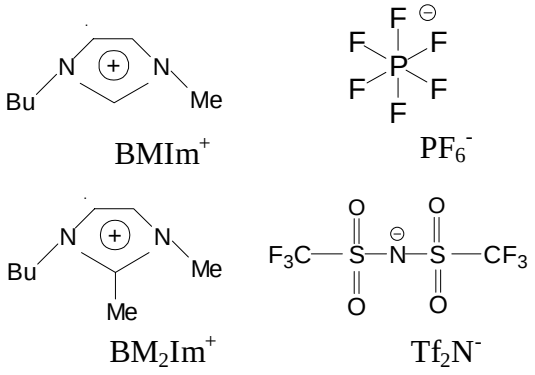


Рис. 2. Компоненты использовавшихся ИЖ

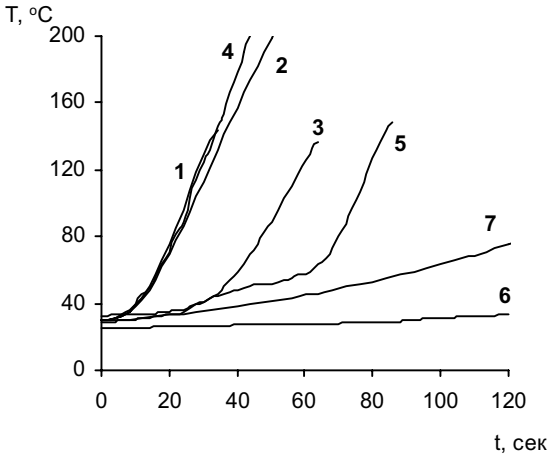


Рис. 3. Кривые нагрева разных ИЖ в микроволновом поле (300 Вт): 1 – $BMImPF_6$; 2 - $BMImTf_2N$, 3 – BM_2ImPF_6, 4 – BM_2ImTf_2N; 5 – BMImCl; 6 – BM_2ImCl; 7 – $MeOct_3NCl$

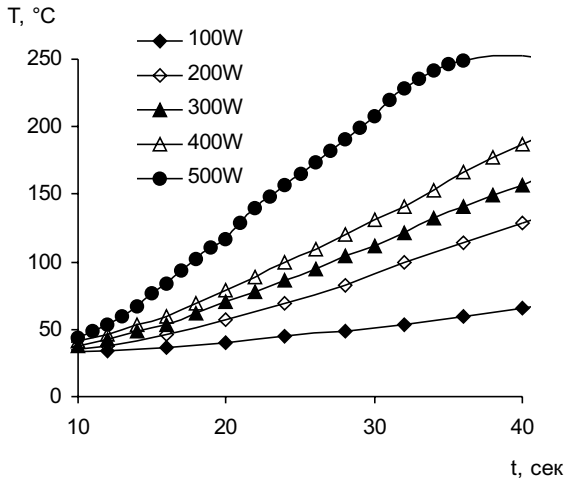


Рис. 4. Кривые нагрева $BMImTf_2N$ при различных мощностях микроволнового излучения

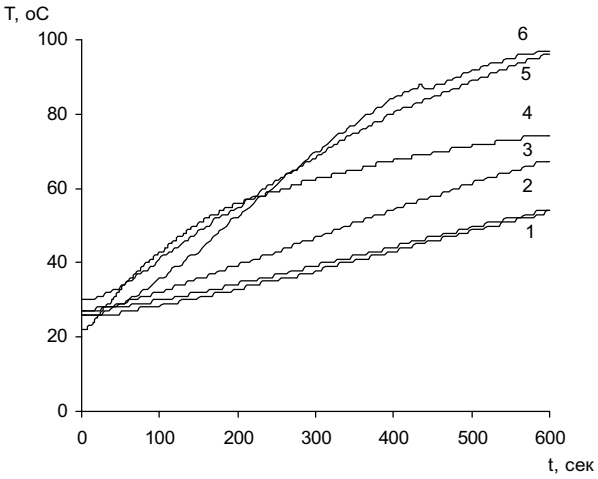


Рис. 5. Температурно-временные кривые нагрева ацетона, ИЖ, и четвертичных аммонийных солей, растворенных в гексане: 1 – гексан без добавок , 2 – B_4NCl, 3 – $MeOct_3NCl$, 4 – ацетон, 5 – $BMImTf_2N$, 6 – BM_2ImTf_2N

состояние (точки перегиба соответствуют температурам плавления этих ИЖ – от 30 до 80°С).

Не меньшее влияние на характер нагрева ИЖ оказывает их анионный состав. Увеличение массы аниона и особенно снижение его симметричности (при переходе к анионам типа Tf_2N-) приводит к повышению эффективности поглощения энергии электромагнитного излучения ионными жидкостями как по механизму ионной проводимости, так и по механизму дипольной релаксации (существенна меньшая вязкость трифлилимидных ИЖ). Именно комбинация этих двух механизмов обеспечивает наиболее быстрый разогрев ИЖ. Увеличение мощности микроволнового нагрева приводит к уменьшению времени нагрева ИЖ (рис.4). Например, нагрев $BMImTf_2N$ до 200°С при мощности микроволнового излучения 500 Вт происходит менее чем за 30 с.

Получены сравнительные температурно-временные характеристики микроволнового нагрева растворов ИЖ в традиционно используемых органических растворителях (гексана, толуола, п-ксилола и др.). Для сравнительной оценки на рис. 5 приведены кривые нагрева классического экстрагента под действием МВИ – смеси гексан:ацетон (1:1), а также растворов жидких (MO_3NCl) и твердых (B_4NCl – тетрабутиламмоний хлорид) четвертичных аммонийных солей в гексане. Показана возможность использования ИЖ как эффективных косольвентов в сочетании с растворителями, не взаимодействующими с микроволновым излучением, что существенно расширяет возможности микроволновой экстракции.

Сочетание высокой сольватирующей способности и гидрофобности с ионным характером ИЖ делает эти экологически чистые раствори-

Таблица 3. Необходимое время контакта фаз и степени извлечения пирена при экстракции из водных растворов ($V_в$:$V_о$ = 3:1) и из почвы ($m_{почвы}$ = 1 г, $V_о$ = 3 мл) в ИЖ

	Время контакта фаз t, мин.		Степень извлечения R, %	
	$BMImPF_6$	$BMImTf_2N$	$BMImPF_6$	$BMImTf_2N$
Экстракция из водных растворов:				
Обычные условия (22°С)	30	30	93	99
МВИ (100°С, 300В)	5	3	99,8	99,8
Экстракция из твердого образца:				
Обычные условия (22°С)	60	60	95	99
МВИ (120°С, 300В)	—	5	—	99,8

тели чрезвычайно привлекательными для экстракции органических соединений под действием МВИ как из водных растворов, так и из твердых образцов. На примере пирена исследована применимость $BMImPF_6$ и $BMImTf_2N$ для микроволновой экстракции полиароматических углеводородов из водных растворов. Показано, что при соотношении водной и органической фаз 3:1 количественная экстракция пирена в $BMImPF_6$ достигается за 5 мин, а в $BMImTf_2N$ – менее чем за 3 мин в отличие от обычных условий (табл. 2). Концентрацию пирена в ИЖ определяли по спектру флуоресценции пирена в ИЖ, при этом собственная флуоресценция ИЖ не мешает определению.

Под действием микроволнового излучения мощностью 300 Вт пирен количественно извлекается достаточно быстро как из водных растворов, так и из почвы методом твердофазной экстракции. Время контакта фаз при извлечении пирена в $BMImTf_2N$ из образцов почвы, заранее загрязненных пиреном в области концентраций 10^{-8}–10^{-6} М, составляет не более 5 мин. Степени извлечения пирена в ИЖ определены методом "введено-найдено". Следует подчеркнуть преимущества микроволновой экстракции по сравнению с обычными условиями, заключающиеся в сокращении времени установления экстракционного равновесия при извлечении органических соединений, достижении количественного извлечения, а также простоте проведения процедуры самой экстракции (отсутствие нужды в дополнительном перемешивании контактирующих фаз, относительно быстрое разделение фаз после экстракции).

Приведенные выше данные по использованию микроволнового излучения в химическом анализе позволяют рассматривать МВИ как мощное средство воздействия на физико-химические процессы, обеспечивающее качественно новый уровень подготовки проб к определению различных компонентов инструментальными методами и существенно повышающее потенциал оборудования, имеющегося в аналитических лабораториях.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 03-03-32923 и № 05-03-32976) и Фонда содействия отечественной науке.

Литература

1. Microwave Enhanced Chemistry: Fundamentals, Sample Preparation and Applications.(Eds. H.M. Kingston, S.J. Haswell). American Chemical Society, Washington DC, 1997
2. Nuchter N., Ondruschka B., Bonrath W., Gum A. // Green Chem. – 2004. – **6**. – P. 128.
3. Lew A., Krutzik P.O., Hart M.E., Chamberlin A.R. // J. of Combinatorial Chemistry. – 2002. – **4**, № 2. – P. 95.
4. Кубракова И.В. // Успехи химии. – 2002. – **71**, № 4. – С. 327.
5. Mingos D.M.P., Baghurst D.R. // Chem. Soc. Rev. – 1991. – **20**. – P. 1.
6. Introduction to Microwave Sample Preparation: Theory and Practice (Eds. H.M.Kingston, L.B.Jassie), American Chemical Society, Washington DC, 1988
7. Thiebaut J.M., Roussy G., Medjram M., Seyfield L., Garin F., Maire J. // Catal. Lett. – 1993. – **21**. – P. 133.
8. Chatakondu K., Green M.L.H., Mingos D.M.P., Reynolds S.M. // J. Chem. Soc., Chem. Commun. – 1989. – P. 1515.
9. Perreux L., Loupy A. // Tetrahedron. – 2001. – **57**. – P. 9199.
10. Кубракова И.В. // Журн. аналит. химии. – 2000. – **55**, № 12. – С. 1239.
11. Pare J., Belanger J., Stafford S. // Trends Anal.Chem. – 1994. – **13**. – P. 176.
12. Camel V. // Trends Anal. Chem. – 2000. – **19**. – P. 229.
13. Smith F.E., Arsenault E.A. // Talanta. – 1996. – **43** – P. 1207 .
14. Chakraborty R., Das A.K., Cervera M.L., de la Guardia M. // Fresenius J. Anal. Chem. – 1996. – **355**. – P. 99.
15. H.M.(Skip) Kingston. In Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. (Ed. A.Montaser). Wiley-VCH, New York; Chichester; Weinheim; Brisbane; Singapore; Toronto, 1998. P. 33.
16. Jin Q., Liang F., Zhang H., Zhao L., Huan Y., Song D. // Trends Anal. Chem. – 1999. – **18**. – P. 479.
17. Mainchin B., Kettish P., Knapp G. // Fresenius J. Anal. Chem. – 2000. – **366**. – P. 26.
18. Rao C.R., Reddi G.S. // Trends Anal. Chem. – 2000. – **19**, № 9. – P. 565.
19. Аналитическая химия металлов платиновой группы. Под. ред. Ю.А. Золотова, Г.М. Варшал, В.М. Иванова. М.: УРСС. 2003. С. 171-190.
20. Мясоедова Г.В., Захарченко Е.А., Моходоева О.Б., Кубракова И.В., Никашина В.А. // Журн. аналит. химии. – 2004. – **59**, № 6. – С. 604.
21. Кузьмин Н.М., Дементьев А.В., Кубракова И.В., Мясоедова Г.В. // Журн. аналит. химии. – 1990. – **45**, № 1. – С. 46.
22. Kubrakova I.V., Myasoedova G.V., Shumskaya T.V., Zakharchenko E.A., Kudinova T.F. // Mend. Commun. – 2003. – **6**. – P. 249.
23. Кубракова И.В., Мясоедова Г.В., Шумская Т.В., Кудинова Т.Ф., Захарченко Е.А., Моходоева О.Б. // Журн. аналит. химии. – 2005. – **60**, № 5. – P. 536.
24. Морозова В.С., Левашова А.И., Еремин С. А. // Журн. аналит. химии. – 2005. – **60**, № 3. – С. 230.
25. Eremin S.A., Smith D.S. // Comb. Chem. High T. SCR. – 2003. – **6**. – P. 257.
26. Krikunova V.S., Eremin S.A., Smith D.S., Landon J. // Intern. J. Environ. Anal. Chem. – 2003. – **83**. – № 7–8. – P. 585.
27. Krikounova V.S., Abuknesha R., Eremin S.A. // The Scientific World Journal. – 2002. – **2**. – P. 1132.
28. Ionic Liquids in Synthesis. Ed. by Wasserscheid P., Welton T. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA. – 2002. – 355 p.
29. Smirnova S.V., Torocheshnikova I.I., Formanovsky A.A., Pletnev I.V. // Anal. Bioanal. Chem. – 2004. – **378**. – P. 1369.
30. Khachatryan K.S., Smirnova S.V., Torocheshnikova I.I., Shvedene N.V., Formanovsky A.A., Pletnev I.V. // Anal. Bioanal. Chem. – 2005. – **381**. – P. 464.
31. Hoffmann J., Nuchter M., Ondrushka B., Wasserscheid P. // Chem. Commun. – 2003. – **5**. – P. 296.
32. Nguyen H.P., Matondo H., Baboulene M. // Chem. Comm. – 2003. – **5**. – P. 303.