Аналитическая химия сегодня и завтра: итоги IX Всеукраинской конференции по аналитической химии

А.С. Алемасова[1], В.П. Георгиевский, В.Н. Зайцев[2]

[1-] Донецкий национальный университет, ул. Университетская, 24, 83055 Донецк, Украина; maverick@skif.net
[2 -] Киевский Национальный ун-тет им. Тараса Шевченко, химический фак-тет, 60, ул. Владимирская, Киев, Украина, 65026, vnzaitsev@gmail.com

Принята к публикации: 20 сентября 2013 г.

С 16 по 20 сентября 2013 года в г. Донецке, на базе Донецкого национального университета состоялась IX Всеукраинская конференция по аналитической химии, организаторами которой выступил Донецкий национальный университет, Министерство образования и науки Украины, Научный совет НАН Украины по проблеме «Аналитическая химия». Цель конференции – показать достижение аналитической науки Украины за последнее пятилетие (2008-2013 г.г.), оценить тенденции существующих в Украине отдельных направлений аналитической химии и химического анализа, определить наиболее перспективные направления и их решения для дальнейшего развития, провести обмен опытом между научными сотрудниками и практическими работниками как в Украине, так и приглашенными зарубежными специалистами, углубив международную интеграцию химиков аналитиков Украины. Работа конференции предусматривала проведение 2-х пленарных заседаний, 4-х секционных заседаний и стендовой сессии. С докладами выступили 91 ведущих и молодых ученых. На 2-х пленарных заседаниях были рассмотрены общие проблемы развития аналитической химии, особенности ее преподавания и подготовки кадров.

V.P. GEORGIEVSKIY , A.S. ALEMASOVA , V.N. ZAITSEV. *ANALYTICAL CHEMISTRY TODAY AND TOMORROW: THE RESULTS OF THE IX ALL-UKRAINIAN NATIONAL CONFERENCE ON ANALYTICAL CHEMISTRY. From 16 to 20 September 2013 in Donetsk, on the basis of the Donetsk National University hosted the IX All-Ukrainian Conference on Analytical Chemistry, organized by the Donetsk National University, Ministry of Education and Science and the Scientific Council of the National Academy of Sciences of Ukraine on the issue of "Analytical Chemistry". The purpose of the conference - to show the achievement of analytical science in Ukraine over the last five years (2008-2013 years) , to assess the trends existing in Ukraine individual areas of analytical chemistry and chemical analysis to identify the most promising areas and their solutions for future development. In this case, the exchange of experience between researchers and practitioners both in Ukraine and invited foreign experts , deepening international integration, analytical chemists Ukraine. The conference included a two plenary sessions, 4 breakout sessions and poster sessions . Presentations were made by 91 leading and young scientists. Two plenary sessions were addressed to general problems of analytical chemistry, especially its teaching and training.*

Ключевые слова:. общие проблемы развития аналитической химии, преподавание, подготовка кадров.
Key words: general problems of analytical chemistry teaching, training of specialists

Анализ работы

На первом пленарном заседании с вступительным словом выступил председатель Научного совета НАН Украины по проблеме «Аналитическая химия» член-корр. НАН Украины Зайцев В.Н. С приветствием к участникам конференции обратился председатель Научного совета РАН «Аналитическая химия» академик РАН Золотов Ю.А.

Достижения хозяев конференции (зав. кафедрой аналитической химии Донецкого национального университета проф. Алемасова А.С.) были изложены в докладе «На службе Донбассу». Приведены данные по координации процесса развития аналитической химии в Донбассе, по подготовка химиков-аналитиков, химиков-экологов для обеспечения экологического мониторинга охраны здоровья населения, химической экспертизы чрезвычайных ситуаций, по подготовке кадров высшей квалификации. Ежегодно 80-90% выпускников кафедры поступают на работу в химические, спектральные, экологические, пищевые и санитарные лаборатории предприятий Донбасса и других регионов. На кафедре создана независимая аналитическая лаборатория, аттестованная Министерством

© А.С. Алемасова, В.П. Георгиевский, В.Н. Зайцев

промышленной политики на право проведения измерений химического состава цветных и драгоценных металлов и их сплавов, что явилось основой коммерциализации научных исследований и роста привлечения инвестиций. Разработанные методики позволили осуществить аналитическое обеспечение технологий рекуперации, из отходов радиоэлектронной промышленности золота, платины, серебра, палладия, исключить реализацию фальсифицированного бензина. Основным направлением научных исследований является развитие гибридных электротермического атомно-абсорбционного и спектрофотометрического методов анализа.

В докладе «Наноматериалы в аналитической химии», сделанном член-корр. НАН Украины В.Н. Зайцевым показан опыт использования наноразмерных и наноструктурных материалов в аналитической химии на примере создания оптического сенсора для мониторинга присутствия в воздухе органических растворителей с мембранами из пористого кремния (Пк), которые получены электрохимическим травлением пластинки монокристаллического кремния в HF. Возможность изотропного травления Пк была использована для Lab-on-Chip колонки для нанопотоковой жидкостной хроматографии. Разработана методика модифицирования неподвижной фазы колонки и проведено хроматографическое разделение тестовой смеси.

Идея создания полифункциональних материалов была реализована при получении магнитных наночастиц Fe_3O_4, которые модифицировали тремя различными производными доламина, содержащими азидные, аминные и малеиновые фрагменты, что позволило получить активированный материал, пригодный для иммобилизации различных биологически активных веществ: инсулина, концентрированных тетрациклиновых антибиотиков, твердофазной микроэкстракции диуретиков. Показана возможность применения углеродных наноразмерных материалов для создания каталитически-активных покрытий электрохимических сенсоров.

В докладе академика РАН Ю.А. Золотова (Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова и Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН) «Основные тенденции развития аналитической химии» освещены 12 направлений (тенденций) развития аналитической химии, которые по мнению докладчика являются основными:

1. Переход от валового анализа к вещественному. При этом вещественный анализ распространяется на распознавания и определения отдельных химических и физических форм компонентов. Область применения – как элементный анализ As, Hg, Sn, Fe, Mo, так и анализ оптических изомеров, природных соединений с металлами. Этот подход осуществляется разделением и последующим определением различными физико-химическими и хроматографическими методами, а также прямым определением отдельных форм с использованием ЯМР, ЭПР, ИВА.

2. Прямой анализ без разрушения аналитического образца с применением рентгеновских методов (особенно РФА), радиоактивационных, ЭПР, мёссбауэровской спектроскопии. Эти направления востребованы и реализуются в технике, искусствоведении, археологии, криминалистике и т.д.

3. Переход от лабораторного анализа к внелабораторному с использованием миниприборов, дистанционных методов, химических сенсоров и тест-наборов при решении частных задач в экологии, в сельском хозяйстве, почвоведении, растениеводстве, экспертных заключениях в криминалистике (в том числе и в борьбе с фальсификатами ЛС) и т.д. И конечно, в использовании передвижных лабораторий для выдачи комплексного заключения в месте решения (проведения) анализа (метана в шахтах, глюкозы в крови, отравляющих веществ, алкоголя в выдыхаемом воздухе). При этом применяются спектроскопические методы, а также диодно-лазерная спектроскопия для обнаружения ВВ, ОВ, наркотиков и других биологически активных веществ.

4. Автоматизация анализа крайне необходима при промышленном контроле, технологии получения органических соединений (в том числе БАВ), в анализе водоемов и рек. Этот подход решается с применением автосамплеров, библиотеки спектров, а также при обработке результатов измерений.

5. Миниатюризация, дающая экономию реактивов, места, анализируемых образцов, решается путем создания миниприборов и микроприборов (например, микрофлюидные приборы в чипах).

6. Рост масштабов, объемов аналитических работ, числа выполняемых анализов, количества определяемых компонентов привело к необходимости многоступенчатого анализа и контроля. Пути решения: двух- и трехступенчатый анализ со скринингом на первых ступенях.

7. Распознавание образа образца вместо его покомпонентного анализа, что крайне необходимо в решении идентификационных и классификационных задач, которые можно заимствовать у природы – биометрика. Это – органолептический анализ (дегустация продуктов питания, вин, оценка парфюмерии), технические устройства, позволяющие ответить на поставленные вопросы (электронный нос, электронный язык).

8. Методы и средства (приборы) анализа все в большей степени имеют своим источником не химию а физику – спектрофотометрические, масс-спектрометрия, инструментальные, ядерно-физические методы, газовые сенсоры и из биохимии ферментные и иммунометоды.

9. При этом наблюдается гибридизация как методов так и приборов, используемых для решение вопросов пробоотбора и определения в проточно-инжекционном анализе и его аналогов.

10. Смещение приоритетов в отношении объектов анализа в научных исследованиях и публикациях. В настоящее время приоритетными являются биомедицинские объекты в отличии от преобладающих ранее объектов окружающей среды, веществ высокой чистоты, а еще ранее – металлов и сплавов, минерального сырья.

11. Трудности в определении содержания курса аналитической химии. Если в 1950-1970 гг. вопрос стоял: чему учить? - химии или практике анализа?, то в 2010-2020 гг. - химии или современным методам анализа? (в первую очередь приборным методам).

12. Изменения в самом сообществе аналитиков, которое состоит из исследователей и преподавателей, разработчиков приборов и других средств анализа, практических работников контрольно-аналитических лабораторий, систем контроля качества на предприятиях и государственного надзора за качеством изделий.

В этой связи возникает вопрос о популяризации аналитической химии, химического анализа, значимости и достижений современной аналитической химии.

В докладе член-корр. НАН Украины, профессора В.П. Георгиевского обобщены данные исследований физико-химических и хроматографических методов анализа для аналитического обеспечения создания, стандартизации и контроля качества ЛС за период 2005 по 2012 г. В этот период, характеризующийся развитием системы стандартизации, созданы нормативные документы, определяющие разработку, производство и реализацию активных фармацевтических ингредиентов лекарственных средств, выпущено четыре дополнения к Государственной Фармакопее Украины, которые полностью гармонизированы с Европейской Фармакопеей, Руководств по разработке спецификаций, испытаний стабильности и т.д.

Докладчик отметил, что согласно тенденциям развития аналитической химии в мире, обозначенными академиком Золотовым Ю.А., аналитическая химия Украины, и в особенности аналитическая химия в фармацевтическом секторе, развивается достаточно успешно. Создана система стандартизации и контроля качества ЛС, а популяризация и пропаганда аналитической химии нашли свое место в издании ряда монографий. Последней по времени явилась «Аналитическая химия в создании, стандартизации и контроле качества ЛС» в 3-х томах. Монография написана коллективом ведущих специалистов в области анализа, стандартизации и контроля качества лекарственных средств, работающих в научных центрах Украины, В монографии подняты общие теоретические вопросы физико-химических, хроматографических и биологических методов, наиболее часто используемых в создании и контроле качества лекарств. Представлены методики анализа субстанций, вспомогательных веществ, готовых лекарственных форм и лекарственного растительного сырья, основанные на собственных исследованиях авторов и описанные в современной научной литературе, Показано, что обоснование состава и создание лекарственных средств, их стандартизация основываются на грамотном использовании новейших методов анализа при их комплексном применении. Большое внимание уделено валидации методик анализа и созданию системы стандартных образцов, необходимости профессионального тестирования аналитических лабораторий, Особо подчеркнуто значение ГФУ и руководств по качеству при стандартизации и контроле качества лекарств, а также при выполнении исследований по фармацевтической разработке. Монография предназначена для научных сотрудников, специалистов исследовательских центров фармацевтических предприятий, сотрудников контрольно-аналитических лабораторий, аспирантов, докторантов и других специалистов, занимающихся поиском и изучением биологически активных веществ, созданием лекарственных средств, а также для преподавателей ВУЗов.

В докладе проф. Холина Ю.В. в соавторстве с Пантелеймоновым А.В. (Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина) «Идентификация аналитов с использованием метода теории нечетных множеств» было показано, что в современном качественном анализе при решении вопроса идентификации аналитов может быть применен алгоритм идентификации, основанный на анализе многооткликовых массивов данных и использующий подходы теории нечетких множеств (fuzzy sets theory). Алгоритм устойчив к наличию в данных «грубых промахов» (outliers) и предъявляет минимальные требования к априорной информации о статистических свойствах результатов измерений (необходимо указывать лишь допустимый размах данных для аналита и эталона). Алгоритм испытан на модельных данных и при идентификации аналитов по их ИК-спектрам и спектрам комбинационного рассеяния. Установлено, что использование треугольной и квадратичной функций принадлежности в процедуре идентификации наиболее целесообразно в

случаях, когда ошибочный вывод об отличии аналита от эталона особенно опасен.

Новый подход к определению «Интегральной оценки суммарного содержания однотипных аналитов в пересчете на стандартное вещество» предложен в докладе проф. В.И. Вершинина в соавторстве с группой специалистов Омского государственного университета им. Ф.М. Достоевского. Проведенные авторами исследования показали, что несовпадение чувствительности определения однотипных аналитов (X_1) и стандартного вещества ($X_{ст}$) ведут к систематической погрешности σс , которая при неверном выборе $X_{ст}$ или способа измерения обобщенного аналитического сигнала всех аналитов (X_1) может составить десятки, а то и сотни процентов. Разработан алгоритм прогнозирования систематической погрешности. Выведены формулы, позволяющие оптимизировать выбор $X_{ст}$. Правильность прогнозов подтверждена анализом модельных смесей разного состава с применением УФ, видимой и ИК-спектрофотометрии, рефрактометрии и кондуктометрии. Алгоритм неприемлем для объектов с неизвестным набором или соотношением однотипных аналитов, но это ограничение может быть снято при прогнозировании предельных значений σс с представлением $C_{\sum}$ в интегральном виде. Показано, что интегральные оценки суммарного содержания однотипных аналитов ($C_{\sum}$) особенно важны для объективной оценки загрязненной окружающей среды, так как интегральные показатели, найденные по стандартным методикам, сильно отличаются от действительных значений $C_{\sum}$, а соответствие различных однотипных аналитов в пробах непредсказуемы. Реализация разработанного автором подхода позволила снизить предельную погрешность спектрофотометрической оценки суммарных фенолов в водах и антиоксидантов в винах до 20% отн.

Модельные смеси были использованы при измерении аналитического сигнала в многокомпонентном анализе при использовании нескольких интенсивных параметров для обеспечения увеличения информации о системе в докладе А.В. Дрозда (Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина) «Многокомпонентный анализ при использовании спектрофотометрии в сочетании с другими методами анализа по спектрам псевдопервичного и 2-го порядка».

Показано, что измерение аналитического сигнала в многокомпонентном анализе формирует два отличительных алгоритма поиска концентраций: первый состоит в составлении системы уравнений, в которую входят измеренные при различных длинах волн и поблочно представленные интенсивные параметры. Такое представление измерений имеет псевдопервый порядок и для решения этих систем используют методы наименьших квадратов, главных компонент. Второй алгоритм основан на измерении светопоглощения в зависимости от двух интенсивных параметров. Этот спектр имеет 2-й порядок. Автором разработан метод последовательного вписывания градуировочных поверхностей в суммарную поверхность многокомпонентной смеси. Метод может быть использован в том случае, если в градуировочной поверхности на стадии определения каждого из компонентов существует область хотя бы для одного интенсивного параметра индивидуального поглощения.

Показана возможность одновременного экстракционно-фотометрического определения анионов: иодата и периодата при совместном использовании спектрофотометрии и потенциометрической кулонометрии на платиновых электродах. Установлено также, что аналитический сигнал в последовательных экстрактах смеси компонентов также аддитивен, и концентрации компонентов можно определить путем решения системы предложенных линейных уравнений.

Результаты испытаний вне пределов допустимых значений и человеческие ошибки в аналитической химии проанализированы в докладе Кусельмана И. (Национальная физическая лаборатория Израиля).

Во втором пленарном заседании были заслушаны доклады по конкретным вопросам фундаментальных исследований.

В докладе Георгиевского Г.В. с соавторами (ГП «Украинский научный фармакопейный центр качества лекарственных средств» и НПО «Фарматрон») показано, что составной частью разработанного им алгоритма аналитического обеспечения и контроля качества активных фармацевтических ингредиентов (АФИ) и их готовых лекарственных форм является разработка и внедрение в производство комплекса физико-химических и хроматографических методик. На примере аналитического обеспечения создание оригинальных АФИ - производных 1,2,4-триазола и их инъекционных лекарственных средств изложены результаты исследования по изучению хроматографического поведения 1,2,4-триазолил-1(β-фенилэтил)-4-амино-1,2,4-тиазолил бромида и D,L-лизиний-3-метил-1,2,4-триазолил-5-тиоацетата и продуктов их синтеза, остаточных количеств органических растворителей ТСХ на пластинках «Sorbifil» и «Плазмохром» в шести системах растворителей. Установлен открываемый минимум аналитов 0,01 мкг, что позволило контролировать полноту прохождения синтеза АФИ. Установлены условия газохроматографического определения остаточных количеств органических растворителей с использованием стальной колонки Paropak Q или ПЭГ-20м и пламенно-ионизационного детектора

при скорости газа-носителя (азот, аргон – гелий) 5 мл/мин. Выбор условий ВЭЖХ проводился согласно программе ACD Labs (ACD/Lads 10) по расчетам величин гидрофобности и константам протонизации или экспериментально при градиентном хроматографировании. Созданные и провалидированные методики согласно требованиям ГФУ по валидационным характеристикам (специфичность, предел обнаружения, линейность) позволили установить чистоту АФИ и их сроки годности, в том числе и с применением «стрессовых условий».

В докладе Куликова А.Ю. (Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина, Научно-экспертный фармакопейный центр качества лекарственных средств) «Одновременное количественное определение гидрофобных и гидрофильных веществ методом мицеллярной жидкостной хроматографии» автором изложены исследования по разработке и обоснованию стандартизации сорбентов на основе силикагеля с привитыми C_8 и C_{18} группами в мицеллярной жидкостной хроматографии. Проведено сравнение разделения методами классической ОФ ВЭЖХ и МЖХ и установлено, что в последнем случае индивидуальные особенности колонки менее важны, что обусловлено образованием на поверхности сорбента уникальной мицеллярной псевдофазы. Этот результат имеет важную практическую значимость, поскольку позволяет аналитикам упростить выбор колонки из имеющегося набора, предоставляемого различными фирмами-производителями, и выбрать взаимозаменяемые колонки с близкой селективностью разделения.

Предложена и обоснована возможность использования алифатических спиртов с разветвленными углеводородными радикалами как органических модификаторов мицеллярных ПФ. По результатам исследований уточнен и предложен элюотропный ряд спиртов-растворителей по элюирующей силе и по селективности разделения.

Рассмотрены проблемы использования МЖХ в фармацевтическом анализе, определении биологически активных веществ в лекарственном растительном сырье и в биологических объектах. Показана возможность использования МЖХ не только для количественного определения действующих компонентов в лекарственных средствах, но и примесей в лекарственных субстанциях. Методики с использованием МЖХ характеризуются лучшей воспроизводимостью, отсутствием зависимости результатов определения от типа сорбента (одна из основных проблем в ОФ ВЭЖХ). Разработаны, валидированы в соответствии с современными требованиями, внедрены в лаборатории контроля качества 15 методик определения веществ различной гидрофобности в лекарственном растительном сырье, активных фармацевтических ингредиентах и готовых лекарственных формах.

Куличенко С.А. (Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко) доложил об исследованиях по созданию методик концентрирования лекарственных веществ (ЛВ) с применением поверхностно-активных веществ. Установлены закономерности экстракции ЛВ различных классов в индивидуальные мицеллярные фазы анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ) – додецилсульфата натрия, катионных ПАВ – цетилпиридиний хлорида и неионного Triton X-100. Температуру образования, объем и агрегатное состояние (твердые, редкие) мицеллярных фаз регулировали введением электролитов с добавлением фенола или салициловой кислоты. Контроль межфазного распределения ЛВ осуществлен хроматографическими методами, молекулярной спектроскопией, pH-метрией. Полученные данные применены при создании гибридных ВЭЖХ методик определения микроколичеств ЛВ различных фармакотерапевтических групп в пробах мочи, сыворотки крови после предварительного концентрирования модифицированными мицеллярными фазами модифицированных ионных и неионных ПАВ.

В докладе Чмиленко Т.С. были обсуждены пути улучшения метрологических характеристик методик определения катионных полиэлектролитов (кПЭ) с использованием анионных органических реагентов (ОР) в водных и неводных средах. Обобщены факторы, влияющие на точность определения: чередование протяженных гидрофобных и гидрофильных групп (на примере сополимеров полиакриламида и триметиламмоний этилакрилата); плотность заряженных групп кПЭ (на примере полиэтиленимина или хлорида полигексаметиленгуанидиния, число заряженных групп изменяли нейтрализацией в различной степени соляной кислотой); введение добавок неорганических ионов Cu(II), Hg(II), Zn, Cd, Co(II), Ga, In, Tl(III), Sn(IV), Mo(VI), V(VI) Ti(IV), в бессолевых и солевых растворах ; природа противоионов: SO_4^{2-}; I^- ; CH_3COO^- ; Cl^- ; Br^- ; SCN^-; введение добавок низкомолекулярных соединений.

Установлено, что анионные органические реагенты распределяются в водной и водно-полиэлектролитной фазах, на что указывает одновременное определение pK_a реагента и $\Delta pH_{½}$ ассоциата (ОР-кПЭ). В зависимости от соотношений компонентов органический реагент – кПЭ в области концентрации $C_{OP} > 10^{-4}$ М образуются устойчивые гелеподобные системы, которым отвечают экстремальные минимумы на спектрофотометрических зависимостях A от $C_{кПЭ}$. Найденные закономерности положены в основу

разработанных методик определения катионных полимеров в различных водах: природных, коммунальной и сточной фармпроизводств.

В сообщении Тананайко О.Ю. (Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко) «Чувствительные элементы оптических и амперометрических сенсоров на основе гибридных органо-минеральных покрытий» приведены результаты исследования структурных характеристик гибридных пленочных покрытий на основе оксида кремния и катионообменных полиэлектролитов, синтезированных по золь-гель технологии. Изучены возможности их применения в спектрофотометрических и оптических методах анализа. В качестве катионообменных полиэлектролитов использовали натриевые соли поливинил- и полистиролсульфокислот. В качестве структурирующих темплатов в золь добавляли смесь неионогенных ПАВ – твин 20 и триблоксополимер плуроник F-127. Методом атомно-силовой и просвечивающей электронной микроскопии показано, что пленочные покрытия являются однородными и мезоструктурированными. На основе проведенных исследований созданы чувствительный элемент люминесцентного сенсора на нитрит-ион, на альдегиды и растворимый хлор, а амперометрический сенсор на пуриновые основания получен на основе угольных электродов, модифицированных гибридными пленками. Разработанные методики, позволяющие определять указанные аналиты на уровне и выше их ПДК, были апробированы при анализе питьевых и природных вод, пищевых, фармацевтических, биологических и парфюмерно-косметических продуктов и показали удовлетворительные метрологические характеристики.

В докладе Решетняк Е.А. (Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина) «Визуальный тестовый анализ. Метрологическое обеспечение» обсуждены результаты систематических исследований и пути совершенствования метрологического обеспечение визуального тест-анализа. Сформулированы алгоритмы экспериментальной оценки пороговой концентрации в образце сравнения для бинарного тестирования ($C_{сравн}$), предела определения (C_{lim}) и предела обнаружения (C_{min}) тест-методик. Предложено характеризовать качество тест-системы значением относительной ширины интервала ненадежности, по которой априорно оценивается число наблюдений, необходимое для вычисления ($C_{сравн}$) и (C_{min}). Пределом определения аналита с использованием цветовой шкалы предложено считать утроенное стандартное отклонение результата определения ($3s_c$), экспериментально оцененное вблизи (C_{lim}). Установлено, что метрологические характеристики тест-систем зависят от типа материала носителя, от аналитической реакции и от условий наблюдения окраски. Показано, что точность результата тестирования напрямую связана с используемой цветовой шкалой. При выборе оптимальной цветовой шкалы предпочтение следует отдать визуальному методу.

Доклад Кормоша Ж.А. (Восточноевропейский национальный университет имени Леси Украинки) был посвящен обоснованию и экспериментальному доказательству возможности использования ионный ассоциатов (ИА) органических красителей с делокализованными зарядами в качестве эффективных аналитических форм для определения как валового содержания некоторых органических (диклофенак, мефенаминовая и фенилантраниловая кислоты, кетопрофен, пироксикам, мелоксикам, лорноксикам, фуросемид, этакринова, индолилуксусная, нафтилуксусная, 2,4-дихлор-феноксиуксусная, аскорбиновая кислоты, пентахлорфенол, анальгин, бензоил пероксида, йодповидона и т.д.) и неорганических (I_3^-, I_2Br^-, IO_3^-, I_2, I^-, SeO_3^{2-} та ін.) веществ и их отдельных аналитических форм, а также сложных сульфидов для потенциометрического определения Cu(II), Ag(I), Fe(III) и Cr(III). Выделены в твердом состоянии ИА исследовались методами ИК-спектроскопии и дифференциально-термического анализа. На основе полученных ИА и сложных сульфидов были разработаны пластифицированные ПВХ-мембранные и пастовые ион-чувствительные сенсоры. Проведенные исследования позволили оценить важнейшие характеристики предложенных аналитических систем, в частности, селективность, а также воспроизводимость, правильность результатов измерения и т.д. Предложены способы управления химико-аналитическими параметрами разработанных сенсоров: регулирование гидрофобности и степени делокализации зарядов электроактивного вещества; использование липофильной добавки; использование двухслойных «сендвич» мембран и т.д.

Отрадно отметить не только научную значимость этих сообщений, но и тот факт, что они являются основой подготовленных к защите докторских диссертаций.

В тоже время в своем докладе проф. В.П. Антонович (Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАН Украины) «О защитах диссертации по специальности 02.00.02 в Украине» предпринял попытку рассмотреть проблемные вопросы защиты кандидатских и докторских диссертаций украинских аналитиков по этой специальности. Автор считает, что в диссертациях продолжают доминировать исследования в области химических методов анализа, применение органических аналитических реагентов и различных модифицированных сорбентов для спектрофотометрического и визуально-тестового опреде-

ления ионов металлов и отдельных органических веществ. Практически не проводятся исследования по анализу наноразмерных материалов, эффективному использованию в анализе нанообъектов (в частности - квантовых точек), теоретическим основам и практическим приложениям современной масс-спектрометрии, проточно-инжекционного анализа, капиллярного электрофореза, методов анализа поверхности. Явно недостаточное внимание наших исследователей к актуальным вопросам биоаналитической химии, в частности - к анализу биомедицинских объектов. Однако надо отметить, что за последние годы увеличилось число работ, выполненных с использованием современного оборудования (хроматографического, спектрального), которым располагают зарубежные коллеги-соисполнители. В положительном плане можно характеризовать работы наших украинских аналитиков в области фарманализа, в частности по комплексному использованию разработки методик и их валидации в определении ЛС, объектов окружающей среды, анализе функциональных материалов, хемометрики.

Докладчиком было подчеркнуто, что диссертационная работа должна быть направлена на решение новой аналитической задачи. Диссертации должны заканчиваться новым подходом или развитием существующего подхода аналитического метода или комплексом методов с обязательными разработанными и валидированными методиками анализа.

Только грамотно написанная диссертация с обоснованием полезности и достоверности (метрологической грамотности) работы иллюстрирует высокую квалификацию соискателя, который предложил или предложит новые научный направления и сможет руководить контрольно-аналитическими лабораториями и готовить химиков-аналитиков в ВУЗах. Консультанту или научному руководителю диссертационных работ необходимо тщательней работать с диссертантами.

Секция 1. «Общенаучные проблемы образования. Сенсоры и тест-методы, мониторинг. Электрохимические методы анализа».

Наряду с общими проблемами, освещенными на первом пленарном заседании, на секции был заслушан доклад проф. Васюкова А.Е. «Некоторые требования к химико-аналитическим методам анализа при идентификации питьевых вод» (Национальный университет гражданской защиты Украины), посвященный установлению тождества неизвестного объекта с другими известными. Авторы считают, что при проведении идентификации питьевых вод после проведения химического анализа полученные данные необходимо сопоставлять не с ПДК, а с предварительно установленными качественными и количественными характеристиками питьевых вод и с определенной вероятностью делать вывод о соответствии исследуемой воды одной из известных. Кроме того, авторы считают, что ГОСТ 27384-2002 «ВОДА. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств», который говорит в случае аналитического контроля – «…для принятия решений по оценке превышения установленных нормативов качества вод (например, ПДК) к рассмотрению принимают результаты измерений без учета значений приписанных характеристик погрешности измерений», не может быть применен при проведении идентификации питьевых вод. В этом случае погрешность определений аналита или какого-то общего показателя качества воды выходит на первое место, и она должна учитываться на заключительной стадии идентификации.

Проблема построения цветовых шкал, проверка аддитивности и селективности аналитического сигнала тест-систем на сумму тяжелых металлов затронута в докладе Шевченко В.Н., Решетняк Е.А. (Харьковский национальный университет). Сделан вывод, что при выборе оптимальной цветовой шкалы предпочтение следует отдать визуальному методу. Для представления результатов определения, полученных с использованием цветовой шкалы, предложено применять статистику интервальных данных; рекомендуется указывать число параллельных определений, средний результат и интервал разброса результатов. Для выявления отклонений от аддитивности аналитического сигнала в твердофазной спектрофотометрии, спектроскопии диффузного отражения и цветометрии предложено использовать статистические критерии 3s и t, ранее применявшиеся лишь в спектрометрии растворов; для проверки аддитивности общего цветового различия смеси аналитов, иммобилизованных на непрозрачных сорбентах, предложено применять χ^2-критерий; в визуальной колориметрии предложено проверять аддитивность аналитического сигнала, используя эмпирический критерий, основанный на визуальной оценке пределов определения отдельных аналитов и их суммы.

В докладе Стецика В.В. (Донецкий национальный университет) «Степень электролитической диссоциации и границы аддитивности электропроводности при бесконечном разбавлении электролитов». Отмечено, что необоснованность широкого толкования закона аддитивности приводит на практике к применению значений предельной молярной электропроводности, которые экспериментально

не подтверждены и не согласуются с законом действия масс. В то же время строгое применение закона действующих масс, учитывающее самоионизацию растворителя, позволяет уточнить границы аддитивности электропроводности в той части, для которой экспериментальное подтверждение невозможно с учетом реального состояния растворенного вещества при бесконечном разбавлении.

В сообщении Варченко В.В., Беликова К.Н. (НТК «Институт монокристаллов НАН Украины») представлены результаты влияния состава угольно-пастовых электродов на аналитический сигнал на примере вольтамперометрического определения винпоцетина.

Конкретные примеры применения органо-кремнеземных гибридных материалов, представленные в пленарном докладе член-корр. НАН Украины Зайцевым В.Н., нашли свое отражение в сообщениях сотрудников Национального университета им. Тараса Шевченко при определении моно-, полифенолов и антибиотиков тетрациклинового ряда (Кобылинская Н., Тананайко О., Диас-Гарсия И.)

Работы по созданию электрохимических сенсоров, выполненные под руководством проф. Чмиленко Ф.А. в Днепропетровском национальном университете им. Олеся Гончара, доложены О.В. Гуртовой и С.М. Худяковой.

Кормош Ж.А. с соавторами (Восточно-европейский национальный университет им. Леси Украинки) представил результаты рентгенографических исследований системы Cu_2S-CrS-TiS_2 и электрохимические свойства фаз, которые образуются. Полученные однофазные образцы были апробированы в качестве электроактивного вещества для ион-селективных электродов. Разработаны сенсоры, проявляющие чувствительность к катионам Cu^{2+} в пределах 10^{-5} М, а для ионов Cr^{3+} 10^{-4} М.

Созданию новых электрохимических сенсоров на основе органо-кремнеземных гибридных материалов посвящено сообщение сотрудников Харьковского национального университета под руководством проф. Холина Ю.В. Показано, что методом золь-гель синтеза сополиндесацией тетраэтоксисилана и 3-аминопропилтетраэтоксисилана получен материал с привитыми группами н-пропиламина, а с химической модификацией поверхности кремнезема получен материал с привитыми на поверхность группами н-пропил-1-метилимидазолий хлорида, для которых представлены структурные и спектральные характеристики. Установлена возможность электрохимического определения аскорбиновой и мочевой кислот, дофамина, а также нитрит-ионов.

Особо следует отметить доклады, посвященные проблеме преподавания аналитической химии в ВУЗах и подготовки бакалавров, специалистов и магистров. Опытом подготовки квалифицированных химиков-аналитиков в рамках магистратуры Российских университетов поделился проф. Вершинин В.И., который в своем одноименном докладе отметил, что при переходе в РФ ВУЗов на двухуровневую схему открыта программа «Аналитическая химия».

Разработку программы и реализацию учебных планов координирует Национальный совет по аналитической химии Российской академии наук.

Докладчик остановился на следующих разделах этой программы:

1. Разделение учебного материала между программами бакалавриата и магистратуры. При этом будущих аналитиков обучают основным методам анализа еще в бакалавриате, что облегчает трудоустройству бакалавров. Магистранты могут полнее изучить общеаналитические проблемы и анализ объектов различного типа.

2. Основная цель магистратуры – подготовка ведущих специалистов не только для НИИ и ВУЗов, но и руководителей аналитических лабораторий, способных применять новейшие достижения науки и вести исследования, что отвечают состоянию рынка труда.

По мнению докладчика, заполнение руководящих должностей выпускниками бакалавриата приведет к деградации аналитической службы предприятий. Бакалавры – лаборанты, которые должны идти к повышению знаний через магистратуру.

3. С учетом цели обучения набор профессиональных компетенций, формируемых программой «Аналитическая химия», должен включать овладение теоретическим материалом, умением выполнять анализ по известной методике, вести исследование в выбранной области науки, а также обосновывать, разрабатывать, оптимизировать, аттестовать методики, работать с научно-технической литературой, организовать систему аналитического контроля. Именно набор необходимых студенту компетенций (а не только научные традиции кафедры) должен определить учебный план магистратуры.

Секция 2. Спектроскопические, спектральные, хроматографические, масс-спектральные и гибридные методы анализа

Было заслушано 12 сообщений, из них 4 сообщения по применению атомно-абсорбционной спектроскопии; спектрофотометрии в видимой области спектра – 4; масс-спектроскопии – 1; ТСХ – 1; ионной хроматографии – 1; люминесценции – 1. А также

доклад Романова С.Н. (представительство Intertech Corporation в Украине) «Современное аналитическое Thermo Fisher Scientific оборудование».

В докладе Захария А.Н. с сотрудниками (Одесский национальный университет им. Мечникова) представлены результаты оптимизации конструкционных и операционных параметров нагрева атомизатора «графитовая втулка-фильтр» (ГВФ) при формировании интегрального значения абсорбционности атомов As, Pb, Ca, Se, Cu, Zn, Mn, Ni. Установлены соответствующие аналитические характеристики ГВФ при прямом электротермическом атомно-абсорбционном определении указанных элементов в некоторых продуктах питания, объектах окружающей среды, в том числе в присутствии химических модификаторов.

Сотрудниками кафедры аналитической химии Донецкого национального университета (Алемасова Н.В., Алемасова А.С.) были доложены результаты исследований по разработке электротермической атомно-абсорбционной методики определений золота в осадочной горной породе и полиметаллической руде с микроэкстракционным концентрированием. Методика позволяет проводить определение золота при 10^6-кратном избытке железа по отношению к золоту и не предусматривает использование больших объемов органических растворителей. Предел обнаружения золота составляет $1{,}5 \cdot 10^{-6}$%.

Уточнена кинетическая модель атомизации твердых проб в атомно-абсорбционном анализе с атомизатором «печь-пламя», основанная на получении атомно-абсорбционных сигналов, которые аппроксимировались модельными кривыми, полученными непосредственным подставлением значений кинетических параметров, подобранных методом наименьших квадратов с использованием итерационного алгоритма Левенберга-Марквардта (Луговой К.С.).

В докладе сотрудников Института прикладной физики НАН Украины (Иляшенко В.Ю. с соавторами) показана возможность предотвращения ошибок, связанных с влиянием химической матрицы, и выяснены причины искажения аналитического сигнала при использовании феноменологических моделей, основанных на реальных физических процессах, происходящих во время атомизации. Изучено применение феноменологической модели атомно-абсорбционного сигнала для исследования процессов атоматизации, механизмов действия химических модификаторов, для контроля достоверности результатов измерений в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии.

Опыт определения тяжелых металлов в водопроводной воде методом ионной хроматографии на катионообменной колонке Nucleosil 100-5 SA освещен в докладе авторов Френцеля В. (Институт инженерии окружающей среды, Технический университет г.Берлина, Германия) и Вишникина А.Б. (Днепропетровский национальный университет им. Олеся Гончара). Детектирование ионов металлов основано на образовании комплексов металлов с пиридилазорезорцином. Были оптимизированы время, состав элюента и найдены условия полного разделения 9 ионов металлов Fe(III), Cu(II), Pb(II), Zn(II), Ni(II), Co(II), Cd(II), Fe(II), Mn(II). Предел обнаружения переходных металлов в водопроводной воде г. Берлина находится на уровне 1 мкг/л. Результаты определения подтверждены методом ААС. Методика может быть адаптирована для определения щелочных металлов и лантаноидов.

Мострянская Н.М. и Котов А.Г. (ГП «Украинский научный фармакопейный центр качества лекарственных средств) рассмотрели возможности высокоэффективной тонкослойной хроматографии в контроле содержания флавоноидов в цветках цмина песчаного. Показано, что автоматизация нанесения пробы, хроматографирования, проявления, документирование на комплекте оборудования, созданного фирмой «Camag» (Швейцария), позволяет получить результаты, которые полностью коррелируют с результатами ВЭЖХ. При этом методика превосходит известные ранее по скорости и стоимости. Методика после исследования валидационных характеристик будет включена в национальную часть Государственной Фармакопеи Украины.

В сообщении Курочкина В.Д., Романенко О.М. (Институт проблем материаловедения им. Францевича) методом масс-спектрометрии с тлеющим разрядом проанализированы шахтные воды Донецкого региона. На основании исследования механизма образования молекулярных ионов разработан метод расчета и компьютерная программа, моделирующая масс-спектры.

Исследованию систем «триоксифлуороны-полиэлектролиты» в качестве аналитических реагентов посвящена работа сотрудников Днепропетровского национального университета им. Олеся Гончара, доложенная от имени авторов Иваница Л.О., Чмиленко Т.С., Чмиленко Ф.А. В работе представлены исследования влияния полиэлектролитов различной природы, органического растворителя и фонового электролита на химико-аналитические свойства замещенных триоксифлуоронов для разработки экспрессных методик спектрофотометрического определения полиэлектролитов и анализа объектов, содержащих комплексы металлов. Созданы методики определения полигексаметиленгуанидиний хлорида в растворах дезинфицирующих средств, спиртовых суррогатах, офтальмологических и антисептических ЛС в пределах 0,01-1,00 мг/л,

остаточных количеств дитиокарбаматного фунгицида в коммерческих образцах и овощах.

Сообщение Леоновой Н.А. и Дрозда А.В. (Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина) посвящено разработке метода анализа объектов окружающей среды спектрофотометрическим методом с использованием алгоритма вписывания «градуировочной поверхности» в «поверхность смеси» на содержание ионов Ni^{2+}, Co^{3+}, Fe^{2+}, Cu^{2+} в виде комплексов с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом в водно-мицеллярной среде и сравнению полученных результатов с другими методами.

Романов С.Н. и Маурина Т.В. (Представительство Intertech Corporation в Украине и Черкасская государственная лаборатория ветеринарной медицины) представили экспериментальные результаты анализов пищевых продуктов с использованием атомно-абсорбционного спектрофотометра ICE 3500 и эмиссионных спектрофотометров с индуктивно связанной плазмы ICAP-6000 производства компании Termo Fisher Scientific (США). Методики выполнения измерений прошли валидацию и используются в Черкасской региональной лаборатории ветеринарной медицины.

Секция 3. Анализ природных и техногенных объектов, фармацевтических и пищевых продуктов, косметических средств, товаров бытовой химии и определение (вредных) опасных веществ.

Было заслушано 7 докладов, в которых изложены исследования как по разработке новых методик анализа, так и уточнены существующие методики в анализе объектов, определенных к рассмотрению на этой секции.

Комплекс новых хроматографических методик предложен Георгиевским Г.В., Зинченко А.А. и Мазуром И.А. (ГП «Украинский научный фармакопейный центр качества лекарственных средств», НПО «Фарматрон»). Показано, что применение ТСХ, ВЭЖХ и ГХ позволяют оценить чистоту новых отечественных активных фармацевтических ингредиентов производных 1,2,4-триазола и их инъекционных лекарственных форм для лечения наиболее распространенных социальных болезней в мире – заболеваний системы кровообращения. Предложенные валидированные методики внедрены в производство при контроле синтеза, получении инъекционных растворов, установлении сроков годности и проведении фармакологических исследований созданных препаратов.

Проведенные исследования по химической модификации процессов атомизации соединений платины с использованием эффективных модификаторов, образующих с ионами Pt(IV) стабильные комплексы в растворах (диметилглиоксим, хромазурол S, дифенилкарбазид, диантипирилметан), позволили оценить их эффективность. В ряду исследуемых реагентов только диметилглиоксим увеличивает чувствительность электротермического атомно-абсорбционного метода определения Pt и полностью устраняет депрессирующее влияние матрицы сыворотки крови. На основе полученных данных авторами Пономаренко О.А., Алемасовой А.С. (Донецкий национальный университет) была разработана ускоренная методика определения платины без предварительного кислотного разложения в сыворотке крови с пределом обнаружения 20 мкг/л.

В докладе Добридина А.В. (Донецкий национальный университет) приведена методика триполифосфатно-карбонатного извлечения суммы редкоземельных элементов с последующим спектрофотометрическим определением, которая прошла апробацию на различных образцах люминофоров и позволила сократить время проведения анализа с 48 часов при оксалатном методе до 6 часов.

В сообщении Дмитрук Н.П. (Донецкий национальный университет) изложена методика экстракционно-атомно-абсорбционного определения галлия и таллия в золошлаковых отходах после экстракции их ионных ассоциатов $TiCl_4^-$ с метиловым фиолетовым и $GaCl_4^-$ с родамином. Растворы фосфорной и аскорбиновой кислот были предложены для устранения влияния сложной матрицы концентрата. Предложена экстракционно-атомно-абсорбционная методика определения галлия в золошлаковых отходах, в которой длительное сплавление пробы заменено на минерализацию смесью кислот азотной и соляной (1:3), что позволило сократить время анализа с 5 до 1 часа.

В докладе Рокун А.Н. (Донецкий национальный университет) изложены результаты исследований по разработке комбинированных и гибридных атомно-абсорбционных и спектрофотометрических методик и выяснению их метрологических характеристик при определении металлоорганических соединений в нефтепродуктах. Отмечено, что при анализе нефтепродуктов и нефти наиболее точные результаты могут быть получены с применением комбинированных методов, позволяющих выделить аналитические сигналы аналитов с поля матричных препятствий, обусловленных макрокомпонентным составом пробы.

Созданы методики атомно-абсорбционного и спектрофотометрического определения металлорганических соединений, основанные на

извлечении металлов модифицированными экстрагентами из органической фазы в водную, которая непосредственно распыляется в пламя спектрофотометра или подвергается реакции с фотометрическим реагентом. Методики внедрены в лаборатории анализа нефтепродуктов и дают возможность выявлять фальсификацию бензинов.

Эколого-аналитическому мониторингу органических токсикаптов в водных системах Украины был посвящен доклад докт. хим. наук Милюкина М.В. (Институт коллоидной химии и химии воды им. А.В. Думанского НАН Украины). Для оценки экологического состояния водных систем автором предложена аналитическая методология исследования, предусматривающая выделение, концентрирование, идентификацию и количественное определение токсичных стойких органических загрязняющих веществ (хлорорганических пестицидов, полихлорированных бифенилов, полиядерных ароматических углеродов), основанная на адекватных методах пробоподготовки и современных хроматографических и хромато-масс-спектральных методов с различными детекторами. По разработанным и апробированным схемам анализа проведен мониторинг природных и питьевых вод, биоты (бассейны Днепра, Дуная, Буга), донных отложений рек Крыма, Черного моря (2006-2013 гг.). Для оценки надежности и правильности разработанных методик использованы результаты сличительных раундов и межлабораторных проверок и анализа стандартных аттестованных материалов. Показано, что токсичные загрязняющие вещества в значительных количествах аккумулируются в донных отложениях, а содержание в биоте характеризует их биодоступность.

В докладе, посвященном контролю качества легирующих добавок к оптическим материалам, показан подход к вещественному анализу серосодержащих систем, основанный на различном отношении S^{2-}-ионов, входящих в соединения с различной растворимостью, к воздействию I_2 (так называемое «сульфидное тестирование»). Сульфидное тестирование в сочетании с комплексонометрическим определением металлов Mg, Ln и ионометрическим определением F^- позволило подтвердить связывание кислорода MgO в химически инертные оксосульфиды, отсутствие в анализируемых оптических материалах MgS, более высокую эффективность TmSF как кислородотнимающего реагента и рассчитать содержание основных фаз Ln_2O_2, S, $LnOS_2$, MgO и LnSF (для систем MgO-Sm(La)SF). Одновременно высказано предположение о наличии в анализируемых образцах оптических материалов неизвестной фазы – оксофторида магния Mg_2OF_2. Авторы сообщения – сотрудники Физико-химического института им. А.В. Богатского НАН Украины (Чивирева Н.А., Антонович В.П. и сотр.).

На секции 4 «Методы разделения и концентрирования» было заслушано 8 сообщений.

Сообщения, сделанные от имени Зуй М.В., Захаркив И.Б., Левчик В.М., Зайцева В.Н., были посвящены выбору оптимальных условий применения капиллярной и дисперсной жидкостной микроэкстракции с последующим определением смесей токсичных пластификаторов – фталатов и парабенов. При капиллярной жидкостной микроэкстрации фталаты экстрагируются толуолом, а в дисперсной микроэкстракции оптимальная система ацетонитрил с тетрахлорэтаном. Разработанные методики была применена при определении фталатов в минеральных, речных и озерных водах. Показано, что добавление сильного электролита NaCl улучшает эффективность дисперсионной микроэкстракции для наиболее полярных соединений парабенов. Установлены также оптимальные условия микроэкстрации бензофенонов (метанол-тетрахлорметан). Для повышения чувствительности определения бензофенонов была применена дериватизация с уксусным ангидридом при комнатной температуре в водно-ацетонитрильном растворе. Диапазон определяемых концентраций для исследуемых соединений составляет от 0,05 до 5,0 мг/мл.

Для концентрирования и разделения форм ванадия(IV,V), хрома(III,VI) при их совместном присутствии предложены новые двухфазные водные системы: $Kt_2[VO(SCN)_4]$ – $(NH_4)_2SO_4$ – ПЭГ-1500 (C_2H_5OH, C_3H_7OH) – H_2O, $Kt[VO_2R]$ – $(NH_4)_2SO_4$ – ПЭГ-1500 (C_2H_5OH, C_3H_7OH) – H_2O, $NH_4[CrR_2]$ – $(NH_4)_2SO_4$ – H_2O – ПЕГ (C_2H_5OH, C_3H_7OH), $(CrR')_2SO_4$ – $(NH_4)_2SO_4$ – H_2O – ПЕГ (C_2H_5OH, C_3H_7OH), где Kt – NH_4^+, H^+, R, R' – двухзарядный анион 4-(2-пиридилазо)резорцина (ПАР) и дифенилкарбазона соответственно. Показано, что в органическую фазу извлекаются одно- и двухзарядные комплексы $[CrR_2]^-$, $[VO_2R]^-$, $[CrR']^+$, $[VO(SCN)_4]^{2-}$, для которых рассчитаны константы экстракции. Разработаны комбинированные и гибридные методики экстракционно-фотометрического и экстракционно-атомно-абсорбционного определения форм хрома и ванадия разной степени окисления (Симонова Т.Н., Дубровина В.А., Донецкий национальный университет).

Аналитическому применению новых экстракционных систем «полиэтиленгликоль –

$NaNO_3$ - (NH_4NO_3) – H_2O» и «изопропиловый спирт – $NaNO_3$ (NH_4NO_3) – KSCN - H_2O» для экстракции скандия посвящен доклад Симоновой Т.Н., Федотов А.Н. (Донецкий национальный университет, ГУ НТД «Реактивэлектрон» НАН Украины). На основе проведенных исследований разработаны методики экстракционно-комплексонометрического и спектрофотометрического определения скандия в промышленных отходах и концентратах, почвах с пределом обнаружения скандия от 0,004 мкг/см^3.

Методика раздельного сорбционно-спектрофотометрического определения Al, Ga, In, сочетающая предварительное разделение с использованием организованной системы «диметилхлорсиланаэросил – полярный растворитель» и последующее определение с ксиленоловым оранжевым методом спектроскопии диффузного отражения представлена в сообщении Чеботарева А.Н. с соавторами (Одесский национальный университет им. И.И. Мечникова).

Изучение сорбции иода на полиэфирному пеноуретана позволила Трохименко А.Ю. и Запорожец О.А. разработать методику твердофазно-спектрофотометрического определения I_2, I^- (в биоцидных растворах при совместном присутствии); IO_4^-, IO_3^-, BrO_3^- (при совместном присутствии, модель питьевых вод после озонирования); SCN^- и NO_2^- (в водах); среднего содержания каптоприла и равномерность его распределения в лекарственных формах; общего иода в объектах с органической матрицей после пробоподготовки в среде гидроксида тетраметиламмония с переведением всех форм иода в иодид и его последующее окисление озоном до иода (сырое и сухое молоко) с пределом определения 0,03 мкг в аликвотной части раствора пробы (≤8 см^3) и относительным стандартным отклонением 0,08–0,12 для содержания иода в интервале 0,3–5,0 мкг/г.

Сотрудниками НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины в содружестве с сотрудниками Института органической химии НАН Украины предложен новый материал на основе гидролизного лигнина, импрегнированного производными каликс[4]-краун-6-арена. По данным радиометрических измерений сорбент позволяет извлечь более 99% ^{137}Cs из вод средней минерализации при pH 6-7. Установлено, что данный материал может быть использован в колоночном варианте очистки водных сред.

Стендовая сессия.

На стендовой сессии было представлено 49 сообщений, соответствующих тематики 4 секций, анализ работы которых освещен выше.

Так, коллеги из России представили 6 стендовых докладов (Горбунова М.О. с соавторами, Южный федеральный университет, г. Ростов-на-Дону), в которых сообщено о применении методик визуально-тестового контроля и цветометрии для анализа пищевых продуктах. Установлено, что степень миграции одноатомных спиртов из полимерных материалов уменьшается с увеличением молекулярной массы и температуры кипения спирта, а любые формы ртути с предварительным концентрированием на целлюлозном сорбенте в виде иодидного комплекса, могут быть проконтролированы в природных, водопроводных и сточных водах, водных вытяжках из пищевых продуктов. Показана возможность количественного определения хлора в воде с помощью метилового оранжевого и метилового красного цветометрическим методом с использованием сканер-технологии.

Для идентификации и количественного определения подсластителей в безалкогольных, овощных и фруктовых напитках и винах предложены методики ТСХ с последующим денситометрическим определением, фотометрии и титрования в ледяной уксусной кислоте после экстракционных выделений.

Точность оценки суммарного содержания фенолов в водах по величинам фенольного индекса изложены в докладе Антоновой Т.В. (Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского).

Аналитическое обеспечение синтеза 4,4'-дихлордифенилсульфона из хлорбензола с использованием разработанной методики ВЭЖХ предложено проводить сотрудниками Российского университета кооперации, г. Волгоград.

Разработана новая методика спектрофотометрического определения сульфаметазина (СМТ) в комбинированном ветеринарном средстве "Раствор "Зинаприм" с использованием моноазокрасителя эриохром черный Т (ЭЧТ) (авторы Коркуна О.Я., Бойко М.Я., Врублевская Т.Я., Львовский национальный университет, Государственный научно-исследовательский контрольный институт ветпрепаратов и кормовых добавок, г. Львов). При взаимодействии диазосолей СМТ с ЭЧТ в среде 0,004 М универсальной буферной смеси (pH 8) образуется окрашенное соединение с λ_{max}=475 нм, интенсивность светопоглощения которого пропорциональна концентрации СМТ в исследуемом растворе. Проведена валидация методики по критериям специфичности, робастности, линейности, правильности, прецизионности.

Системные исследования по разработке методик количественного определения с использованием разнолигандных комплексов лантаноидов изложены в трех сообщениях сотрудников Физико-химического института им. А.В. Богатского, выполненных под руководством проф. Антоновича В.П. Разработанные методики нашли применение при определении нестероидных противовоспалительных препаратов, а созданный новый люминесцентный зонд на основе комплекса Tb(III) – для изучения аффинитета к ДНК новых лекарственных препаратов.

Коллективом авторов (Физико-химический институт им. А.В. Богатского, Институт микробиологии и вирусологии им. Д.К. Заболотного НАН Украины и Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН) представлено сообщение об определении содержания церия(III,IV) в нанодисперсном диоксиде церия, используемом в качестве функциональных материалов для оптоэлектроники и биомедицины.

Ряд сообщений, выполненных под руководством проф. Чеботарева А.Н. (Одесский национальный университет им. И.И. Мечникова) охватывают широкий круг исследований по химико-аналитическим характеристикам азокрасителей - цветометрических функций (ЦФ) в качестве аналитического сигнала при разработке методик химического анализа, использованием ЦФ при исследовании протолитических свойств флавоноидов, исследовании кислотно-основных равновесий и определении рК красителей в водных растворах, влиянию солей природных и сточных вод на сорбционно-цветометрическое определение хрома(VI). Разработаны визуально-колориметрические методики определение хрома(VI) с помощью индикаторных трубок и методики количественной оценки с помощью метода спектроскопии диффузного отражения. Представлены результаты исследований по применению организованной системы «диметилхлорсиланаэросил – полярный растворитель» для разделения и концентрирования элементов подгруппы титана, а также установлены особенности адсорбции микроколичеств антибиотика окситетрациклина аморфными кремнеземами с целью создания методик определения окситетрациклина в пищевых продуктах.

Четыре стендовых сообщения представлены сотрудниками Днепропетровского национального университета им. Олеся Гончара, выполненные под руководством проф. Чмиленко Ф.А., иллюстрируют определение химико-аналитических характеристик системы «трифенилметановые красители – полиэтиленимин» применительно к количественному определению полиэтиленимина, влияние полиэлектролитов на химико-аналитические характеристики органического реагента хромазурола S с целью создания методик количественного определения коагулянтов и флюкулянтов в сточных и питьевых водах. Предложен комплексный подход к проведению пробоподготовки почв при определении содержания тяжелых металлов, концентрации фульво- и гуминовых кислот. Установлено, что повышение степени извлечения металлов в вытяжках связано с увеличением содержания свободных фульво- и гуминовых кислот.

В трех сообщениях сотрудников Восточноевропейского университета им. Леси Украинки показано применение новых соединений для хемосенсоров, модификация строения ионселективных электродов с целью улучшения их характеристик на примере одно- и двухслойных ионселективных электродов для определения мефенаминовой и фенилантраниловой кислот с использованием красителей кристаллического фиолетового и метилового фиолетового.

В сообщениях сотрудников Государственного научно-исследовательского контрольного института ветеринарных препаратов и кормовых добавок в соавторстве с Львовским национальным университетом им. И. Франко изложены результаты исследований по разработке методов определения сульфаниламидов в лекарственных препаратах и контроля их содержания в биожидкостях при антибактериальной терапии, а также хромато-масс-спектрометрические методики определения антибиотика левомицетина в сгущенном молоке.

Метод ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектором в режиме изократического элюирования использован для определения метаболитов пестицидов после реакции дериватизации с использованием п-нитродиазофенилдиазония. Методика применена для анализа метаболитов пестицидов в сточных водах и грунте.

О разработке методики определения комплексов Zn^{2+}, Cd^{2+}, Mn^{2+} с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом микротитрованием в водно-мицеллярной среде раствором 8-гидроксихинолина сообщено в работе Калиненко О.К., Дрозда А.В. Авторы Реневич Н.Ю. и Куликов А.Ю. сообщили об оптимизации разделения опийных алкалоидов, папаверина. папаверинола, папаверинальдина при помощи мицеллярной ТСХ. Оптимизация состава подвижной фазы проведена с использованием хемометрического подхода. Оба сообщения представлены сотрудниками Харьковского национального университета им. В.Н. Каразина. Два сообщения, представленные Киевским национальным университетом им. Тараса Шевченко были посвящены колориметрическому определению микроэлементов с предварительным мицеллярно-экстракционным концентрированием

(Мандзюк М.Г.), а Воловенко О.Б. с соавторами предложили применять производные 2,6-диаминопиримидина для люминесцентного определения платиновых металлов.

Развитию метода ЭТААС посвящено сообщение сотрудников Донецкого национального университета «Закономерность атомизации элементов в присутствии металлокомплексных химических модификаторов» (Щепина Н.Д. с соавторами) и «Стабилизация вводно-угольных суспензий сорбентов-концентратов в сорбционном ЭТААС определении металлов» (Басенкова В.Л., Алемасова А.С.).

Сотрудниками этого университета Симоновой Т.Н., Мусаевой М.В. проиллюстрирована возможность повышения селективности и чувствительности спектрофотометрического определения висмута в высокодисперсных растворах.

О применении комплекса методик для анализа «свежих» и отработанных катализаторов, вывозимых за пределы таможенной территории Украины, на содержание молибдена, никеля и кобальта и о проверке технической компетентности аттестованных Донецким государственным научно-исследовательским и проектным институтом цветных металлов (ДонНИПИЦМ) лабораторий на примсре сравнительных испытаний бронз оловянных изложено в сообщении Миншилина В.И. с соавторами и Скрябиной Л.Г. с соавторами.

Анализу поваренной соли с применением ультразвука посвящено сообщение Бакланова А.Н. и Баклановой Л.В. (Украинская инженерно-педагогическая академия), а спектрофотометрия комплексов рутина с некоторыми платиноидами отражена в сообщении сотрудников Академии сухопутных войск им. Гетьмана Сагайдачного и Львовского национального университета им. И. Франко.

О возможности внедрения в лабораторную практику виртуальных приборов, каждый из которых представляет компьютерную программу, выполняющую функцию сбора данных, а при необходимости – управления внешним устройством (например, дозатором), об использовании виртуальной регистрации кривых потенциометрического титрования в хронометрическом варианте (фиксируя не объем титранта, а время) при кислотно-основном титровании (Na_2CO_3 - HCl) сообщено в работе Полищука М.В. с сотр. (Донбасская государственная машиностроительная Академия, г. Краматорск).

Вольтамперометрической методике количественного определения металлов III группы периодической системы в неорганических материалах посвящено сообщение Писаревской С.В. и Дубенской Л.О. (Львовский национальный университет им. И. Франко). Вольтамперометрическому определению цефотаксима и кинетико-спектрофотометрическому определению суксаметония хлорида (дитилина) говорится в сообщении Блажеевского Н.Е., Лабузовой Ю.Ю. и Криськив Л.С. (Национальный фармацевтический университет).

Применению кальцинированной формы гидроталькита для концентрирования Cr(VI) и его спектрофотометрическому определению посвящено сообщение Пшико Г.А. с соавторами; применению сканер-технологии для количественного определения экотоксикантов различной природы в фармацевтических тест-методах - Терлецкой А.В. и Доленко С.А. (оба сообщения представлены от Института коллоидной химии и химии воды им. Думанского НАН Украины).

Созданию амперометрического биосенсора на основе модифицированных ферментами электродов для определения холина в различных пищевых продуктах и биологических объектах посвящено сообщение сотрудников Киевского национального университета им. Тараса Шевченко и института молекулярной биологии и генетики НАН Украины.

О разработке методики для проведения анализа розувастатина в плазме крови человека с использованием метода ВЭЖХ-МС доложено коллективом авторов ООО «Клинфарм», Национального фармацевтического университета и ООО «Фарма-Старт».

****

Подводя итоги работы конференции, отметим, что развитие аналитической химии в Украине соответствует основным тенденциям аналитической химии и химического анализа в мире.

Время, прошедшее со дня VIII конференции, свидетельствует о смене приоритетных объектов анализа преимущественно на лекарственные и пищевые продукты, биообьекты, увеличение внимания к проблемам экологии, созданию сенсоров и тест-систем. Отмечена необходимость как качественного так и количественного переосмысления подготовки кандидатов и докторов наук, четкой постановки и решения научной цели исследования и внедрения результатов диссертационных работ в производство и педагогический процесс.

Следует отметить высокий уровень обеспечения проведения конференции со стороны Донецкого национального университета и помощь спонсоров.

В то же время следует к участию в работе конференции больше приглашать сотрудников НИИ и ВУЗов, обратив внимание на более широкое участие Научных центров и лабораторий предприятий, фирм химического, пищевого, фармацевтического секторов Украины.