

## ИГОРЬ ВЛАДИМИРОВИЧ ПЯТНИЦКИЙ<sup>1</sup>

**Пятницкий Игорь Владимирович (1910-2000).**



“ Доктор химических наук, профессор, заведовал кафедрой аналитической химии Киевского университета. Окончил Киевский университет, работал там же. Участник Великой Отечественной войны. В 1940 г. защитил кандидатскую диссертацию, в 1959 – докторскую. Заведующий кафедрой с 1960 г.

Исследовал комплексы металлов с оксикислотами и многоатомными спиртами, экстракцию ионов металлов монокарбоновыми кислотами в присутствии аминов. Много внимания уделял исследованию и аналитическому использованию разнолигандных и разнометальных комплексов. Руководил исследованиями по полярографии, потенциометрии, но особенно по фотометрии. Опубликовал около 400 работ. Автор и соавтор 15 учебников и учебных пособий 3 монографий, под его руководством защищены 33 кандидатские диссертации. В числе его книг учебники: "Ко-

личественный анализ", написанный совместно с А.К. Бабко (5 изданий); "Аналитическая химия" (на украинском языке); "Теоретические основы аналитической химии" (1979). Монография о маскировании и демаскировании вышла в серии "Аналитические реагенты" АН СССР. Был заместителем председателя координационного совета по аналитической химии АН УССР, членом НСАХ.”

---

<sup>1</sup> Из книги Ю.А. Золотова "Кто был кто в аналитической химии в России и СССР". М., 2006

## І.В.П'ЯТНИЦЬКИЙ - ВЧЕНИЙ, ПЕДАГОГ, ЛЮДИНА<sup>2</sup>

Історія Київського національного університету імені Тараса Шевченка знає багато славетних особистостей, діяльність яких відома не лише в Україні, а й у всьому світі. Це Т.Шевченко, М. Максимович, М.Грушевський, М. Драгоманов, М. Костомаров, митрополит Іларіон, В.Антонович. До їх числа належить і сузір'я вчених, що зробили вагомий внесок в розвиток хімії: С. Реформатський, В.Яворський, А.Бабко, В.Ізбеков, А.Пилипенко, А.Кіпріанов, Ю.Делімарський, В.Єременко, А.Голуб, Ф.Бабічев.

До цього переліку з повним правом слід додати ім'я Ігоря Володимировича П'ятницького, професора, доктора хімічних наук, завідувача кафедрою аналітичної хімії з 1960 по 1985 рік, лауреата Державної премії України в галузі науки і техніки та премії імені Л.В.Писаржевського НАН України.

І.В.П'ятницький як вчений і педагог широко відомий не лише в Україні, а й за її межами. Творчий доробок І.В.П'ятницького в розвиток сучасної аналітичної хімії складається з 15 підручників та учбових посібників, 3 монографій, 80 доповідей на наукових конференціях та близько 400 друкованих наукових праць.

Під його науковим керівництвом виконано 33 кандидатські дисертації. Народився Ігор Володимирович П'ятницький 5 листопада 1910 року в місті Києві. Батько його, Володимир Іванович П'ятницький (1874-1922), викладав математику в реальному училищі, що знаходилось на вулиці Тимофіївській (тепер - Коцюбинського). Мати, Гертруда Густавовна (1884-1965), була домогосподаркою.



<sup>2</sup> Л.Коломієць, Л.Пилипенко Хімія. Біологія., № 45 (105), 2000



В 1927 році І.В.П'ятницький закінчив 77 трудову школу міста Києва і вступив в 4-у кооперативну профшколу, після закінчення якої в 1930 році став працювати рахівником у студентському кооперативі. З 1932р. по 1937 р. навчався на хімічному факультеті Київського держуніверситету, аз 1937 по 1940 р. - в аспірантурі при кафедрі аналітичної хімії КДУ. 30 грудня 1940 року захистив дисертацію на здобуття вченого ступеню кандидата хімічних наук.

Одночасно з навчанням в аспірантурі Ігор Володимирович працював асистентом кафедри аналітичної хімії, а з 1940 року по 22 червня 19412 року - в.о. доцента цієї ж кафедри.

На другий день війни Ігор Володимирович був мобілізований до лав Радянської армії. Під час війни він був командиром взводу, зам. командира батареї в 76 запасному арtpолку, викладав топографію в 31

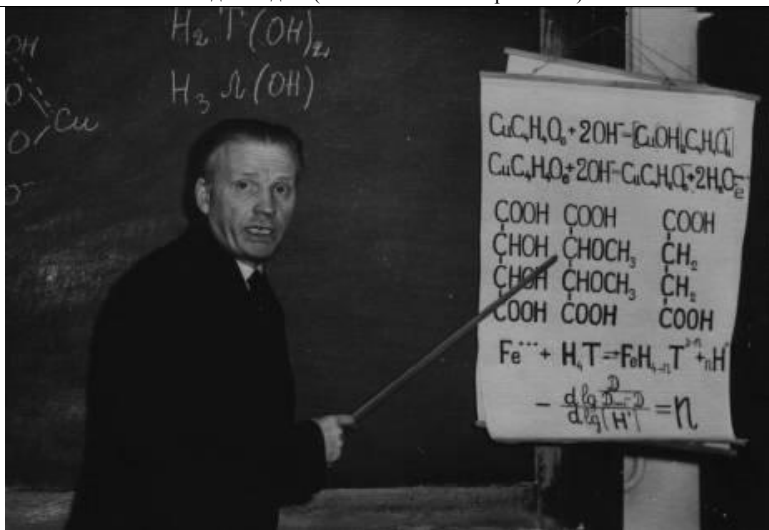
учбовому арtpолку офіцерського складу, а з 1944 року служив начальником хімічної лабораторії окружного ветеринарного складу.

Демобілізувався І.В.П'ятницький восени 1945 року і повернувся на роботу до рідного університету. З 1945 по 1959 рік був доцентом кафедри аналітичної хімії, 1958-1960 рр. - деканом хімічного факультету, 1959 - 1960 рр.- в.о. професора. В 1959 році І.В.П'ятницький захистив докторську дисертацію, в 1960 р. отримав звання професора і в тому ж році був обраний на посаду завідувача кафедри аналітичної хімії, яку обіймав до 1985 року.

Трудова діяльність І.В.П'ятницького була відзначена медаллю "За трудовую доблесть" (1953 р).

Наукову діяльність І.В.П'ятницький розпочав на кафедрі аналітичної хімії Київського державного університету імені Т.Шевченка під керівництвом вченого зі світовим ім'ям А.К.Бабка.

В 1940 році І.В. П'ятницький захистив кандидатську дисертацію; потому величезний обсяг робіт було виконано ним разом із аспірантами та співробітниками по системному дослідженню реакцій іонів металів з оксикислотами та багатоатомними спиртами і застосуванню цих реакцій в аналізі. Результати цих досліджень узагальнені в докторській дисертації "Дослідження комплексів металів з оксикислотами в розчинах" та частково в монографії "Маскирование и демаскирование в аналитической химии", М.:Наука, 1990 (у співавторстві з В.В.Суханом).



Широка наукова ерудиція дозволили І.В.П'ятницькому застосовувати найрізноманітніші методи дослідження. Це полярографія і потенціометрія, фотометрія і гравіметрія, екстракція і атомна абсорбція. Виконані дослідження показали, що оксикислоти, які належать до полідентатних лігандів, утворюють досить стійкі комплексні сполуки з катіонами багатьох металів, причому спосіб координації ліганда залежить від кислотності середовища. В слабкокислих розчинах комплексоутворення відбувається за рахунок витиснення іонів водню карбоксильних груп, а в близьких до нейтральних та слабколужних розчинах метал утворює зв'язки як з карбоксильними, так і оксигрупами, утворюючи при цьому один або декілька замкнутих п'яти- або шестичленних циклів. Властивості комплексів значною мірою залежать від місцезнаходження центрального атому в Періодичній системі Д.Менделєєва. Виявлена значна різниця у стійкості комплексів металів з оксикислотами лягла в основу використання багаточисельних реакцій маскування в аналізі. Дослідження показали, що здатність до маскування залежить також і від кількості карбоксильних та оксигруп в молекулі оксикислоти, від їх взаємного розташування, від здатності цих груп до відщеплення протонів, від довжини вуглеводневого ланцюга.

Цікавими і важливими як з наукової, так і з практичної точки зору виявились виконані під керівництвом І.В.П'ятницького дослідження екстракційної здатності монокарбонових кислот стосовно комплексів металів з амінами та хромоформними органічними реагентами, а також вивчення різнолігандних та різнометальних комплексів. Актуальність, новизна і високий науковий рівень цих робіт засвідчують близько двох десятків авторських свідоцтв на винаходи, отриманих І.В.П'ятницьким (у співавторстві), а його статті друкувались в таких престижних виданнях як "Журнал аналитической химии", "Украинский химический журнал", "Журнал неорганической химии", "Заводская лаборатория", "Известия вузов" та інші.



І.В.П'ятницький - активний учасник численних наукових конференцій з аналітичної хімії, неорганічної хімії, хімії координаційних сполук, що проводились на теренах України та республік колишнього Союзу. Ним особисто або у співавторстві зроблено близько 80 доповідей з актуальних питань сучасної хімії.

Він підготував і видав дві монографії із серії "Аналітична хімія елементів": "Аналитическая химия кобальта" (1965) та (у співавторстві з Суханом В.В.) "Аналитическая химия серебра" (1975).

І.В.П'ятницький сприяв виходу в світ незліченної кількості статей, монографій та дисертацій, рецензентом або опонентом яких він був. Його рецензії вирізнялись високим науковим рівнем, доброзичливістю та бажанням допомогти

авторам зробити роботу кращою.

Надзвичайно різнобічною і плідною була педагогічна діяльність І.В.П'ятницького, яку він розпочав у 1937 році на кафедрі аналітичної хімії, ще навчаючись в аспірантурі. Перший же підготовлений у співавторстві з А.К.Бабко підручник з кількісного аналізу для студентів хімічних спеціальностей, опублікований в 1956 р., вигідно вирізнявся серед багатьох інших чітким і логічним викладенням, що робило складний матеріал простим для розуміння. Підручник цей (з авторськими переробками і доповненнями) витримав чотири видання і досі є одним із найкращих підручників з кількісного аналізу. Його перекладено на грузинську, вірменську та португальську мови. На цьому та багатьох інших підручниках та посібниках навчались багато поколінь хіміків взагалі і аналітиків зокрема. І сьогодні широко використовуються такі підручники, як "Теоретические основы аналитической химии" (1978 р.), "Физико-химические методы анализа" (у співавторстві з Бабко А.К., Пилипенко А.Т., Рябушко О.П., 1968), „Аналитическая химия" в 2-х томах (у співавторстві з Пилипенком А.Т., 1990), "Аналітична хімія" (у співавторстві з Ф.Г.Жаровським та А.Т.Пилипенком, 1969 та 1982 рр.). За останній з перелічених підручників колектив авторів отримав Державну премію Української РСР у галузі науки і техніки (1973 р.).

Не втрачають також свого значення і близько 20 учбово-методичних розробок до лабораторних робіт та лекцій. Про надання великого значення підготовці лекцій свідчить стаття І.В.П'ятницького "Лекция: от монографии к студенческой аудитории", надрукована в "Журн. Аналит.химии" за 1990 р. Очевидно, тому його лекції завжди були доскональними: змістовними, добре продуманими, простими і доступними. Професор П'ятницький І.В. виховав велику наукову школу хіміків-аналітиків,



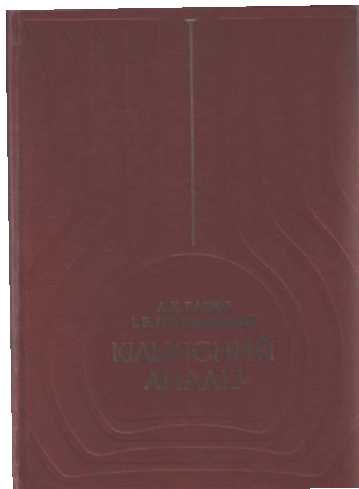
які плідно працюють в Україні, Грузії, Вірменії, Молдові, Туркменії, В'єтнамі, Словаччині.

Дуже інтенсивною була робота І.В.П'ятницького по вдосконаленню методики викладання аналітичної хімії. Багато уваги приділяв він питанням про предмет аналітичної хімії і її місце в системі інших наук, про зв'язок аналітики з іншими науками - фізикою, математикою тощо. 15 програмних доповідей, прочитаних Ігорем Володимировичем на методологічних конференціях різного рівня у Києві, Братиславі, Москві, Суздалі, Ризі і інших місцях, мали незмінний успіх та викликали гарячу дискусію.

В усіх аспектах своєї діяльності І.В.П'ятницький перш за все -особистість, людина високої культури і духовності, Людина з великої літери. Його життя не обмежувалось науковою та педагогічною діяльністю; він цікавився філософією, мистецтвом, багато подорожував, любив і добре знав поезію, сам писав вірші та поеми, присвячені дружині, друзям, захопленням (Поема про сад), подорожам.

Ще в час навчання в університеті Ігор Володимирович одружився з Тетяною Омелянівною Гетьман; це про таке подружжя говориться у народних казках: "вони жили довго і щасливо і померли в один день"(13 липня 2000 року).

На протязі всього життя Ігоря Володимировича і Тетяну Омелянівну неможливо було уявити окремо . Разом вони не лише проводили дозвілля, а й бували на конференціях, нарадах. Як кандидат хімічних наук і гарний фахівець, Тетяна Омелянівна не тільки надихала Ігоря Володимировича на творчість, але й допомагала практично; майже в кожному його підручнику або монографії у передмові висловлюється подяка дружині за допомогу у підборі матеріалів та підготовці видання до друку.



*И я скажу, в том нет сомненья,*

*Что я счастливый человек,*

*Что в жизни каждое мгновенье*

*С тобой был рядом - весь свой век*

- так писав Ігор Володимирович у вірші, присвяченому Тетяниному дню у 1994 р.

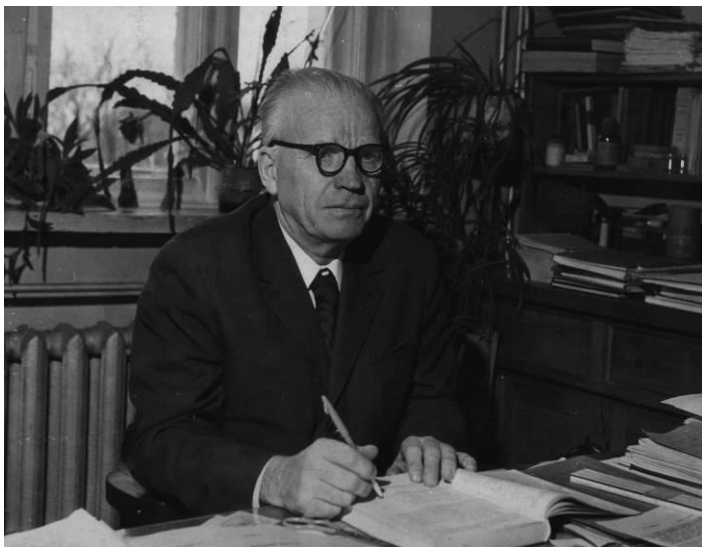
Надзвичайно коректним, тактовним був І.В.П'ятницький у стосунках із співробітниками, аспірантами, студентами. На іспитах, не зважаючи на докори студентам за використання шпаргалок, він умів об'єктивно оцінити їх знання, задаючи додаткові питання, і не було випадку, щоб студенти оскаржували його оцінку.

Ніхто ніколи не бачив його у гніві, всі проблемні питання вирішувались із розумінням і намаганням допомогти. Колектив кафедри глибоко поважав професора П'ятницького за його демократизм, щирість, делкатність, доброзичливість. Він був людиною з широким кругозором, добрим, уважним, співчутливим. З ним завжди можна було порадитись, його думку надзвичайно цінували.

І.В.П'ятницький назавжди залишиться в пам'яті своїх учнів, колег, друзів і кожної людини, з якою він коли-небудь спілкувався.



СТОРИНКИ ТРУДОВОЇ ДІЯЛЬНОСТІ І.В. П'ЯТНИЦЬКОГО



И.В. Пятницкий за рабочим столом. Киев, декабрь 1972г



И.В. Пятницкий в рабочем кабинете. 1 апреля 1980

Молодий доцент І.В. П'ятницький в оточені студентів





На фото: Пятницький І.В., Долинская Г.М., Рябушко О.П. и студенти аналитики 4-го курса КГУ 12 апреля 1947г

**Молодий викладач І.В. П'ятницький в оточенні співробітників та аспірантів кафедри аналітичної хімії**



Апрель 1948г. На фото: сидят слева направо: Пилипенко А.Т., Жаровский Е.Г., Пятницький І.В.; стоят: Михельсон М.Б., Долинская Г.М., Тананайко М.М., Дубовенко Л.И.



1954г. На фото: сидят слева направо: Бабак Я.К., Михельсон П.Б., Пилипенко А.Т., Бабко А.К., Жаровский Е.Г., Пятницкий И.В. со студентами и аспирантами.

**1957г. Викладач І.В. П'ятницький на заняттях з електрохімічних методів аналізу**



На фото: Пятницкий И.В., Пинаева С.Г., Розенфельд А.Л.



П'ятницький І.В. с аспірантками. 1971г.  
**Кафедра аналитической химии в разные годы**



**1956**

На фото (слева направо): 1 ряд) Михельсон П.Б., Тананайко М.М., Михальчишин Г.Т., Кучеренко Н.М.; 2 ряд) Середа Е.С., Семчинская З.А., Пятницький І.В., Жаровский Е.Г., Бабко А.К., Пилипенко А.Т.; 3 ряд) Дехтярева О.М., Шульга А.П., Долинская Г.М., Розенфельд А.Л.; 4 ряд) Клибус Г.Х., Пинаева С.Г.; 5 ряд) Рябушко О.П., Бабак Л.К.



1957

На фото (слева направо): Гаврилова Э.Ф., Жаровский Е.Г., Клячко Ю.А., Пилипенко А.Т., Бабко А.К., Калиниченко И.Е., Тананайко М.М., Михельсон П.Б., Ольхович П.Ф., Михальчишин Г.Т.



1965

**Слева направо:** 1 ряд) Жаровский Е.Г., Доминская Г.М., Глущенко Л.М., Пятницкий И.В., Дубовенко Л.И., Михельсон П.Б., Бых Л.Ф., Макаренко Б.; 2 ряд) Бабак Л.К., Кучеренко Н.И., Тананайко М.М., Боряк А.К., Крохневская В.И., Сокова И.И., Клибус Г.Х.; 3 ряд) Рычун Н., Сухан В.В., Гаврилова Э.Ф., Глущенко Л.М., Горлач В.Ф.



**1984.**

Слева направо: 1 ряд) Дубовенко Л.І., Тананайко М.М., П'ятницький І.В., Коваленко В.Н.; 2 ряд) Долинська Г.М., Коломиєц Л.Л., Боряк А.К., Клибус Г.Х., Верцимах Т., Карпова Л.В., Запорожец О.А.; 3 ряд) Горlach В.Ф., Бых Л.Ф., Пинаєва С.Г., Гаврилова Э.Ф., Глушенко Л.М., Макарчук Т.Л., Гливенко Ю.Б., Ищенко В.Б.; 4 ряд) Симоненко В.И., Пилипенко Л.А., Тимонтеєва В.П., Сахно А.Г., Франковский В.А., Назаренко А.Ю., Набиванец Е.Ц., Липковская Н.А.

І.В. П'ЯТНИЦЬКИЙ НА КОНФЕРЕНЦІЯХ

Глубокоуважаемый Яков Израильевич!<sup>3</sup>

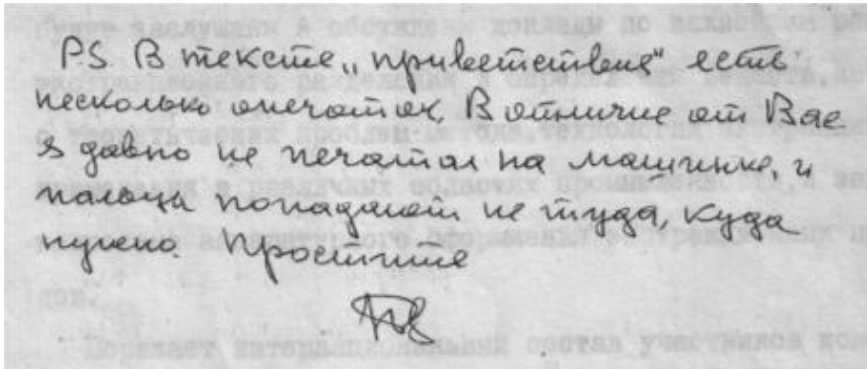
Спасибо за теплое письмо. Я рад, что Вам и Вашей семье удалось хорошо отдохнуть, без ощутимых потерь, хотя и на грязном и мокром белье. Такова наша жизнь! Сейчас от всей души желаю Вам успеха и способности справиться со всеми проблемами конференции.

По поводу "приветствия" конференции. Я не президент, не академик, не герой - я простой работник, и у меня возникают сомнения, имею ли я моральное право и полномочия "приветствовать". Тем не менее, откликаясь на Вашу просьбу, я что то написал, и если Вы сочтете уместным, зачитайте или используйте иначе по своему собственному усмотрению - можно просто выбросить в мусорную корзину - я не обижусь.

Или я неправ?



(И.В. Пятницкий) 11 сентября 1992 г.



P.S. В тексте „приветствия“ есть несколько опечаток. В отличие от Вас я давно не печатал на машинке, и палеца попаданий не туда, куда нужно. Простите

---

<sup>3</sup> Лист І.В. П'ятницького до Я.І. Коренмана



Конференція по органічеським аналитическим реагентам, Київ 1975г. Слева направо: А.М. Аришкевич, Ю.И. Усатенко, В.М. Пешкова, А.Т. Пилипенко, И.П. Алимарин, В.А. Назаренко, И.В. П'ятницький, Ю.А. Золотов, С.Т. Гомичек (Югославия), О.П. Рябушко



НСАХ АН ССРСР. г. Одесса, 1977 г. Начиная с В.М. Пешковой: И.П. Алимарин, Ю.А. Клячко, Д.И. Курбатов, И.В. Пятницкий, А.Т. Пилипенко, Б.Я. Каплан, И.А. Шевчук.



## **В оргкомитет конференції ISECOS - 92<sup>4</sup>**

Дорогие коллеги!

Я искренне признателен Вам за то, что вы пригласили меня на конференцию. К сожалению, состояние здоровья не позволяет мне принять участие в ней, о чем я очень сожалею.

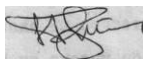
Оргкомитет взял на себя трудную задачу организовать конференцию такого широкого профиля в наше неустойчивое перестроечное время. Актуальность проблемы - жидкостная экстракция органических соединений - совершенно очевидна. В связи с загрязнением атмосферы и водных бассейнов нашей несчастной планеты выбросами токсичных газообразных веществ и промышленными стоками существует настоятельная необходимость создания надежных методов химического контроля степени очистки выпускаемых в моря, реки и озера или в воздух отходов производства, нередко содержащих сложные смеси самых разнообразных вредных для здоровья человека органических веществ. Метод экстракции в этом отношении является весьма перспективным. Судя по программе, на конференции будут заслушаны и обсуждены доклады по важнейшим разделам экстракционного разделения и определения веществ, начиная с теоретических проблем метода, технологии экстракции, ее применения в различных областях промышленности, и заканчивая вопросами аппаратурного оформления экстракционных процессов.

Поражает интернациональный состав участников конференции. Здесь и представители почти всех государств "ближнего зарубежья" - России и Украины, Белоруссии и Казахстана, Таджикистана и Молдовы и др., и химики "дальнего" зарубежья - Франции, Германии, США, Болгарии и т.д. Такой представительный международный форум, посвященный экстракции органических соединений, созывается в славном городе Воронеже - городе бывшего Советского Союза - впервые, и это безусловная заслуга Оргкомитета.

Я от всей души желаю успеха участникам конференции и уверен, что она принесет ощутимые научные плоды и послужит модным стимулом для дальнейшего развития одного из важнейших разделов аналитической химии.

Примите мой привет и наилучшие пожелания из Киева!

Доктор химических наук  
профессор



И.В. Пятницкий

11 сентября 1992 г.

---

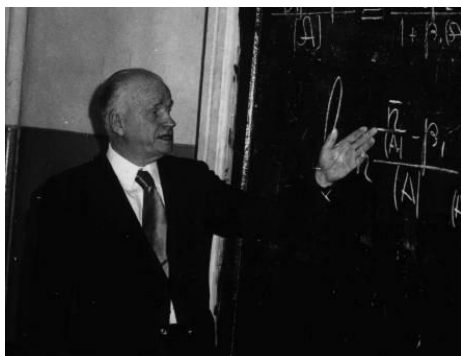
<sup>4</sup> Привітання І.В. П'ятницького до учасників конференції ISECOS - 92



Шестая Украинская конференция по неорганической химии в Донецке, 1968 г.  
А.Т. Пилипенко, Н.С. Полуэктов, И.В. Пятницкий.



Группа аналитиков, работавших главным образом в области электрохимических методов анализа. Сидят слева направо: А.Г. Стромберг, Ю.И. Усатенко, В.Ф. Тропова, И.П. Алимарин, О.А. Сонгина, В.Г. Сочеванов, Р.Х. Пац. Стоят слева направо: И.В. Пятницкий, М.С. Захаров, П.К. Агасян, Ю.С. Ляликов. 1970-е гг. Из книги Ю.А.Золотова "Кто был кто в аналитической химии в России и СССР". М., 2006.



Конференция по аналитической химии,  
Ужгород, 15-20 ноября 1976

Конференция по аналитической химии,  
Алма-Ата 1975



Сессия научного совета по аналитической химии АН СССР, г. Одесса, 1977 г.  
В.П. Антонович и И.В. Пятницкий у памятника Дюку.

ГЕОХИ АН СССР, 1973 г.  
Слева направо: верхний ряд) С.Б. Саввин, Д.П. Щербов, Ю.А. Банковский; нижний ряд) А.Т. Пилипенко, В.М. Пешкова, В.А. Назаренко, И.В. Пятницкий. Из книги Ю.А.Золотова "Кто был кто в аналитической химии в России и СССР". М., 2006.

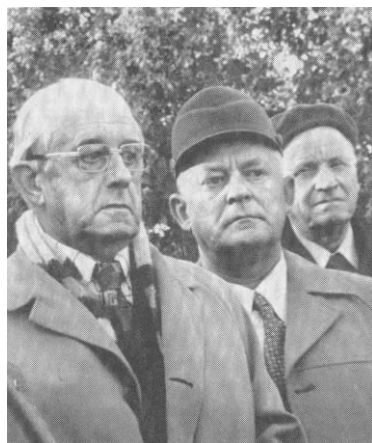


Пятницкий И.В. среди участников конференции

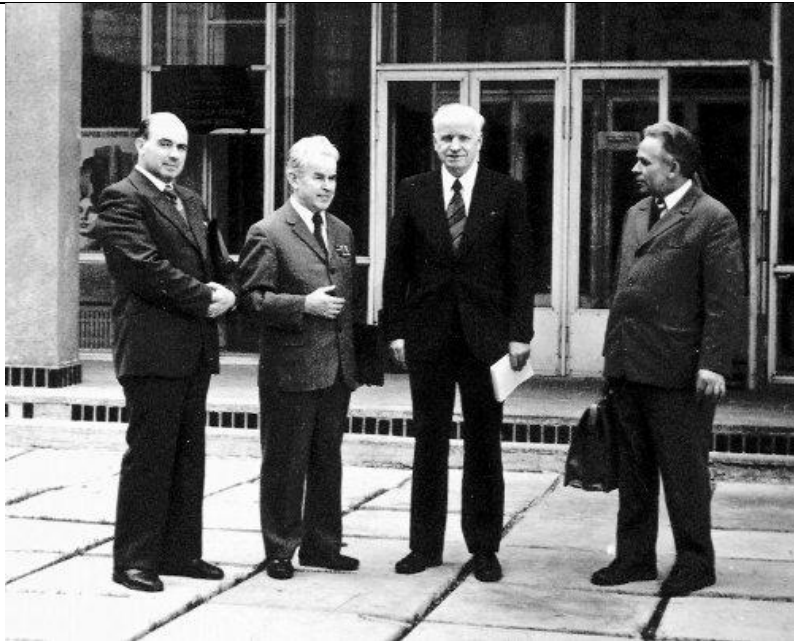
КОЛЛЕГИ



И.В. Пятницкий (на заднем плане) и П.К. Агасян. Репино, 1987 г. Из книги Ю.А. Золотова "Кто был кто в аналитической химии в России и СССР".М., 2006.



И.П. Алимарин, Ю.А. Банковский и И.В. Пятницкий. Из книги Ю.А.Золотова "Кто был кто в аналитической химии в России и СССР".М., 2006.



Институт коллоидной химии и химии воды. 1975г. Слева направо: Тулюпа Ф.М., Усатенко Ю.А., Пятницкий И.В.



Слева направо: Середа И.П., Пилипенко А.Т., Sommer Л. Пятницкий И.В. 1962-63гг

ДОСУГ

**Здравствуй, Мира!<sup>5</sup>**

Окрыленный высокой оценкой моего сатирического таланта и испытываю вследствие этого новый прилив творческого вдохновения, - я пишу тебе снова в надежде, что письмо приведет тебя в восторг и вызовет очередные похвалы в мой адрес. Ах, как приятно их читать!

Кстати, о вдохновении: его появление нельзя пускать на самотек, а следует всячески стимулировать.

Друзья мои, в том нет сомнения,  
Ушло куда-то вдохновенье,  
И, чтоб войти в поэта роль,  
Необходим мне алкоголь.

Стакан вина - вот в чем спасенье;

Еще прошу уединения,

Тогда всего чрез час иль два

Придут все нужные слова

Это - цитата из одной моей стихотворной "поэмы", написанной несколько лет тому назад. Ты не пробовала пробуждать вдохновение таким способом? Я в свое время провал (когда писал диссертацию), и это давало прекрасные результаты. Но ты, вероятно, знаешь, почему нынче алкоголь. Нищему профессору - пенсионеру алкоголь, увы, недоступен!

Впрочем, Пушкин написал о вдохновении значительно лучше, чем я. Вот соответствующая цитата:

«И забываю мир, и в сладкой тишине  
Я сладко усыплен своим воображеньем,  
И пробуждается поэзия во мне:  
Душа стесняется лирическим волненьем,

Трепещет и звучит и ищет, как во сне,

Излиться наконец свободным проявленьем -

И тут идет ко мне незримый рой гостей,

Знакомцы давние плоды мечты моей.

И мысли в голове волнуются в отваге,  
И рифмы легкие навстречу им бегут,  
И пальцы просятся к перу, перо к бумаге,  
Минута - и стихи свободно потекут»

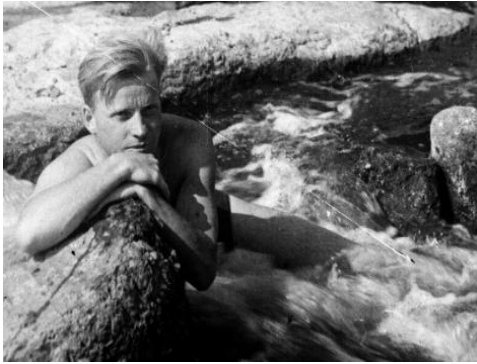
Правда, у Пушкина лучше? Или ты считаешь иначе? Ведь сравнила же ты меня с Задорновым! Между прочим, почему во мне "погиб" талант юмориста? Где же логика? Я всю жизнь был юмористом, а ты этого даже не заметила. Нехорошо!

Итак, что же тебе сообщить о моем «дальнейшем времяпрепровождении»? Ничего интересного сообщить не могу. Впрочем, у нас исчезли (или почти исчезли)

---

<sup>5</sup> Лист І.В. П'ятницького до однокурсниці

очереди, и я поэтому лишился личного общения с "очередниками", то-есть, одного из важнейших источников информации



Корсунь, лето 1940г



Сисица, июнь 1949г



Май 1974, ботанический сад

о состоянии нашего общества; у меня оказалось уйма свободного времени, которое вроде некуда девать. Следствием свободного времени является возможность, без предварительного расталкивания очереди, приближаться к прилавку и созерцать, например, колбасу по 8500 рублей за килограмм. В отличие от тебя, у меня уже не возникает желания ругаться последними словами - я привыкаю. А вот аппетит такое созерцание возбуждает очень хорошо. Небольшая прогулка вдоль прилавков перед обедом весьма полезна для здоровья.

Что еще. Обдумываю, как улучшить работу "агента по снабжению" и дать возможность Тане готовить новые блюда. А возможности от такого обдумывания открываются поистине безграничные. Если тебе понравится одно из перечисленных ниже блюд, можем сообщить подробную рецептуру. Например:

Вальдшнеп жареный;  
Заяц тушеный в сметане;  
Заяц фаршированный;  
Фазан в сметане;  
Камбала в красном вине;  
Лососина в белом вине;  
Крабы в молочном соусе;  
Осетрина на вертеле;  
Поросенок заливной;  
Почки телячьи в соусе с вином;  
Шашлык по-карски;  
Яйца, фаршированные зернистой икрой.

Мы с Таней остановились пока на этом перечне и думаем, как все реализовать. Представляешь, какие новые задачи по снабжению стоят теперь передо мною. Где взять зайца или фазана? А крабы ведь тоже на улице не валяются (к тому же я их терпеть не могу). А где купить вальдшнепов? И сколько они стоят? Но, с другой стороны, обычная пища, как ты сама отмечаешь, осточертела. Вам тоже. Ну что ж будем работать.

Что еще? Несколько дней подряд, не отрываясь от телеэкрана, смотрели смешной и грязный спектакль - заседания IX съезда народных депутатов. Собственно нам то что безразлично - ведь события происходят в другом государстве, и президент не наш, а ваш. Но тем не менее все равно противно видеть, как топчут и шельмуют вашего президента, сколько грязи на него вылили, какая злоба и просто звериная ненависть выплескивается из выступлений некоторых депутатов, какие оскорбления идут в его адрес, какие истеричные выкрики позволяют себе представители лучшей части человечества - женщины - депутаты, сколько здесь элементарного хамства и демагогии. Попытки депутатов всячески унижить президента» унижают, прежде всего, самих депутатов, весь съезд! Мне вспомнился один из сонетов Шекспира, рисующий нравы общества, в котором писателю пришлось жить несколько столетий тому назад.

Вот его текст:

Зову я смерть. Мне видеть нестерпим  
Достоинство, что просит подаянья,  
Над простотой глумящуюся ложь,  
Ничтожество в роскошном одеянье,  
    И совершенству ложный приговор,  
    И девственность, поруганную грубо,  
    и неуместной почести позор,  
    И мощь в плену у немощи беззубой,  
И прямоту, что глупостью слывет,  
И глупость в маске мудреца, пророка,  
И вдохновению зажатый рот,  
И праведность на службе у порока.



Все мерзостно, что вижу я вокруг.

Но как тебя покинуть, милый друг!

Краски здесь, вероятно, сгущены, но в общем это правильнее характеризует и нравы нашего общества, в котором зло побеждает добро.

Нет, я не идеализирую вашего президента. Он наделал много ошибок, так называемая "шоковая терапия" могла бы быть и менее шоковой, и более осторожной. Но все же, все же, все же, как писал когда-то Твардовский, правда, по другому поводу.

Из сказанного как будто можно сделать вывод, что мы только и занимаемся тем, что смотрим телевизор. Но это далеко не так. Угнетает политизация большинства передач, крайне низкий художественный уровень и эстрады, и зарубежных; фильмов, и бездарных ансамблей, и так называемой поп-музыки. Несколько дней тому назад посмотрели в виде исключения передачу под названием "Аншлаг, Аншлаг".

Собрался нас смешить цвет эстрады, сборный концерт с участием Шифрина, Петросяна, Кобзона, Новиковой, Леонтьева и еще многих других. Созвездие! А мне не смешно. Даже Жванецкий (правда, его не было в этот раз) как-то сейчас не смотрится. Шутки плоски, остроты не остроумны. Какое то убожество!



Пятницький І.В. и Кучеренко Н.И. на демонстрації 1 мая 1958г.

Бог его знает, может быть, мы настолько постарели, что перестали воспринимать современное искусство?

Что-то я перешел на слишком серьезный тон, хотя первоначально намеревался еще раз проявить свой "сатирический талант". Надо попытаться сделать последние потуги. Вот ты пишешь, например, что фрукты и овощи слишком дороги и недоступны по цене. Это потому, что вы бездельники и не хотите сами заниматься их выращиванием.

Вот послушай, как мы их выращивали и лелеяли в нашем саду.

Мы рыли ямы в полный рост,  
Таскали ведрами навоз.  
Фруктовых саженцев стволы  
Втыкали в землю, как могли:  
И глубоко, и вкривь, и вкось,  
Кому как, в общем, удалось:  
Ведь не прошли мы курс наук,  
А опыт к нам пришел не вдруг.  
И, наконец, посажен сад.  
Ласкают, радуют наш взгляд  
Деревьев стройные ряды,  
Малины свежие кусты,  
Смородина стоит стеной,  
Крыжовник зреет наливной,  
Вон там -рассада помидор  
Здесь лук, морковь и прочий вздор:  
Укроп, петрушка и чеснок.  
А там -клубники уголок.  
И хрен растет, и сельдерей,  
И множество других корней.  
Друзья! У нас не сад, а рай!  
Осталось снять нам урожай.

И, утерев соленый пот.  
Мы в предвкушеньи тех забот,  
Когда плоды своих трудов  
Легко собрав, без лишних слов  
Их будем лихо поедать,  
И за столами пировать -  
Взяли на службе отпускной,  
И укатали в край иной.  
В тот дивный край, где море плещет,  
В скалистый берег бьет волна,  
Листва дерев чуть-чуть трепещет,  
Тепла и неги ночь полна.  
Где можно вдоволь плавать в море,  
Заботы все - послать к чертям,  
И где, гуляя на просторе,  
Не надо рыть глубоких ям.  
Мы отдохнули, получили  
Сил новых, бодрости заряд,  
И только в Киев прикатили.  
Тотчас направились мы в сад.  
Но что же наш увидел взор?



Демонстрация 7 ноября 1962г. Слева направо: Пилипенко А.Т., Стеценко В.В., Жаровский Е.Г, Пятницкий И.В., Подорван И.М., Соломко В.П., Усков И.А., Бабичев Д.С., Корнилов М.Ю.



Ужгород лето 1967



30-летие освобождение Украины, парад ветеранов. Октябрь 1974.

Если тебя заинтересовала моя поэзия, и ты снова выдашь очередную порцию похвал, тогда вышло тебе следующий фрагмент поэмы, где будет сказано, что "увидел наш взор" и что произошло дальше. Телеграфируй! Телефонируй (можно так сказать по-русски)? В крайней случае, срочно сообщи почтой! Ответ будет выслан немедленно.

В заключение еще несколько слов и дополнительных соображений. Твое письмо нам очень понравилось, и я мог бы обратиться в твой адрес все сделанные мне похвалы и еще много других. Но я не хочу этого делать. Ведь тогда получается вот что. Мы приходим в восторг, следовательно, считаем наши письма каким-то исключением из общего правила. Почему? Мы же с тобой, я полагаю, интеллигентные люди, и нет ничего необычного в том, что наши послания проникнуты иронией по отношению к другим и к самим себе и не содержат, смею думать, заметных стилистических погрешностей или орфографических ошибок. Что в этом странного? Мы это мы. Если бы я писал тебе и десять, и двадцать лет тому назад и не одно, а целую серию посланий, они были бы такими же, может быть, чуть лучше или удачнее. Я вполне уверен, что и твои послания ко мне или к другим были бы такими же и по содержанию, и по художественному (не побоюсь этого слова), уровню. Вот так. Может быть, я неправ, но бесспорно одно - длинные письма я умею писать не хуже тебя.

А вообще то мы мало знаем друг друга. После студенческих лет прошло несколько десятилетий, жизнь далеко развела нас и географически, и чисто по человечески, произошло много и хорошего, и плохого, мы уже не те, что были раньше, мы изменились не только внешне (что естественно), но, вероятно, и внутренне, и те три-четыре кратких встречи, которые состоялись за прошедшее время, конечно, недостаточны для того чтобы познать внутренний мир каждого из нас. Что ты знаешь обо мне? И что я знаю о тебе? Очень немного и очень поверхностно. Можно ли как-то исправить положение? Можно, если мы хотя бы раз в год будем обмениваться посланиями, длинными и интересными.

О болезнях писать скучно. Я понемногу слепну (правда, не так быстро, как ты), "заимел" диабет, что отражается в первую очередь на походке - слабеют ноги. Таня сидит на лекарствах, которые необходимо принимать ежедневно во избежание повышения давления, которое и так достаточно высоко и мы стараемся быть оптимистами и оцениваем себя на 3+.

В общем, нам остается, перифразируя Эдиту Пьеху, сказать: "Мы будем жить воспоминаниями!"

Мне остается просить прощения за машинку, которая не имеет вопросительного знака, и за себя самого, пальцы которого не всегда попадают туда, куда нужно. Это объясняется тем, что я довольно давно уже не печатал много.



Новый год. 1968

## ТВОРЧИСТЬ І.В. П'ЯТНИЦЬКОГО

### СПОГАДИ ПРО АНАТОЛІЯ КИРИЛОВИЧА БАБКА<sup>6</sup>

Я знав Анатолія Кириловича з 1935 року – ще коли був студентом хімічного факультету університету – аж до його останніх днів. Про науковий внесок А.К. у розвиток аналітичної хімії було вже сказано досить багато. Тут доречно підкреслити його чисто людські якості, ті риси особистості, які завжди привертали до нього молодь, викликали глибоку повагу та любов, добру білу заздрість. Доречно згадати окремі епізоди, що ілюструють його наукову принциповість, доброзичливість, дивовижну працездатність та цілеспрямованість, пристрасну закоханість в науку.

А.К. відносився до людей з глибокою повагою та щирою доброзичливістю. Згадується його відношення до студентів. Він вважав, що треба поважати студентів, бачити в кожному з них перш за все людину, що неприпустимо розмовляти з ними у дратівливому чи підвищеному тоні, а тим більше кричати на них. Він завжди пам'ятав про те, що стан професора та заслуженого вченого зобов'язують до коректності і тактовності по відношенню до всіх без винятку людей, особливо до тих, хто стоїть нижче за своїм службовим чи громадським станом.

Цікаво згадати, як А.К. приймав у студентів іспити. У нього була велика алфавітна книжка – декілька таких книжок збереглося до цих пір, - в яку він заносив прізвища тих, хто здавав іспит, питання, які ставилися, свої враження від відповіді та заключну оцінку. Може, й зараз деякі з його учнів зможуть знайти себе в цих нотатках і одержати корисну інформацію про самого себе. Можна було прийти до А.К. через 10 чи 15 років, і він легко міг відновити в пам'яті, що являв собою студент і які у нього були помилки при відповідях.

Цікавим був підхід А.К. до студентів і, як мені здається, до людей взагалі. Він якось говорив мені, що подумки, ще до відповіді, завжди ставив студенту найвищу оцінку, видаючи йому, так би мовити, деякий аванс довіри. Якщо відповідь показувала, що студент не виправдовував виданого авансу – попередня уявна оцінка відповідно знижувалась. Такий підхід до людини приховує в собі глибокий зміст та високу міру доброзичливості. Адже можливий і прямо протилежний підхід, коли заздалегідь вважають незнайому людину поганою, а потім, при подальшому знайомстві, поступово впевнюються в своїй неправоті і змінюють початкову думку.

А.К. вирізнявся вражаючою працездатністю. Зайве говорити про його талановитість – це цілковито впливає з усієї його наукової діяльності. Але працездатність А.К. була зовсім неймовірною. Є без сумніву талановиті люди, які закопують в землю свій талант і назавжди залишаються деякою

---

<sup>6</sup> Рукопис (від 14 березня 1995) з архіву кафедри аналітичної хімії Київського національного університету ім. Тараса Шевченка

річчю в собі, “невизнаними” геніями. А.К., очевидно, добре знав належний комусь вислів, що геній складається з 1% геніальності і 99% працездатності. Він не любив, коли його відволікали від корисної роботи. Розповідають, що інколи він вивішував на дверях свого кабінету табличку “Пішов у Президію”, а в цей час сидів і спокійно працював. А.К. дуже не любив пусті розмови, які, що гріха таїти, ми нерідко ведемо, “убиваючи” – яке жахливе слово – час, тобто, те, що ніколи не повертається назад і тече постійно в одному напрямку. Однак, якщо він бачив, що до нього приходили у справі, тобто, для того, щоб обговорити наукові питання, він зовсім змінювався і на такі бесіди ніколи не жалкував часу. А.К. негативно ставився до непотрібних паперів, яких так багато в наш час. У нього в кабінеті стояв на столі стакан, в який він після надходження кожного нового паперу кидав сірник – а потім демонстрував нам наповнений сірниками стакан як доказ нашого варварського поводження найціннішим капіталом – часом.

Про працездатність А.К. у поєднанні з талановитістю свідчить такий факт. Він захистив кандидатську дисертацію в 1937 році, а вже 30 грудня 1940 року відбувся захист докторської дисертації. Навіть якщо зробити поступку на підвищені в наш час вимоги до дисертацій – захист докторської дисертації через 3 роки після захисту кандидатської здається цілковито фантастичним явищем. Цей захист і зараз стоїть перед моїми очима. Велика хімічна аудиторія хімічного факультету Київського університету була переповнена – на захист прийшли студенти і викладачі факультету, колеги з інших вузів та організацій, друзі, родичі. Такий інтерес був викликаний як тим, що це був перший захист докторської дисертації з аналітичної хімії на факультеті, так і самою темою дослідження. Дисертація була присвячена теоретичним питанням застосування внутрішньокмпліксних сполук у фотометрії. Наукове значення питання зараз очевидне, але тоді існувала певна недооцінка досліджень такого типу. Були вчені, котрі вважали аналітичну хімію простим збірником емпіричних прописів та рецептів і вважали, що фізико-хімічне дослідження процесів комплексоутворення в розчинах не заслуговує на серйозну увагу і не може бути предметом докторської дисертації. Коли хтось на захисті поставив запитання про практичне значення роботи – А.К. накинувся на свого опонента, заявивши, що це все рівно, що запитати про практичне значення закону всесвітнього тяжіння. Зараз ми всі добре розуміємо значення цієї та інших робіт А.К. як для теорії, так і для практики, але тоді таке розуміння було далеко не у всіх. Пам’ятаю, що захист пройшов блискуче і присутні зустріли аплодисментами одностайне рішення Ради про присудження А.К. вченого ступеня доктора хімічних наук.

А.К. був визнаним керівником створеної ним наукової школи. Після закінчення війни, коли А.К. очолив кафедру аналітичної хімії Київського університету, він на одному з перших засідань кафедри виголосив промову, яка на довгі роки визначила напрям наукових досліджень кафедри. Він довів нам, що з усіх типів хімічних реакцій найбільшої уваги заслуговують реакції комплексоутворення, і цим накреслив програму майбутніх досліджень. Незначна деталь – засідання кафедри призначалися в ті повоєнні роки, як правило, на 7

годин вечора, нерідко в суботу. Це було викликано відношенням А.К. до засідань - вони нерідко присвячувались вирішенню другорядних, інколи бюрократичних питань, на обговорення яких А.К. жаль було витратити більш продуктивні ранкові або денні години. Лише після того, як деякі співробітники, обтяжені домашніми обов'язками, стали протестувати - засідання були перенесені на інший час.

Наукова принциповість А.К. характеризувалась, зокрема, тим, що він не терпів (халтури) та несумлінності в науці. Був випадок, коли один вельми заслужений та шанований вчений надіслав до "Українського хімічного журналу" статтю, яка була вже прорецензована і прийнята до друку і, здається, навіть набрана. А.К. вже після цього помітив у ній ряд суттєвих помилок, зняв статтю з набору і направив автору докладний лист, в якому впевнено показав, чому стаття не може бути опублікована і що потрібно зробити для її виправлення.

А.К. вирізняла глибока впевненість у правильності своїх наукових концепцій. Неодноразово на наукових конференціях і нарадах йому доводилося відстоювати свою точку зору і вступати в сутички зі своїми опонентами. Особливо жорстокі суперечки проходили нерідко із завідуючим кафедрою хімічної метрології Харківського університету Миколою Петровичем Комаром. А.К. і М.П.Комар відрізнялись різним підходом до дослідження та вирішення одних і тих же проблем – А.К. прагнув до простоти, М.П.Комар - до строгої, нерідко занадто ускладненої математичної обробки результатів. У цих дискусіях інколи заторкувалось і самолюбство опонентів, виголошувались різкі, і, може, навіть образливі слова. Але до честі обох суперечників це ніколи не переходило в плітки. Згадую, що М.П.Комар уже після кончини А.К. відгукувався про нього з глибокою повагою і визнавав його безсумнівні заслуги в розвитку аналітичної хімії та хімії комплексних сполук.

Цікавими були лекції А.К. з аналітичної хімії для студентів другого курсу. Найсуттєвішим у них було прагнення до простоти і доступності викладення. Велике мистецтво полягає в тому, щоб розповісти про складні явища і процеси простими словами, щоб розкрити *суть* такого складного явища, не затьмаривши її другорядними деталями та непотрібними подробицями. А.К. досконало володів цим мистецтвом. Він добре знав математику, але ніколи не завалював викладу зайвими математичними викладками, які, можливо, робили лекції більш строгими, та зате менш доступними для сприймання.

Цікавим був стиль роботи А.К. з аспірантами та здобувачами. А.К. пропонував тему дослідження і чекав, як проявить себе здобувач при вирішенні поставлених перед ним питань, чи здатний він самостійно упоратися із завданням чи потребує допомоги з боку керівника. Він не любив здійснювати дріб'язкову опіку, давав широкі можливості для виявлення самостійності і не сковував ініціативу працюючого. Лише після того, як виявлялася нездатність здобувача самому упоратися із завданням – А.К. втручався в хід дослідження і допомагав порадами та консультацією.

А.К. був високоінтелегентною людиною. У наш час слово “інтелегент” набуло в очах деяких людей негативного відтінку. Не можу стриматися, щоб не навести цитату з одної статті академіка Д.С.Ліхачова, де він дав блискуче визначення поняттю “інтелегент”. Ось ця цитата (наводиться російською мовою). “лишите подлинно интеллигентного человека полностью его памяти. Пусть он забыл все на свете, не будет знать классической литературы, не будет помнить величайшие произведения искусства, забудет важнейшие исторические события, но если при этом он сохранит восприимчивость к культурным ценностям, эстетическое чутье, сможет отличить настоящее произведение искусства от грубой “штукотины”, сделанной чтобы удивить, если он сможет восхититься красотой природы, понять характер и индивидуальность другого человека, войти в его положение, а, поняв другого человека, помочь ему, не проявит грубости, равнодушия, злорадства, зависти, оценит другого по достоинству, - вот это и будет интеллигентный человек”. Ось це й буде Анатолій Кирилович, - скажу я. Така характеристика повністю стосується А.К. і, звичайно ж, він до того ж не забув ні великих творів мистецтва, ні класиків літератури, ні всього того, про що сказано в першій частині цього визначення. Ось за все це ми поважали і любили А.К., ось за такі риси він і був нам дорогий, і як людина, і як вчений. Саме через це працювати з А.К. було і приємно, і цікаво, і повчально.

\*\*\*

Саме А.К. запропонував мені свого часу тему кандидатської дисертації, яку я виконав і захистив під його керівництвом. Він визначив після цього для мене основні напрями моєї подальшої науково-дослідної діяльності. Один із цих напрямів був тісно пов'язаний із розвитком деяких його наукових ідей: він тоді інтенсивно працював над проблемою комплексоутворення металів з різними органічними реагентами, в тому числі з оксикислотами ароматичного ряду – із саліциловою та з електрохімічними методами аналізу: він доручив мені читати лекції з цього розділу аналітичної хімії та вести практичні заняття зі студентами. І тут наукова діяльність привела до певних успіхів, зокрема, до подальшого розвитку полярографічного аналізу, до публікації ряду оглядових статей в журналі “Заводская лаборатория” та ін. Я пишу все це не тому, що збираюся зайнятися самозвеличуванням, а тому, що хочу підкреслити, що моїм ідейним натхненником та керівником завжди був, як і для багатьох інших, А.К.

Окремо слід відзначити нашу спільну роботу по створенню підручників та учбових посібників. Відомо, що наш підручник з кількісного аналізу перевидавався тричі російською мовою, один раз – українською, був також перекладений на вірменську та грузинську мови. Очевидно, цікаво розглянути питання про методіку нашої спільної роботи. Спочатку ми визначали, які глави та розділи напише кожен із нас. Потім йшла самостійна робота над відповідними текстами. Потім ми обмінювались написаним і кожен робив зауваження. Скажу, що зауваження та побажання А.К. завжди були найбільш суттєвими й глибокими, і важко було з ними не погодитися. Таким чином, у цьому спільному дуеті першу скрипку завжди грав А.К. Ми написали ще уч-



бовий посібник з фізико-хімічних методів аналізу із залученням більш широкого кола авторів. Ними були: Анатолій Кирилович Бабко, Анатолій Терентійович Пилипенко та Олег Павлович Рябушко. Посібник призначався в основному для студентів старших курсів аналітичної спеціалізації. Методика роботи було попередньою. Спочатку розподіл глав та розділів між авторами, потім самостійна робота над цими розділами, потім обмін створеними текстами, після цього спільне обговорення написаного, доведення до остаточного тексту і, на закінчення, ухвалення та передача у Видавництво. Чи варто говорити, що і в цьому “музичному” квартеті перша роль належала А.К., його авторитет був безперечним. Для цього учбового посібника я написав розділ про електрохімічні методи аналізу.

\*\*\*

Принцип вільного, критичного та самокритичного обговорення проведених досліджень завжди був непорушним принципом нашої спільної роботи. На жаль, я майже нічого не можу сказати, як працював у ті дні науковий семінар відділу, оскільки був “університетчиком” і в цій роботі майже ніколи не брав участі. Тим не менше, я був добре знайомий з нарадами більш високого рівня, а саме з роботою аналітичного відділу Всесоюзного хімічного товариства ім. Д.І. Менделєєва. Ці наради завжди проходили у Великій хімічній аудиторії хімічного факультету університету, знаменитій старій аудиторії, добре відомій всім студентам, які закінчували університет, та й не тільки ім. Засідання протягом багатьох років проходили систематично, за небагатьма винятками – щомісяця, завжди під головуванням А.К. Обговорювались закінчені розділи науково-дослідних робіт співробітників академічних інститутів м. Києва, їх дисертації, заслуховувались оглядові доповіді, що стосувалися різних областей аналітичної хімії, та ін. Частими гостями були і вчені інших міст Радянського Союзу, які бажали апробувати свої дослідження або представити до захисту свої дисертації. Непоодинокими були і розчарування, пов’язані з жорсткою критикою робіт, що рецензувалися. Але багатьом доповідачам вручались і “путівки в життя”, і вони потім були довго вдячними Київському університету і особисто А.К. за теплий прийом і зроблені зауваження. Який то був прекрасний час!

\*\*\*

То був час розквіту творчих сил А.К., коли у найвищій мірі виявилися сильні сторони його характеру. Пізніше я ще зупинюся на розвитку його наукових ідей. Тут доречно відзначити одну з найбільш важливих рис, а саме, здатність А.К. залучати до наукових досліджень молоді кадри. А.К. завжди проводив свої наукові дослідження в тісному співробітництві з керованим ним науковим колективом, і роль цього колективу не варто применшувати. Тим не менше душею і серцем всього був саме А.К., він генерував наукові ідеї, його воля і талант, його працездатність і глибоке захоплення наукою були тим двигуном, який приводив у дію весь складний механізм наукового дослідження і давав можливість одержати такі багаті та рясні плоди. У А.К. було загострене відчуття нового. Жодна його публікація не була простим повторенням пройденого, ним чи іншими авторами. Його не можна було зви-

нуватити в епігонстві, хоча деяким своїм колегам він нерідко робив зауваження з цього приводу. У А.К. був дар прогнозування. Він завжди вмів правильно обрати найбільш важливу і найбільш актуальну область аналітичної хімії, в якій доцільно вести дослідження. Ця здатність до прогнозування стосувалася й оцінки творчих можливостей своїх учнів та співробітників. Він добре знав, на що кожен з них зданий і яке саме завдання можна поставити перед кожним, щоб досягти бажаного ефекту.

\*\*\*

Мені важко сказати щось конкретне про слабкі сторони характеру А.К. Те, що сказано нижче, може, в залежності від обставин, проявлятися і як сильні, і як слабкі сторони характеру. Очевидно, можна інколи вважати слабкістю надмірну лагідність, терпимість, невміння або небажання зробити жорстке зауваження, якимось образити людину, навіть у тих випадках, коли вона цього заслуговує. Я ніколи не чув, щоб А.К. підвищував голос, розмовляючи із співробітниками, щоб він стукав по столу кулаком, робив публічні догани, хоча у великому колективі буває все, і порушення дисципліни, і невиконання вчасно отриманого завдання і т.д. Може, це слабкість? А може, навпаки? Справді, не знаю.

\*\*\*

Про широту творчих інтересів А.К., про масштаб результатів його праці можна міркувати (судити) по простому перерахуванню досліджених ним об'єктів та по переліку використаних при цьому методів. Досить сказати, що ним вивчені комплекси сполуки та розроблені методики визначення практично всіх елементів Періодичної системи. Ним вивчені фторидні, роданідні, хлоридні, оксалатні, саліцилатні, пірокатехінатні комплекси металів, комплекси з перекисом водню, різнолігандні комплекси типу гетерополікіслот, сполуки типу органічна основа - метал - ліганд та ін. А.К. застосовував у своїх дослідженнях потенціометричні та амперомеричні методи, фотометрію та спектрофотометрію, кінетичні та люмінесцентні методи. Його цікавили питання хемілюмінесцентного аналізу, співосадження та екстракції, стан високозарядних іонів у розчині, визначення складу малостійких у часі комплексних сполук, індуктивних реакцій окислення – відновлення, застосування іонообмінної та паперової хроматографії та ін., і т.п. Що з усього перерахованого можна вважати “вершиною”? Правильніше було б сказати, що А.К. був “багатовершинним” дослідником, адже в кожному області аналітичної хімії він стільки нового й незвичайного, що це забезпечувало “багатовершинність” результатів. Мабуть, найважливішим з усього перерахованого слід вважати розвиток методів дослідження рівноваг комплексоутворення в розчинах та створення на цій основі серії методик визначення багатьох елементів. Коротко перерахуємо основні досягнення в цій області.

А.К. сформулював визначення поняття “комплексна сполука” в розчинах; він наполегливо пропагував, розвивав та експериментально обґрунтовував ідею про ступінчасту дисоціацію комплексів у розчинах; він розробив метод теоретичного розрахунку ступінчастих констант стійкості комплексів у розчинах; він розповсюдив ідеї методу фізико-хімічного аналізу

М.С.Курнакова на область розчинів комплексних сполук і творчо їх переробив; він відкрив, тобто, творчо переробив і застосував метод ізолярних серій ЖОБА; він розвинув уявлення про різнолігандні комплекси в розчині, розробив класифікацію цих сполук і показав зв'язок їх утворення з процесами гідролізу та полімеризації високозарядних іонів у розчинах.

\*\*\*

Багато в мене залишилося в пам'яті від спільної роботи з А.К., та, на жаль, ще більше і забулося. Із найбільш цікавих, на мій погляд, епізодів, відзначу наступні:

а) 30 грудня 1940 року. У Великій хімічній аудиторії хімічного факультету університету іде засідання Вченої ради. Порядок денний: захист кандидатської дисертації І. В. П'ятницького та докторської дисертації А.К.Бабка. Аспірант Анатолія Кириловича Бабко і він сам, мій керівник, захищають дисертації на одному й тому ж засіданні ради. Присудження відповідних учених ступенів було, звичайно, великою радістю для нас обох. За молодістю років я мало запам'ятав деталей виступу А.К., просто мені було не до того. Але що мене особливо вразило, так це прийнята тоді послідовність обох захистів: спочатку І.В.П'ятницький, а потім А.К.Бабко. У мене ще молоко на губах не обсохло, і раптом я перший! Та вже тоді я добре зрозумів: це зовсім не тому прийняли таку послідовність, що моя дисертація геніальна, а друга – так собі. Звичайно, ці речі зовсім не порівнювані. Я розцінив це як бережне, турботливе ставлення до мене свого керівника, як його бажання всляк допомогти мені в моєму першому виступі на такому відповідальному засіданні. Я до сих пір глибоко вдячний А.К. за це і досі пам'ятаю його благородство та доброзичливість. До речі, якщо я не помиляюсь, захист докторської дисертації А.К. був першим на факультеті у довоєнні роки.

б) Мова піде, власне, не про поодинокий епізод, а про їх, так би мовити, суму. Екзаменатори бувають добрі, байдужі та злі. Цікавий підхід екзаменаторів кожної групи до студентів, особливо другого курсу, котрі ще не зовсім загартовані в боях за оцінки і котрі, природно, часто дуже хвилюються. Злі екзаменатори зразу ставлять умовно (в уме) незадовільну оцінку і лише потім, у процесі екзамену, поступово її підвищують, звичайно, якщо є за що. В цих випадках імовірність поганих оцінок може бути дещо вищою, ніж хороших. Про байдужих екзаменаторів нічого сказати – вони просто байдужі. До першої групи екзаменаторів належать ті, які з самого початку ставлять умовно відмінну оцінку. Однак, якщо вона незаслужена, оцінка поступово знижується. Здавалося б, яка різниця: адже в обох випадках оцінка буде приблизно відображувати дійсний рівень знань студента. Але при підході доброго екзаменатора виникає зразу почуття доброзичливості, розуміння психологічних та інших труднощів, котрі відчуває студент при першій зустрічі з професором. А.К. належав до першої групи екзаменаторів, а це ще раз говорить про його м'якість та інтелігентність.

в) Ще про один епізод, одиничний і не повторюваний потім жодного разу. Якимось у розмові зайшла мова про якийсь музичний твір П.І.Чайковського, і А.К. сказав: яка прекрасна смерть - прямо на диригентсь-

кому пульті з диригентською паличкою в руках. Про таку смерть можна лише мріяти! Трагічна розмова, чи не правда? І яке передбачення!

\*\*\*

Вже було сказано, що головною проблемою праць А.К. був розвиток методів дослідження рівноваг комплексоутворення в розчинах, тобто, термодинамічна характеристика систем. З цієї точки зору досить цікавим є висловлювання А.К. "про шкідливість термодинаміки". Ось воно: "Шкідливість від термодинаміки (про користь написано достатньо). Для термодинаміки важливий початковий і кінцевий стан. І для термодинаміки однаково - чи зразу випарується вода, чи вона пройде через поливний канал, на полях пройде через рослини – і потім випариться. Для термодинаміки однаково: чи зразу перейде енергія в безладний тепловий рух, чи ця енергія спочатку перейде в людину, потім через думку, потім через рух руки з пером – і лише після цього перетвориться в тепло; для термодинаміки в цьому немає ніякої різниці!" Очевидно, саме цими міркуваннями керувався А.К., коли він в одній з праць (разом з Т. Е. Гетьман) відмовився від рівноваги, що встановилася, і зайнявся вивченням нерівноважної системи, запропонувавши методикку дослідження малостійких у часі короткоживучих комплексних сполук у розчинах. Хоча цей напрям і не займає значного місця в роботах А.К., але запропонована методика цікава сама по собі, показуючи намагання А.К. "об'явити необ'ятне" та широту його творчих ідей, бажання пізнати складну кінетику хімічних реакцій. Була винайдена проста конструкція приладу з проточною кюветою, придатна для вимірювання спектрів поглинання сполук із періодом життя порядка декількох секунд. Цей прилад був уперше застосований для визначення складу нестійких у часі комплексних сполук методом ізомольних серій. У такій кюветі було встановлено склад тіосульфатного комплексу заліза, досліджені реакції відновлення перманганату щавлевою кислотою, молібдату та хромату – дифенілкарбазидом, виявлені деякі нестійкі проміжні продукти цих реакцій та ін. Ці роботи уявляються мені досить цікавими і в практичному відношенні, і в теоретичному плані.

\*\*\*

Мені здається, що питання про школу А.К. поставлене не зовсім коректно. Безсумнівно, що така школа була: до цього висновку можна прийти навіть на основі наведених вище відомостей, незважаючи на їх очевидну неповноту та уривчастість. А чи збереглася вона до сьогоднішнього дня? Для цього необхідно проаналізувати, що означає сам термін "школа". Школа (наукова) – це живі люди. Школа – це певна структура, яка народжується, розвивається в часі, і, на жаль, має особливість, як і все у нашому (брентному світі, помирати. Школа – це перш за все лідер, вождь, авторитет, великий вчений – можна підібрати й інші назви, та суть одна: це людина, яка здатна генерувати нові наукові ідеї. Друга складова школи – знову живі люди – учні, послідовники чи якимось ще інакше, які координуються, об'єднуються, концентруються навколо лідера, які складають науковий колектив. Лідер та його оточення вирішують чи намагаються вирішувати якісь наукові проблеми, внаслідок чого виникають нові теорії, чи гіпотези, чи методи, чи експеримен-

тальні залежності, взагалі, наявний корисний результат. Отже, школа – це поєднання лідера і наукового колективу, які розвивають певні ідеї і приходять до певного результату. Мої елементарні міркування дозволяють прийти до наступного висновку. А.К. немає вже понад 35 років, отже, немає лідера, і немає його заміни, скільки-небудь рівноцінної. Науковий колектив розпався. Хтось виїхав за кордон або в країну, яка нещодавно стала закордоном, хтось покинув цей світ, хтось зайнявся бізнесом, хтось став пенсіонером і намагається вирішувати не наукові, а побутові проблеми, що в наш час нелегко і т.д. Значить, школи А.К. більше немає, вона не існує. Гірко визнавати це! Звичайно, є і зараз співробітники, які по мірі своїх сил розвивають науку, та це вже школа не А.К.

Звичайно, процес пізнання зупинити неможливо. Прийдуть інші люди, зміняться покоління, виникнуть інші школи. Але те, що зробив Анатолій Кирилович і його школа – не буде забуто ніколи!

### ПОЭМА О САДЕ

*Дорогому другу, славному садоводу,  
лучшему садоводу АН УССР Науму Александровичу Лангеру,  
друзьям садоводам и примкнувшим к ним посвящается*

*Эпиграф<sup>1</sup>*

*(по мотивам древних русских народных сказаний и былин)*

Ой ты, гой еси, добрый молодец,  
Добрый молодец, садовод ты мой.  
Что, детинушка, пригорюнился,  
Что повесил ты буйну голову?  
Аль не любит тебя красна девица,  
Аль жена ушла с злым разлучником,  
Аль побил тебя бусурманище,  
Поломал в бою меч булатный твой?  
Не нужна мне любовь красной девицы,  
А жена меня холит, балует.  
Не встречался я с вражьей силою,  
Вострый нож в ножнах на стене висит.  
А гнетут меня три кручинушки,  
Три несчастья, три заботушки!  
Износился в пути конь железный мой,  
И пора в ГАИ техосмотр пройти.  
А инспектор злой, супостат лихой  
Не взлюбил меня пуще недруга.  
Не взлюбил меня, все цепляется,  
Все цепляется, придирается.  
А и то не так, а и се не так,

Хода нет коню, хода нет никак.  
А еще беда, хуже первой той  
Что болят мои стары косточки!  
Одолел меня ревматизм такой  
Крутит, гнет дугой, гнет к земле сырой.  
Уж я мазался, в бане парился,  
Принимал вовнутрь зелье адове,  
У знахарок был, к лекарям ходил,  
Мочи нет терпеть, белый свет не мил!  
А еще беда, горше первых двух:  
Не родит плодов мой зеленый сад.  
Все покрыл ковром вредный злак-трава,  
Гнус поел плоды, изничтожил их.  
Рвал бурьян-траву из последних сил.  
Изводил я гнус зельем дьявольским.  
Ан растет бурьян, ан летает гнус,  
Прогневили мы, видно, господа.

*Эпиграф II (почти как Багрицкий)*

И вот, начинаем поэму о саде,  
О саде, где найдены бодрости клады,  
О кладах, добытых ценою труда,  
Трудах, сохранявших здоровье всегда.

**ПОЭМА**

Тринадцать лет тому назад  
Мы заложили этот сад.  
Была здесь степь без деревца,  
Не видно было ей конца.  
Здесь рос пырей, шумел ковыль,  
И ветер нес клубами пыль.  
Но вот пришел сюда народ,  
И появился садовод.  
Мечтал он степь преобразить,  
На голом месте сад взрастить,  
Затратив малые труды,  
Собрать обильные плоды.  
И, окрыленные мечтой,  
Вступили мы с землею в бой!  
Мы рыли ямы в полный рост,  
Таскали ведрами навоз,  
Фруктовых саженцев стволы  
Втыкали в землю, как могли,  
И глубоко, и вкривь, и вкось,  
Кому как, в общем, удалось.  
Ведь не прошли мы курс наук,  
И опыт к нам пришел не вдруг,  
И, наконец, посажен сад.  
Ласкают, радуют наш взгляд  
Деревьев стройные ряды,  
Малины свежие кусты,  
Смородина стоит стеной,  
Крыжовник зреет молодой.  
Вон там - рассада помидор,  
Здесь - лук, морковь и прочий вздор:  
Укроп, петрушка и чеснок,  
А там клубники уголок,  
И хрен растет, и сельдерей,  
И множество других корней.  
Друзья, взрастили мы не сад, а рай!  
Осталось снять нам урожай.  
И, утерев соленый пот,  
Мы, в предвкушеньи тех забот

Когда плоды своих трудов  
Легко собрав без лишних слов  
Их будем жадно поедать  
И за столами пировать, -  
Взяли на службе отпускной  
И укатали в край иной.  
В тот дивный край, где море плещет,  
В скалистый берег бьет волна,  
Листва дерев чуть-чуть трепещет,  
Тепла и неги ночь полна,  
Где можно вдоволь плавать в море,  
Заботы все послать к чертям,  
И где, гуляя на просторе  
Не надо рыть глубоких ям!  
Мы отдохнули, получили  
Сил новых, бодрости заряд,  
И только в Киев прикатали  
Куда ж направились мы? В сад.  
Но что же наш увидел взор?  
Где крупный красный помидор?  
Зеленый свежий огурец?  
Где лук и морковь, наконец?  
Исчезло все. Сплошной ковер  
Покрывл и красный помидор,  
Укроп, петрушку и чеснок,  
Клубники красный уголок.  
Большие желтые цветы  
Разбили хрупкие мечты!  
Везде стеной стоял бурьян.  
Он, словно злостный хулиган  
К нулю труды все наши свел  
И урожай наш перевел.  
Как в страшном сне, мы наяву  
Уныло дергали траву.  
И на коленях, и ползком,  
На животе и кувырком.  
Но рос упрямо вредный злак,  
Не побороть его никак.

И так прошел наш первый год.  
 Он много нам принес забот.  
 Он показал трудов тщету,  
 И вверг в беду и суету.  
 Увы. Не надо бить в литавры!  
 Год первый не принес нам лавры.  
 Но снова к нам пришла весна.  
 С собою принесла она  
 Надежд и планов новых рой,  
 Покончила с былой тоской,  
 И в сад направились мы смело  
 Чтоб снова приняться за дело.  
 И не гадали мы тогда  
 Какая нас ждала беда.  
 Вредители сплошной толпою  
 Оружье изготовив к бою  
 Шли на сады за рядом ряд.  
 Была здесь тля, и шелкопряд,  
 Моль, медяница, плодоярка,  
 Малинный жук и листовертка,  
 Жук колорадский, жук простой  
 И много нечисти другой.  
 Мы применяли хлорофос,  
 Хлорокись меди, карбофос,  
 Табак, горчицу и махорку  
 И даже, кажется, карболку  
 -Но издевался гнус над нами  
 Ехидно шевеля усами.  
 И поработал он на славу,  
 Плюя на всю нашу отраву.  
 Совсем не зная, как нам быть  
 И как нам горю пособить,  
 Махнули мы на все рукой  
 И укатили в край иной.  
 Туда, где Днестр глубоки воды  
 Несет к Одесским берегам,  
 Где чайки невод к небосводу  
 На зло уносят рыбакам.  
 И видится в туманной дали  
 Времен, прошедших уж давно,  
 Как мы бидонами таскали  
 С базара шабское вино,  
 И заливали жажды жженье,  
 Ставриды жир и жир котлет,  
 Хваля на все лады уменье,

Хозяйки, сделавшей обед.  
 Мы не готовили там яды,  
 И не травили подлый гнус.  
 На рынке все, что было надо,  
 Мы покупали на свой вкус.  
 Земля свершила новый круг,  
 И пригласили мы подруг  
 Еще раз счастья попытать,  
 Хоть что-нибудь в саду собрать.  
 Но мы уж не были невежды  
 И не питали мы надежды  
 Что внемлет бог нашу мольбу,  
 Пошлет нам лучшую судьбу.  
 Причины не было петь песни.  
 На этот раз пришли болезни  
 Плодов, деревьев и кустов,  
 И я скажу без лишних слов,  
 Что ни паршу, ни черный рак  
 Не победили мы никак.  
 Хоть против тех болезней клятых  
 И применяли химикаты.  
 Мы походили, повздыхали,  
 Что можно было, то собирали,  
 И вновь, ценя души покой,  
 Мы укатили в край иной.  
 Туда, где свежий ветер веет,  
 Где на вершинах гор снега,  
 В долинах апельсины зреют,  
 Цветут альпийские луга,  
 Где по туристским горным тропам  
 Бродили мы с тобой не раз.  
 Туда, где вознесен высоко  
 Кавказа старого алмаз  
 Домбай! И до сих пор мы помним  
 смутно  
 Твоих ущелий красоту,  
 И скал отвесных неприступность,  
 И вод нарзанных остроту,  
 Твоих лесов густых прохладу,  
 И говорливые ручьи,  
 И шум спокойный водопада,  
 Кристальной чистоты клочки,  
 Жару и зной лугов раздельных,  
 И холод древних ледников,  
 И синеву небес бездонных,

Свирили горных пастухов.  
Отвлекся я от нашей темы.  
Пора вернуться в край родной.  
Во имя торжества системы  
Вам досказать о жизни той  
Которую в садах вели мы.  
Ну, и Домбай, и горы - мимо.  
Что ж так и шел за годом год.  
Немало всяческих невзгод  
Еще пришлось нам пережить  
Пока удалось сад взрастить.  
Нас дождь мочил, и солнце жгло,  
И снегом чуть не замело  
Когда, навьючив рюкзаки  
Мы шли, пыхтя, как ишаки  
В пургу, по целине снегов,  
Вперед, не вешая голов  
Подами деток накормить,  
А жен картошкой ублажить.  
А вспомним, что у нас болит?  
Жестокий, злой радикулит  
Бывало нас валил пластом.  
И вывозили нас потом  
В машине, словно дров поленья  
Сложив на заднее сиденье.  
Случалось, сев за общий стол,  
Мы выпивали метанол.  
Потом в машине, словно птицы  
Стремглав летели мы в больницу,  
Чтоб, не теряя ни минутки,  
Скорей промыть свои желудки.  
Друзья, но не одни ж несчастья,  
Невзгоды, беды и напасти  
Преследовали нас в садах!  
Давайте вспомним о тех днях  
Когда нам солнышко светило,  
Все было весело и мило.  
Служил нам долго, словно друг  
Старинный бабушкин сундук.  
Когда пришел в негодность он  
Начат строительный сезон.  
Вот вырыт погреб, срублен дом,  
Не надо мокнуть под дождем.  
Водопровод проведен, свет,  
Построен даже туалет,

Есть и удобства, и комфорт,  
И жизнь пошла на первый сорт.  
Давайте вспомним тот пикник  
Когда мы жарили шашлык!  
Его кропили мы вином,  
Огонь вздували сапогом,  
И смаковали за столом,  
И запивали коньяком.  
Не раз читали мы стихи,  
Чтецы же были неплохи!  
К поэзии ведь сердце склонно,  
И мы внимали благосклонно,  
Кто со стыдливой зевотой,  
Кто с чуть прикрытой дремотой.  
А вспомним Лангера нектар!  
Он зажигал в крови пожар!  
Он нас в веселье приводил!  
В нем ягод сок перебродил.  
Был крепок тот нектар и сладок,  
И выпадали мы в осадок  
Когда, хлебнув стакан-другой  
Шли с захмелевшей головой.  
Я утомил вас, сколько мог.  
Но вот вопрос, каков итог?  
Давайте беды наши сложим  
И на весы их все положим.  
А на весов другую чашку,  
Связав в единую завязку  
Мы поместим наши соленья,  
Компоты, соки и варенья,  
Салаты, торты, шашлыки,  
Наливки, вина, пироги,  
В саду обильные обеды,  
И задушевные беседы,  
И мышц усталость - крепатуру,  
И крепкую мускулатуру  
Приобретенную в трудах,  
И аромат цветов в садах,  
И повседневных дел забвенье,  
И от людей уединенье,  
Прохладу летних вечеров,  
Птиц пенье, трели соловьев,  
Блеск молний, грома грохотанье,  
И звезд бесчисленных мерцанье,  
Ночей безлунных тишину



Когда так сладко клонит к сну  
И так безмолвно все вокруг  
Что слышен сердца мерный стук,  
Кто перетянет, чья возьмет,  
Какая чашка вниз пойдет?

Задал загадку вам друзья,  
Но сам ее решил уж я.  
Слова мои, как сталь, тверды: -  
Ура! Да здравствуют сады!

## ПРОГРАМА КОНФЕРЕНЦІЇ

### 10 жовтня, неділя

18:00 Реєстрація учасників конференції (**Васильківська 36, готель**)

19:00 Кава в холі (**Васильківська 36, готель**)

### 11 жовтня, понеділок

12:00 Реєстрація учасників (**Володимирська 62, хімфакультет**)

13:00 Відкриття конференції В.М. Зайцев

13:40 Антонович В.П. Большой Д.В. Некоторые общие методологические вопросы аналитической химии и химической токсикологии

Бакланов А.Н., Чмиленко Ф.А., Бакланова Л.В. Сонолюминисцентная спектроскопия в новом методе получения натрия хлористого фармакопейной чистоты

14:20 А.Е. Васюков, С.Ю. Шекера, А.Г. Гарбуз, В.М. Лобойченко К вопросу нормирования стадии отбора и подготовки проб почвы для химического анализа

14:40 Дедков Ю.М., Казакова Т.А. Исследование взаимодействия борной кислоты с полиолами

15:00 Леонтьев Д.А., Гризодуб А.И., Денисенко Н.В. Развитие системы фармацевтических стандартных образцов в украине

15:20 Перерва на каву

16:00 Логинова Л.П., Бойченко А.П., Фролова А.М., Коновалова О.Ю. Монолитные стационарные фазы – новая надежда жидкостной хроматографии

16:20 Мчедлов-Петросян Н.О. Ионные равновесия в организованных растворах Г. Тодрадзе, Н. Лория, С. Джалагания, Л. Ахалбедашвили Разработка фазового анализа золота

16:40 Ю. В. Холин, А. В. Пантелеймонов, Я. Н. Краснянчин Качественный химический анализ как задача классификации объектов

17:00 **Перерва на каву**

17:20 Чмиленко Ф.А. Комбинированные физические и/или химические действия в пробоподготовке при анализе сложных объектов

18:00 Л.П.Экспериандова, Н.А.Степаненко, И.Б.Щербаков. Улучшенное определение общей минерализации природной воды при помощи кондуктометра

18:20 І.Б.Захарків, М.Ф.Зуй, В.М.Зайцев Рідинна капілярна мікроекстрація ди-н-бутилфталату

18:40 Чмиленко Т.С. Поліелектроліти та потрійні металополімерні комплекси в аналізі

19:00 Зуй О.В. Застосування хемілюмінесценції для визначення складу іонних асоціатів гетерополікислот з катіонними поверхнево-активними речовинами

### 12 жовтня, вівторок (Володимирська 62, хімфакультет)

9:00 Анацька Я.Ю., Блажеєвський М.Є. Пероксокислотометричне визначення ди-медролу

9:15 Арабова З.М., Дедков Ю.М., Корсакова Н.В. О лабилизации родия(III) в цветных реакциях

9:30 Бойко М.Я., Врублевська Т.Я., Коркуна О.Я. Спектрофотометрія сульфаніламідів з тропеоліном о та 4-(2-пиридилазо резорцином)

9:45 Добрянська О.П., Врублевська Т.Я., Каличак О.Я. Вплив поверхнево-активних речовин на чутливість визначення іонів  $os(IV)$  з деякими  $o, o'$ -

- дигідроксизаміщеними азобарвниками
- 10:00 Зайцева Н.В., Кобылинская Н. Г., Зайцев В. Н. Кондуктометрическое определение меркапто- и сульфопропильных групп при их совместном присутствии на поверхности кремнезема
- 10:15 Леоненко И.И., Александрова Д.И., Егорова А.В., Витюкова Е.О. Определение некоторых лекарственных препаратов по их влиянию на люминесценцию комплексов лантанидов
- 10:30 Максімова К.О., Вашкевич О.Ю., Тулюпа Ф.М. Методика спектрофотометричного визначення вмісту антоціанів
- 10:45 Михалина Г.М., Врублевська Т.Я., Коркуна О.Я. Визначення родію(IV) в реальних об'єктах за допомогою морину
- 11:00 Павлова О.В., Супрунович В.И., Головки Д.А. Анализ ферратных растворов прямым титрованием хромитом натрия
- 11:15 Панасюк Н.В., Бубель Т.О., Степневська Я.В., Ткач В.І. Потенціометричні сенсори на водорозчинні вітаміни групи В
- 11:30 Писаревська С., Дубенська Л. Вольтамперометрія іонів Sc(III), Ga(III) та In(III) у присутності деяких о,о'-дигідроксизаміщених азобарвників
- 11:45 Руднев В.А., Бойченко А.П., Карножицкий П.В. Новый подход к классификации товарных бензинов и легких газоконденсатных фракций на основе диэлектрометрических данных и хемометрических методов
- 12:00 Селіванова Т.В., Вишнікін А.Б., Циганок Л.П. Модифікація аналітичних форм  $x\text{mo}0404-$  ( $x=\text{si(IV)}$ ,  $\text{ge(IV)}$ ) для підвищення чутливості їх визначення
- 12:15 Харчук Р., Тимошук О. Вплив природи замісника в азобарвнику на вольтамперні характеристики процесу відновлення іонів Ru(IV)
- 12:30 Обід**
- 13:00 Авдієнко Т.М., Яновська Н.П., Верба А.М., Тулюпа Ф.М. Потенціометричне визначення консерванту  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  (Е 221) у винах та соках
- 13:15 Бойченко А.П., Кларк Б.Дж. ВЭЖХ-разделение хиральных лекарственных веществ с использованием микрогетерогенных подвижных фаз, содержащих тропеолином о та 4-(2-піридилазо резорцином) циклодекстрины как хиральные селекторы
- 13:30 Вишнікин А.Б. Интерпретация аналитических эффектов, возникающих при образовании ионных ассоциатов гетерополианионов с основными красителями, в рамках экситонной теории
- 13:45 Трохименко О.М. Контроль вмісту йоду в харчових продуктах, сільськогосподарській сировині та біологічних рідинах
- 14:00 Юрченко О.І., Титова Н.П., Добрян М.О. Метрологічне забезпечення спектроскопічних методів аналізу
- 14:15 Бубель Т.О., Милін А.М., Супрунович В.І. Фотометричне визначення лаурилсульфату натрію в косметичних засобах
- 14:30 Л.П.Экспериандова, Т.А.Бланк Особенности титриметрического определения воды с применением реактива к.фишера
- 14:45 Ю.В.Бохан, Т.С.Чмиленко, Ф.А.Чмиленко Використання енергії мікрохвильового випромінювання для підвищення ефективності тест-методів аналізу
- 15:00 Гриздуб А.И., Леонтьев Д.А., Дмитриева М.В. Исследование метрологических аспектов контроля качества лекарственных средств в рамках Программы профессионального тестирования
- 15:15 Зінчук В. К. Пероксимонсульфатна кислота – перспективний реагент в хемілюмінесцентному аналізі
- 15:30 Перерва на каву**
- 16:00 Беліков К.М., Брильова К.Ю., Гребенюк М.М., Григорова Г.В., Щербаков І.Б-Х., Драпайло А.Б., Кальченко В.І. Сорбційні матеріали на основі каліксаренів для селективного вилучення Sr та Cs з водного середовища
- 16:15 Хлинцева С.В., Вишнікін А.Б. Визначення форм фосфору у водах та біорідинах
- 16:30 Кольцова Е.Г. Спектрофотометрическое определение флавоноидов в виде

- комплекса с катионом цирконила в косметических средствах, содержащих растительные экстракты
- 16:45 Писаревська С., Дубенська Л., Плотиця С., Левицька Г. Комплексоутворення іонів Sc(III), Ga(III) ТА In(III) з деякими о,о'-дигідроксизаміщеними азобарвниками
- 17:00 Мага І.М. Новий метод спектрофотометричного та хроматографічного визначення загального вмісту первинних амінів
- 17:15 Максімова К.О., Вашкевич О.Ю., Тулюпа Ф.М. Методика спектрофотометричного визначення вмісту антоціанів
- 17:30 Пахомова О.А., Мокшина Н.Я., Коренман Я.И., Нифталиев С.И. Определение незаменимых аминокислот в двухфазных экстракционных системах физико-химическими методами
- 17:45
- 18:00 Циганок Л.П., Вишнікін А.Б., Петрушина Г.О. Окисно-відновні та спектроскопічні властивості 18-молібдодифосфату. Визначення відновників та окисників
- 18:15 Чмиленко Ф.О., Саєвич О.В. Особливості використання дії фізичних полів при прободіготовці біологічних об'єктів
- 18:45 Чмиленко Ф.О., Мінаєва Н.П., Сидорова Л.П. Контроль вмісту гмо в харчових продуктах
- 19:00 Ф.О. Чмиленко, Н.М. Смітюк Вплив ультразвуку на процес вилучення різних форм біогенних та важких металів з ґрунтів
- 19:15 Степневська Я.В., Пантелеева О.С. Дослідження антиоксидантної активності флавоноїдів спектрофотометричним методом
- 19:30 Г.М Тельбіз Орієнтовані в мезопористих плівках наноструктури срібла як ефективні субстрати для методик SERS
- 19:45 Л.П.Експеріандова, С.В.Химченко Тест-засоби і тверді носії у візуальному кольорометричному тест-аналізі рідини

**Перерва на каву**

**20:00 Закриття конференції**

# **Т Е З И ДОПОВІДЕЙ**

**Наукова конференція  
присвячена 100 річниці з дня народження  
професора  
Ігоря Володимировича П'ятницького**

**10-13 жовтня 2010 р. м.Київ**

## ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ КОНСЕРВАНТА $\text{Na}_2\text{SO}_3$ (Е 221) У ВИНАХ ТА СОКАХ

АВДІЄНКО Т.М., ЯНОВСЬКА Н.П., ВЕРБА А.М., ТУЛЮПА Ф.М.

ДВНЗ «Український державний хіміко-технологічний університет», E-mail: ugxtu@dicht.dp.ua

Потенціометричним методом досліджено взаємодію іонів  $\text{SO}_3^{2-}$  з  $\text{Ag}^+$  - іонами,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ,  $\text{I}_2$ . Показано, що  $\text{SO}_3^{2-}$ -іони титруються вказаними реагентами з чіткою фіксацією точки еквівалентності. Величина стрибка на кривих титрування залежить від сили окисника і зменшується в ряду:  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ,  $\text{Ag}^+$  та  $\text{I}_2$ . Вивчено поведінку  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів на срібному електроді та встановлено, що в інтервалі концентрацій  $0,1\text{M} - 1 \cdot 10^{-5}\text{M}$   $\text{SO}_3^{2-}$  спостерігається пряmlinійна залежність між концентрацією  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів та потенціалом срібного електрода. Це можна використати для визначення сульфит-іонів в різних об'єктах.

Досліджено поведінку  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів на платиновому електроді. Встановлено, що між величиною окисно-відновного потенціалу платинового електрода і концентрацією  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів в інтервалі  $0,1 - 1 \cdot 10^{-5}\text{M}$  теж спостерігається пряmlinійна залежність, яка була використана для визначення вмісту сульфит-іонів методом прямої потенціометрії в різних зразках харчових напоїв. Вивчено вплив рН розчину на величину потенціалів  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів на Pt-електроді. Показано, що в межах рН 4,0 – 9,0 величини потенціалів мають сталу величину.

Проведено потенціометричне титрування  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів розведеним розчином  $\text{I}_2$  (0,02 н.) з використанням платинового електрода як індикаторного. Одержані результати дозволили розробити надійний метод визначення  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів у винах та соках.

Досліджено вплив інших відновників, що можуть взаємодіяти з розчином  $\text{I}_2$  і тим самим завищувати вміст  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів. Для цього була використана реакція зв'язування сульфит-іонів карбонільними сполуками, зокрема альдегідами. Потенціометричне титрування  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів у відсутності і присутності бензальдегіду показало, що в присутності альдегіду сульфит-іони повністю зв'язуються у сульфітальдегідну сполуку і йодом остання речовина не титрується. Це дало можливість визначити не лише вміст  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів, а й вміст інших відновників, що присутні у винах та соках.

Правильність та достовірність результатів перевірили йодометричним методом та класичним гравіметричним методом. Результати добре корелюються між собою. Розроблені методики потенціометричного визначення вмісту  $\text{SO}_3^{2-}$ -іонів в забарвлених винах, соках характеризуються надійністю, точністю та експресністю.

## ПЕРОКСОКИСЛОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ДИМЕДРОЛУ

АНАЦЬКА Я.Ю., БЛАЖЕЄВСЬКИЙ М.Є.

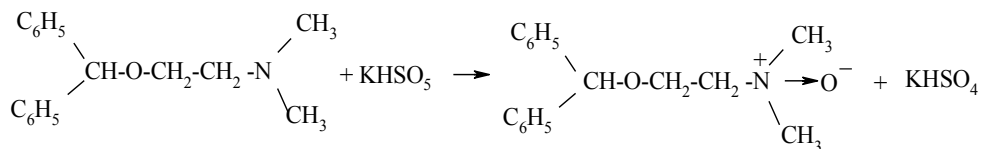
Національний фармацевтичний університет, м. Харків [Blazejowski@ukr.net](mailto:Blazejowski@ukr.net)

Димедрол (2-(дифенілметокси)-N,N-диметилетиламін, дифенгідрамін) – конкурентний антагоніст H1-рецепторів. Блокуючи останні, перешкоджає розвитку фізіологічних ефектів гістаміну. Застосовується при алергічних захворюваннях, також чинить седативну, слабку місцевоанестезуючу дію, пригнічує кашльовий центр. Випускається у вигляді субстанції дифенгідраміну гідрохлориду та лікарських форм: таблеток, розчину для ін'єкцій, ректальних супозиторіїв, гелю для місцевого застосування. Аналітична нормативна документація рекомендує застосовувати для кількісного визначення димедролу у субстанції та лікарських формах метод алкаліметрії. Актуальним є завдання підвищення вибіркової визначення димедролу в присутності допоміжних речовин і супутніх домішок.

Метою даного дослідження було опрацювання нового пероксокислотометричного методу кількісного визначення димедролу в субстанції та лікарських формах з використанням як аналітичного реагента «Оксону» ( $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$ ). Активною речовиною його є кислота калієва сіль пероксомоносульфатної кислоти (калій гідрогенпероксомоносульфат  $\text{KHSO}_5$ ).

Вибір окисника обумовлений його високою окисаційною здатністю ( $\varphi_{\text{HSO}_5^- / \text{HSO}_4^-} = 1,8 \text{ В}$ ), комерційною доступністю, задовільною розчинністю у воді, а також достатньою стійкістю під час застосування та зберігання.

Запропонований метод ґрунтується на окисненні третинного амінного нітрогену препарату надлишком  $\text{KHSO}_5$  у лужному середовищі з утворенням відповідного N-оксиду (схема). Встановлено, що реакція N-оксидзації димедролу перебігає стехіометрично і кількісно: на 1 моль препарату витрачається 1 моль  $\text{KHSO}_5$ . Надлишок непрореагованого калій гідрогенпероксомоносульфату визначали методом йодометричного титрування. Результати вивчення кінетики реакції показали, що N-оксидация димедролу  $\text{KHSO}_5$  при pH 9,0 – 10,0 завершується за 2-3 хв. На підставі знайдених оптимальних умов перебігу реакції N-оксидзації опрацьовані нові оксидиметричні методики кількісного визначення димедролу в субстанції, таблетках по 0,05 г (ЗАТ Дарниця) та 1% розчині для ін'єкцій (БАТ „Біофарма”, Україна).



Перевагами запропонованого методу є здійснення аналізу димедролу за біологічно активною частиною молекули, а саме за третинним амінным нітрогеном, задовільна точність ( $\text{RSD} \leq 0,8\%$ ), достатня селективність, відсутність використання висококоштовних стандартних зразків та особливого обладнання, простота та швидкість виконання аналізу. Опрацьовані методики дозволяють здійснювати визначення однорідності вмісту діючої речовини в одиниці дозованого лікарського засобу. Найменша кількість димедролу, визначена за 3S критерієм,  $\text{C}_{\text{min}}$  становить 0,03 мг.

## **НЕКОТОРЫЕ ОБЩИЕ МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ХИМИЧЕСКОЙ ТОКСИКОЛОГИИ**

**\*АНТОНОВИЧ В.П., \*\*БОЛЬШОЙ Д.В.**

\*Физико-химический институт им.А.В.Богатского НАН Украины, \*\*Украинский НИИ медицины транспорта, [antonovich@te.net.ua](mailto:antonovich@te.net.ua)

Современный этап развития аналитической химии (АХ) характеризуется повышенным вниманием к анализу биомедицинских объектов. Хотя самые разные методы и приемы АХ масштабно востребованы в практике работы учреждений медицинского ведомства (в токсикологических и клинико-диагностических лабораториях, центрах контроля качества лекарственных препаратов и исследования их биодоступности и биоэквивалентности), «аналитики-медики и химики-аналитики существуют как параллельно развивающиеся сообщества, почти не контактирующие между собой, хотя разного уровня «пересечения» были бы весьма продуктивны для обоих сообществ» (Ю.А.Золотов). В докладе предпринята попытка показать методологическую общность целей и задач токсикологии и АХ, что следует из сопоставления дефиниций АХ (науки о способах идентификации химических соединений, о принципах и методах определения химического состава веществ и их химической структуры) и токсикологической химии (науки о молекулярных и физических механизмах действия токсичных веществ и продуктов их метаболизма, химических методах их изолирования, идентификации и количественного определения в воде, воздухе, продуктах питания, лекарствах, биологических материалах). Сформулированы некоторые общие методологические вопросы АХ и химической токсикологии, определяющие возможность, необходимость и целесообразность активного взаимодействия химиков-аналитиков и токсикологов.

1. В тандеме «токсикология-АХ» первая ставит задачи, обобщает установленные данные, делает медико-биологические заключения, а АХ обеспечивает надлежащий уровень и точность экспериментальных результатов.

2. Подобие задач и тождественность методов их решения обусловлено междисциплинарным характером токсикологии и аналитической химии.

3. Общность аналитической и токсикологической химии проявляется в постоянной смене приоритетов, как в части задач, так и путей их решения.

4. Единая методология АХ и токсикологии предусматривает одинаковые подходы к контролю правильности результатов измерений на базе химической метрологии. Аналитика и токсиколога объединяет личная ответственность исполнителя за достоверность результатов и арбитражеустойчивость выводов.

5. И в АХ, и в химической токсикологии в последние годы резко возрастает роль современной аналитической аппаратуры и ее адекватного использования.

Рассмотрены перспективы использования в токсикологии современных достижений аналитической химии в области спектроскопических и хроматографических методов анализа биомедицинских и экологических объектов. Сделан вывод о том, что успешное развитие современной токсикологии могут обеспечить специалисты, не только получившие базовое медицинское образование, но прежде всего знающие аналитическую химию, химическую метрологию, владеющие сложной компьютеризированной измерительной аппаратурой.



## **СОНОЛЮМИНЕСЦЕНТНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРОДУКТА В НОВОМ МЕТОДЕ ПОЛУЧЕНИЯ НАТРИЯ ХЛОРИСТОГО ФАРМАКОПЕЙНОЙ ЧИСТОТЫ**

БАКЛАНОВ А.Н., ЧМИЛЕНКО Ф.А., БАКЛАНОВА Л.В.

Украинская инженерно-педагогическая академия, г.Харьков

Натрий хлористый фармакопейный применяется при получении физиологических растворов. Наибольшее распространение получил изотонический раствор 0,9 % NaCl, который применяется в качестве дезинтоксикационного средства, для коррекции состояния при обезвоживании, для растворения других лекарственных препаратов и, реже как заменитель крови.

Основную трудность при получении натрия хлористого фармакопейной чистоты представляет удаление избытка сульфат-ионов. Для этого, в настоящее время, используется раствор хлористого бария, образующего с сульфат-ионами малорастворимое соединение - сульфат бария. При этом не исключается попадание в конечную продукцию небольших количеств растворимых солей бария (как избытка введенного хлорида бария и, вследствие повышения растворимости сульфата бария в растворе хлорида натрия из-за солевого эффекта), являющихся сильным ядом, который может накапливаться в организме.

Нами предложено, для повышения безопасности используемых физиологических растворов и исключения дорогостоящего реагента – хлорида бария, применять новый метод получения хлорида натрия фармакопейной чистоты путем его отбора на соответствующей стадии работы вакуум-выпарного аппарата при получении поваренной соли сорта «Экстра». Метод основан на последовательной кристаллизации солей, входящих в состав природного рассола - хлорида калия, хлорида натрия, хлорида магния, хлорида кальция и сульфата магния. При этом, для лучшего разделения кристаллизации солей и уменьшения содержания сульфат-ионов в конечном продукте вследствие сокристаллизации, предложено процесс проводить при воздействии ультразвуковых колебаний определенных параметров в вакуум-выпарном аппарате.

Предложено для улучшения работы вакуум-выпарных аппаратов и качества натрия хлористого фармакопейного использовать специальную автоматизированную систему, состоящий из сонолюминесцентного датчика, опускаемого непосредственно в скважину, сонолюминесцентного спектрометра на базе атомно-абсорбционного спектрометра AAS-3 (Германия) и вакуум-выпарного аппарата, усовершенствованной конструкции с автоматикой настройки параметров вакуум-выпарного аппарата на изменившийся состав рассола. Передача аналитического сигнала от датчика к сонолюминесцентному спектрометру осуществляется на частотах 400-600 МГц, а к аппаратуре управления вакуум-выпарным аппаратом аналитическая информация передается на частотах 650-800 МГц.

Обновление пробы рассола в измерительной камере датчика и последующее измерение происходят каждые 25 минут, что соответствуют технологическим циклам подачи рассола в вакуум-выпарные аппараты. Причем результаты анализа, предшествуют технологическому циклу, что позволяет вовремя автоматически скорректировать параметры работы вакуум-выпарного аппарата.

Проведенные испытания работы автоматизированного сонолюминесцентного спектрометра показали возможность проведения прямых определений содержания основного вещества и макропримесей непосредственно в скважине. Полученный продукт натрия хлористый удовлетворяет требованиям ФС 42-2572-88. Метод опробован в условиях Славянского солеварочного комбината, где был построен цех по производству натрия хлористого фармакопейной чистоты.

## **ВЭЖХ-РАЗДЕЛЕНИЕ ХИРАЛЬНЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОГЕТЕРОГЕННЫХ ПОДВИЖНЫХ ФАЗ, СОДЕРЖАЩИХ ЦИКЛОДЕКСТРИНЫ КАК ХИРАЛЬНЫЕ СЕЛЕКТОРЫ**

БОЙЧЕНКО А.П.<sup>1</sup>, КЛАРК Б.ДЖ.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Харьковський національний університет імені В.Н. Каразіна, boichenko@univer.kharkov.ua

<sup>2</sup> Університет г.Бредфорд, Великобританія

Развитию аналитических методов для хиральных разделений лекарственных веществ в последние десятилетия уделяется особое внимание в связи с возможными различиями физиологической активности энантиомеров. Хроматографические разделения энантиомеров могут быть выполнены после дериватизации с хиральными реагентами или непосредственно с использованием хиральных селекторов, введенных в стационарную фазу (СФ) или подвижную фазу (ПФ). Циклодекстрины (ЦД) часто используются как хиральные селекторы во многих методиках разделения методом ОФ ВЭЖХ, капиллярного электрофореза, включая мицеллярную электрокинетическую хроматографию (МЭКХ) и микроэмульсионную электрокинетическую хроматографию (МЭЭКХ), что позволяет разделять энантиомеры без дорогих хиральных колонок. Вместе с тем в литературе до сих пор отсутствовали сообщения о применении микрогетерогенных (мицеллярных или микроэмульсионных) ПФ с добавками ЦД для хирального разделения лекарственных веществ на ахиральных обращено-фазовых ВЭЖХ-колонках.

В работе изучена применимость мицеллярных и микроэмульсионных ПФ, содержащих  $\beta$ -циклодекстрины, для хирального разделения лекарственных соединений ибупрофена, кетопрофена, флурбипрофена, супрофена, индопрофена, карпрофена, нитразепама, диазепама, оксазепама, сальбутамола, тербуталина и норгестрела.

Изучено пять типов ПФ, содержащих добавки  $\beta$ -ЦД, метил- $\beta$ -ЦД и гидроксипропил- $\beta$ -ЦД при pH 6: водно-органическая ПФ с ацетонитрилом, анионная и катионная микроэмульсия, анионная и катионная мицеллярная ПФ, неионная мицеллярная ПФ. Водно-органическая ПФ, содержащая 25 mM гидроксипропил- $\beta$ -ЦД, обеспечила разделение энантиомеров норгестрела, однако с низким разрешением. Мицеллярные ПФ, содержащие ионные мицеллы и любой из ЦД, оказались не пригодными для разделения энантиомеров, хотя введение ЦД в микрогетерогенные ПФ влияло на время удерживания лекарственных веществ.

Многообещающий результат получен для неионных мицеллярных ПФ с добавками ЦД: они обеспечили разделение энантиомеров норгестрела (добавка метил- $\beta$ -ЦД) и оксазепама (добавка гидроксипропил- $\beta$ -ЦД). Возможность разделения энантиомеров на ахиральных колонках с мицеллярными ПФ, содержащими ЦД как хиральные селекторы, может составить хорошую альтернативу методу ВЭЖХ с хиральными колонками при хиральном разделении лекарственных веществ. Полезными для контроля энантиомеров будут такие преимущества мицеллярных ПФ как возможность прямого ввода проб физиологических жидкостей, одновременное разделение заряженных и незаряженных солютов, отказ от дорогих и воспаляющихся растворителей, используемых в традиционной ВЭЖХ.

## СПЕКТРОФОТОМЕТРІЯ СУЛЬФАНІЛАМІДІВ З ТРОПЕОЛІНОМ О ТА 4-(2-ПРИДИЛАЗО РЕЗОРЦИНОМ)

БОЙКО М.Я., ВРУБЛЕВСЬКА Т.Я., КОРКУНА О.Я.

Львівський національний університет імені Івана Франка, [boiko\\_maria@ukr.net](mailto:boiko_maria@ukr.net)

Кислотний моноазобарвник тропеолін О має вузьке застосування у хімічному аналізі. Його використовують для спектрофотометричного визначення металів – осмію та паладію. Гетероциклічний азобарвник 4-(2-піридилазо резорцин) (ПАР) використовують для спектрофотометричного визначення багатьох  $d$ -металів. Для визначення органічних речовин обидва ці барвники раніше не використовуються. Хоча для спектрофотометричного визначення сульфаніламідів часто використовують органічні реагенти, однак їх застосування є утрудненим, оскільки вимагає використання органічного середовища, в багатьох випадках вони є не дуже селективним і чутливим. Серед барвників для визначення сульфаніламідів використовують алізарин і його похідні, однак методики з їх використанням є низькочутливими та малоконтрастними.

Нами встановлено, що діазосоли сульфаніламідів, отримані в середовищі 0,5 М хлоридної кислоти, взаємодіють з тропеоліном О та ПАР у лужному середовищі при рН=10-11 утворюючи сполуки синього кольору – дисазобарвники із співвідношенням сульфаніламід:азобарвник=1:1 при 1,5-кратному надлишку барвників, інтенсивність поглинання яких при  $\lambda=595\pm 5$  нм пропорційна концентрації сульфаніламіду у досліджуваному розчині. Діазотування сульфаніламідів можна проводити при кімнатній температурі та при 0°C. Використання льодяної бані дозволяє скоротити тривалість стадії діазотування до 10 хв, в порівнянні з діазотуванням при 20°C, що триває 30 хв. Реакційними центрами в даних барвниках є резорцинова група, оскільки інші азобарвники, які не містять цієї групи не вступають в реакції азосполучення із сульфаніламидами.

Межі визначуваних концентрацій сульфаніламідів при використанні тропеоліну О 0,4-12 мкг/мл, а при використанні ПАР – 0,5-10 мкг/мл при відносній похибці визначення менше 3-4%.

Розроблені нами методики апробовані при аналізі однокомпонентних фармацевтичних препаратів та багатокомпонентних ветеринарних препаратів. Присутність наповнювачів (крохмаль, тальк, Са стеарат, глюкоза, поліетиленгліколь), та інших діючих речовин, зокрема антибіотиків не впливають на взаємодію сульфаніламідів з досліджуваними азобарвниками. Отримані результати свідчать про конкурентну спроможність розроблених методик щодо більшості спектрофотометричних методик визначення сульфаніламідів.

## **СОРБЦІЙНІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ КАЛІКСАРЕНІВ ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ВИЛУЧЕННЯ Sr ТА Cs З ВОДНОГО СЕРЕДОВИЩА**

БЕЛІКОВ К.М., БРИЛЬОВА К.Ю., ГРЕБЕНЮК М.М., ГРИГОРОВА Г.В., ЩЕРБАКОВ І.Б.-Х., ДРАПАЙЛО А.Б.\*, КАЛЬЧЕНКО В.І.\*

НТК «Інститут монокристалів» НАН України, м. Харків, [belikov@isc.kharkov.com](mailto:belikov@isc.kharkov.com)

\*Інститут органічної хімії НАН України, м. Київ

Проблемі радіаційного забруднення навколишнього середовища приділяється велика увага у всьому світі. Міжнародна комісія з радіаційного захисту в своїх останніх рекомендаціях висунула більш жорсткі вимоги до доз іонізуючого випромінювання, що є небезпечними для людини, в першу чергу до вмісту  $\alpha$ - і  $\beta$ -випромінюючих радіонуклідів в об'єктах довкілля (The 2007 Recommendation of the International Commission on Radiological Protection. Elsevier, ICRP Publication 103, March 2007).  $^{90}\text{Sr}$  та  $^{137}\text{Cs}$  є одними з найбільш небезпечних радіонуклідів.  $^{90}\text{Sr}$ , будучи хімічним аналогом кальцію, здатен заміщати останній у кістках та тканинах і піддівати опроміненню кістковий мозок та кровоносну систему (ГДК для вод в Україні – 2 Бк/л),  $^{137}\text{Cs}$  заміщує калій в м'язах.

Жоден з існуючих на цей час методів радіаційного контролю не дозволяє проводити вимірювання низьких концентрацій цих ізотопів без їх попереднього концентрування. Селективна екстракція таких радіонуклідів є складною і остаточно не вирішеною науковою і технологічною проблемою.

Відомо, що деякі каліксарени, функціоналізовані амідними угрупованнями, здатні ефективно та селективно зв'язувати стронцій. За своїми характеристиками каліксаренаміди значно перевищують відомі стронцієві комплексоутворювачі – похідні дициклогексано-18-краун-6; похідні калікс[4]арен-краун-6 мають феноменальну цезієву селективність ( $\text{Cs}/\text{Na} > 30000$ ).

В роботі вивчаються сорбційні характеристики матеріалів, отриманих імпрегнуванням похідних калікс[6]-, калікс[8]-аренів та калікс[4]арен-краун-6 в матрицю сополімеру стіролу і дивінілбензолу. Встановлено оптимальні умови сорбції (в статичному режимі) іонів Sr та Cs на таких сорбентах – час встановлення рівноваги в системі «сорбент-розчин», pH середовища, співвідношення компонентів системи.

Максимальна сорбційна ємність матеріалів становила 5,3 та 9,1 мг/г, ступінь вилучення – 90 та 60 % для Sr та Cs відповідно.

## ОСОБЕННОСТИ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕАКТИВА К.ФИШЕРА

Л.П.ЭКСПЕРИАНДОВА, Т.А.БЛАНК

ИТК "Институт монокристаллов" НАН Украины, просп.Ленина, 60, Харьков, Украина, 61001  
eksperiand@isc.kharkov.com

Вода даже в следовых количествах может резко влиять на полезные свойства функциональных материалов. В акваметрии наиболее часто используется метод "классического" титрования по К.Фишеру, нередко выполняющий роль арбитражного. Однако его применение не исключает появления значимых систематических погрешностей в результатах анализа. К сожалению, за редким исключением опубликованные методики не имеют полноценного метрологического обоснования. Нами показано, что применение широко рекламируемых автоматизированных электрометрических методов титрования с использованием реактива К.Фишера зачастую отягощено значимыми систематическими погрешностями в результатах, а воспроизводимость результатов, получаемых при помощи концентрированного реактива К.Фишера значительно хуже, чем в случае варианта с разбавленным реактивом К.Фишера.

Несмотря на универсальность, высокую специфичность и чувствительность, титриметрический метод К.Фишера имеет ряд ограничений и недостатков [1]. Для минимизации случайных и исключения систематических погрешностей при визуальном титриметрическом определении воды в метаноле и  $\alpha$ -оксиде алюминия по методу К.Фишера оптимизированы условия титрования. С целью устранения влияния поверхностной влаги в пустом титровальном сосуде и элиминирования метанольного эффекта предложено предварительно связывать поверхностную влагу реактивом К.Фишера перед каждым анализом. В большинстве случаев определение влажности твердых объектов сводится к определению воды, экстрагированной из пробы в соответствующий органический растворитель. Для титриметрического определения влажности  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  воду из пробы следует извлекать в метанол в течение не менее 15 минут, после чего полученную суспензию титруют реактивом К.Фишера. Показано, что применение раствора фонового красителя (метиленовой сини) в метаноле облегчает титрование суспензий. Получены концентрационные зависимости  $s_r$  для методик определения воды в спиртах и в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , которые удовлетворительно описываются уравнениями прямой. Пределы определения воды ( $X_{\text{lim}}$ ) с помощью титриметрических методик оценивали как значение концентрации, которому соответствует максимально допустимая для количественного анализа чистых веществ случайная погрешность, характеризующая относительным стандартным отклонением  $s_r=0.3$  ( $X_{\text{lim}}$  для метанола, этанола, изопропанола, соответственно, составляет 0.09, 0.02 и 0.03 мг/мл; для  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 0.09 мас. %).

[1] - Т.А.Бланк, Л.П.Экспериандова / Развитие современных методов акваметрии химических веществ (Обзор) // Вестник Харьковского университета. – 2008. Сер. Химия. – Вып. 16(39), № 820. – С. 27-38.

## ВИКОРИСТАННЯ ЕНЕРГІЇ МІКРОХВИЛЬОВОГО ВИПРОМІНЕННЯ ДЛЯ ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ ТЕСТ-МЕТОДІВ АНАЛІЗУ

<sup>1</sup>Ю.В.БОХАН, <sup>2</sup>Т.С.ЧМИЛЕНКО, <sup>2</sup>Ф.А.ЧМИЛЕНКО

<sup>1</sup> -Кіровоградський державний педагогічний університет імені В. Винниченка

<sup>2</sup> - Дніпропетровський національний університет імені Олеся.Гончара

В запропонованих тест – методиках в якості матеріалів носіїв використовували папір – основу для експрес – тестів, метилкремнієву кислоту, тонкий шар силікагелю, желатинову плівку, пінополіуретан (ППУ), тканини зі синтетичних та натуральних волокон. Імобілізовані реагенти наступних класів: триарилметанові, тіазинові, ейродинові, акридинові, азо – та діазосполуки. Для кожної із матриць досліджено залежність ступеня утримання реагентів (R) від кислотності середовища, їх спектрофотометричні та сорбційні характеристики в звичайних умовах та в статичних умовах під дією випромінювання надвисоких частот.

Відомо, що під дією мікрохвильового (МХ) випромінювання спостерігається тепловий та нетепловий ефекти. До перших можна віднести об'ємний нагрів зразку, а до другого – поляризацію та іонізацію молекул, а також резонансне поглинання енергії молекулами, що призводить до порушення структури рідини та послаблення сольватації, впорядкування структури твердих полімерних матриць та виникнення деформацій у їх будові. Доведено, що інтенсифікації процесу сорбції аналітів в умовах мікрохвильового поля сприяє нетепловий фактор. МХ-випромінювання впливає на індикаторні полімерні матриці. Структурування полімерів під дією фізичного поля викликає випрямлення полімерних ланцюгів та виникнення напруги у полімерній матриці. Внаслідок чого можливо звільнення додаткових центрів комплексоутворення та як наслідок збільшення ефективності сорбенту.

В залежності від досліджуваних умов R досліджуваних реагентів змінюється від 50 до 99%. У спектрах реагентів на матрицях спостерігаються зсуви максимумів поглинання на 2-35 нм у порівнянні зі спектрами поглинання у розчині. В залежності від типу індикаторної матриці розрізняємо: паперова матриця - батохромний зсув; матриця на основі силікагелю -- гіпсохромний зсув; ППУ чи тканинні матриці - гіпсохромний або батохромний зсув смужки поглинання. Для всіх індикаторних матриць спостерігається тенденція збільшення ступеня утримання реагентів при фіксації зсуву смужки поглинання по відношенню до водного розчину. Запропоновані ізотерми сорбції в умовах дії мікрохвильового поля свідчать, що при концентрації реагенту 0,1 % ( $\approx 2,5$  мМ) шар молекул реагенту встигає утворитися на поверхні індикаторної матриці за 1-10 хвилин.

Розроблені методики тест – визначення з інтенсифікацією процесів сорбції в мікрохвильовому полі загальної лужності, кислотності, твердості води на основі індикаторних паперових матриць; визначення кислот, лугів на основі тонкошарових індикаторних матриць; визначення Zn (II), Co (II), Ni (II), Al(III), Be (II) на основі тканинних чи ППУ індикаторних матриць забезпечують суттєве скорочення часу аналізу, покращення кольориметричних характеристик забарвлених сполук та сорбційних й метрологічних характеристик індикаторних матриць. Тривалість аналізу 3 - 15 хвилин;  $S_r \leq 0,3$ .

Розроблені методики застосовані для аналізу природних та стічних вод.

## ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ЛАУРИЛСУЛЬФАТУ НАТРІЮ В КОСМЕТИЧНИХ ЗАСОБАХ

БУБЕЛЬ Т.О., МИЛІН А.М., СУПРУНОВИЧ В.І.

ДВНЗ «Український державний хіміко-технологічний університет», [tanya\\_bubel@mail.ru](mailto:tanya_bubel@mail.ru)

Суміші поверхнево – активних речовин (ПАР) знаходять широке застосування в різних галузях промисловості, що зумовлює потраплення і накопичення їх в навколишньому середовищі. Також є важливим дотримання необхідної концентрації ПАР у рецептурах косметичних засобів, так як перевищення цього вмісту може зашкодити здоров'ю людини: викликати подразнення, хвороби та алергічні реакції. Тому важливою і актуальною задачею є розробка чутливих безекстракційних методик кількісного визначення ПАР в різних об'єктах, в тому числі й в косметичних засобах.

Одним із основних компонентів засобів косметико-гігієнічного призначення є аніонні ПАР, а саме лаурилсульфат (ЛС) та лаурилдіетоксисульфат натрію. З метою розробки методик фотометричного визначення цих ПАР нами було досліджено їх взаємодію з катіонними барвниками трифенілметанового ряду: метиловим фіолетовим (МФ), малахітовим зеленим (МЗ) та кристалічним фіолетовим (КФ). При додаванні лаурилсульфату натрію до барвників спостерігається значне зменшення оптичної густини розчинів. В цьому випадку у МЗ спостерігається поява плеча з  $\lambda_{\text{max}} = 590$  нм. У випадку з МФ і КФ спостерігається утворення широкої смуги поглинання з  $\lambda_{\text{max}} = 540$  нм, і плечем з  $\lambda_{\text{max}} = 590$  нм. При додаванні лаурилдіетоксисульфату натрію спостерігається збільшення оптичної густини розчинів і при цьому у випадку МЗ, КФ спостерігається батохромний зсув максимуму поглинання на 10 нм.

Всі ці зміни свідчать про наявність взаємодії катіонних барвників трифенілметанового ряду з аніонними ПАР.

Найбільші відхилення від закону адитивності спостерігаються при рН=4 для КФ і МФ і при рН=6 для МЗ, що відповідає максимальному виходу катіонної форми цих барвників. Крім того, можна відмітити посилення взаємодії ПАР з барвниками в ряду МЗ<МФ<КФ, що пов'язано з появою аукохромних замісників в третьому бензольному кільці. Різний характер взаємодії лаурилсульфату натрію і лаурилдіетоксисульфату натрію можна пояснити посиленням гідрофільності останнього за рахунок наявності двох етоксі-груп в ланцюгу.

Встановлено, що найбільші відхилення від закону адитивності спостерігаються при взаємодії лаурилсульфату натрію з кристалічним фіолетовим, тому для подальших досліджень був обраний барвник КФ. При рН 4 було досліджено вплив концентрації лаурилсульфату натрію на оптичну густину розчинів з постійною концентрацією КФ. Збереження закону Бугера-Ламберта-Бера спостерігалось в інтервалі концентрацій  $2 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-4}$  моль/л. Отримані результати дозволили розробити фотометричну методику кількісного визначення лаурилсульфату натрію.

Розроблена методика апробована на модельних розчинах та реальному об'єкті шампуні. Чутливість методики складає 6 мкг/мл. Правильність результатів визначення ЛС в шампуні перевірили методом добавок. Визначенню не заважають допоміжні ПАР Cocamidopropylbetaine та Cocamide DEA, які часто входять до складу косметико-гігієнічних засобів.

## **ИНТЕРПРЕТАЦИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЭФФЕКТОВ, ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ ОБРАЗОВАНИИ ИОННЫХ АССОЦИАТОВ ГЕТЕРОПОЛИАНИОНОВ С ОСНОВНЫМИ КРАСИТЕЛЯМИ, В РАМКАХ ЭКСИТОННОЙ ТЕОРИИ**

ВИШНИКИН А.Б.

Кафедра аналитической химии, Химический факультет, Днепропетровский национальный университет имени Олеся Гончара, e-mail: vishnikin@hotmail.com

Аналитические эффекты, возникающие при образовании ионных ассоциатов (ИА) гетерополианионов (ГПА) с основными органическими красителями (ООК) (трифенилметановые (ТФМ), родаминовые, полиметиновые и др.), объяснены процессами агрегирования ионов ООК. ГПА как крупные, гидрофобные анионы с низкой поверхностной плотностью заряда образуют прочные ИА, обладающие низкой растворимостью. В результате образования мелкодисперсных агрегативно устойчивых осадков ИА облегчается процесс агрегирования ионов ООК. Это в свою очередь приводит к повышению устойчивости образующихся частиц. В отличие от других анионов ГПА способствуют процессам агрегации ООК даже в очень разбавленных растворах, что определяет высокую селективность соответствующих реакций.

Изменение спектров поглощения ООК при образовании агрегатов ИА ООК-ГПА хорошо интерпретируется в рамках экситонной теории. В спектрах обычно присутствуют две полосы примерно равной интенсивности, смещенные, соответственно, бато- и гипсохромно относительно полосы мономерной формы исходного красителя. Изменение энергии электронных уровней является результатом образования H- и J-агрегатов за счет межмолекулярного дисперсионного взаимодействия π-сопряженных систем. Значительно облегчает образование агрегатов гидрофобное взаимодействие. Данный эффект наиболее отчетливо выражен в спектрах ИА ГПА с полиметиновыми красителями (ПК). Устойчивость этих ИА настолько высока, что их образование является количественным даже в отсутствие избытка красителя. С учетом высоких молярных коэффициентов поглощения ПК, данные ИА следует признать одной из наиболее перспективных аналитических форм для определения P(V), Si(IV) и других ц.а. ГПА.

Следствием образования агрегатов является изменение кислотно-основных и окислительно-восстановительных свойств ионов ООК. Ослабление силы ТФМ красителей как оснований уже давно используется при создании методик, основанных на обесцвечивании только неассоциированных ионов красителя при подкислении. При образовании агрегатов ионы ПК в составе ИА становятся более слабыми восстановителями, что позволяет при действии определенных окислителей селективно обесцвечивать только избыток несвязанного в ИА красителя. Результатом образования агрегатов является тушение люминесценции ПК при образовании ИА с ГПА. Побочным эффектом образования устойчивой мелкодисперсной фазы выступает рассеяние света.

С использованием указанных аналитических эффектов разработаны простые, экспрессные, высокочувствительные и селективные аналитические методики определения ц.а. ГПА (P(V), Si(IV), As(V), Ge(IV)). В широком диапазоне концентраций ( $10^{-8}$ - $10^{-6}$  моль/л) зависимость интенсивности аналитического сигнала от концентрации аналита является линейной.



## К ВОПРОСУ НОРМИРОВАНИЯ СТАДИИ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ ПОЧВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

А.Е. ВАСЮКОВ<sup>1</sup>, С.Ю. ШЕКЕРА<sup>1</sup>, А.Г. ГАРБУЗ<sup>1</sup>, В.М. ЛОБОЙЧЕНКО<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Харьковский национальный аграрный университет им. В.В.Докучаева, Украина, 62483, Харьков, п/о «Коммунист-1», [alex.vasyukov@gmail.com](mailto:alex.vasyukov@gmail.com)

<sup>2</sup>ДП «Харьковстандартметрология»

Опережающее практику развитие законодательной метрологии в области контроля качества объектов окружающей среды провели в настоящее время к одновременному действию нескольких нормативных документов в области отбора и подготовки проб почвы для химического анализа. На эти документы ссылаются в аттестованных методиках, которых разработаны различными ведомствами.

В санитарно-гигиенической системе контроля Минздрава Украины отбор проб почвы, согласно методики «СанПиН 42-128-4433-87 Санитарные нормы допустимых концентраций химических веществ в почве. Методика определения свинца в почве», осуществляют с учетом общих требований по «ГОСТ 17.4.3.01-83. Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб» и методов отбора и подготовки проб по «ГОСТ 17.4.4.02-84 Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа».

В системе аналитических лабораторий Минагрополитики Украины рекомендован «ДСТУ 4287:2004. Якість ґрунту. Відбирання проб», который утвержден приказом Держспоживстандарта Украины от 30 апреля 2004 г. № 85 (вместо ГОСТ 28168-89). Введено 01.07.2005. Требования этого стандарта следует выполнять при работе, например, по МВВ 31-497058-016-2003.

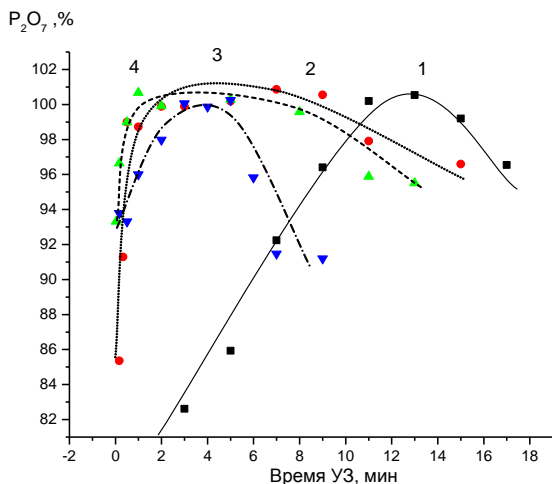
В системе аналитического контроля Минприроды Украины разработан отраслевой нормативный документ «НД. Охорона навколишнього природного середовища та раціональне використання природних ресурсів. Якість довкілля. Відбір проб ґрунтів та відходів при здійсненні хіміко-аналітичного контролю просторового (загального і локального) забруднення об'єктів навколишнього природного середовища в районах впливу промислових, сільськогосподарських, господарсько-побутових і транспортних джерел забруднення. Інструкція», который следует обязательно применять при работе, например, по МВВ 081/12-0009-01, утвержден приказом министра № 72 от 22.02.2005 г. Введено 01.03.2005.

Из приведенного следует, что решение спорных межведомственных вопросов о качестве почв не возможно без составления программы исследований, в том числе без согласованной программы по отбору проб. Сравнение некоторых характеристик перечисленных МВИ по определению Pb в почве на соответствие их требованиям «ГОСТ 8.010-99 Межгосударственный стандарт. Методики выполнения измерений. Основные положения» показывает, что стадии подготовка проб существенно различаются между собой. Все упомянутые выше три методики имеют ААС окончание, поэтому становится очевидным существенная зависимость результата измерения концентрации Pb в почве от стадии подготовки проб. Можно предположить, что именно разнообразие МВИ с разными требованиями к отбору и подготовке проб является одним из основных факторов получения широко диапазона концентраций металлов в почвах и осложняет проведения экспертных оценок качества почв при их загрязнении.

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ КОМБИНИРОВАННОГО ДЕЙСТВИЯ ФИЗИЧЕСКОГО ПОЛЯ И ОРГАНИЧЕСКОГО РАСТВОРИТЕЛЯ ПРИ УСКОРЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ДИФОСФАТОВ

ГУЛЗЕНКО Л.В., ПАНТАЛЕР Р.П.

НТК «Институт монокристаллов»  
НАН Украины, просп. Ленина 60,  
Харьков, Украина,  
[gayduk@isc.kharkov.com](mailto:gayduk@isc.kharkov.com)



В аналитическом процессе определения как основного вещества, так и примесей лимитирующей стадией является пробоподготовка. Традиционные способы пробоподготовки, как правило, длительные и трудоёмкие. Для ускорения стадии пробоподготовки применяют физическое (ультразвук, микроволновое излучение, повышенное давление и др.) и химическое (агрессивные среды, катализаторы и др.) воздействие.

В аналитической практике при косвенном комплексонометрическом определении дифосфаты осаждают в виде  $Mn_2P_2O_7$  при pH 4,1, осадок

растворяют в ЭДТА, избыток которого титруют раствором  $ZnSO_4$ . В литературе условия выделения дифосфата марганца противоречивы. Изучена полнота осаждения  $Mn_2P_2O_7$  в обычных условиях в течение 2-16 ч или в растворе, содержащем ~ 12,7% ацетона.

Длительность процедуры созревания осадка обусловлена укрупнением частиц осадка и очистки его от соосаждённых примесей, а также для достижения равновесия в системе осадок – маточный раствор. Ультразвуковые колебания в ряде случаев оказываются мощным средством, инициируют и интенсифицируют отдельные операции или реакции. При непродолжительной обработке ультразвуковыми колебаниями тонкодисперсные системы коагулируют и могут быть сравнительно легко отфильтрованы. В качестве альтернативы традиционным способам определения дифосфатов использовали ультразвуковую пробоподготовку. Исследована возможность применения УЗ для ускорения созревания осадка  $Mn_2P_2O_7$ . Использовали ультразвуковой диспергатор УЗДН-А с рабочей мощностью 225 Вт, частотой генератора и излучателя 22 кГц. Излучатель с конической насадкой непосредственно вводили своей рабочей частью – «пятак» в стакан, содержащий осадок  $Mn_2P_2O_7$  и маточный раствор (определяли дифосфаты в 5 мл ~ 0,005 М растворе  $Na_4P_2O_7$ ). Содержание дифосфатов (после отделения осадка) определяли косвенно комплексонометрическим методом.

На рисунке представлена зависимость полноты осаждения дифосфатов в виде  $Mn_2P_2O_7$  от длительности ультразвукового воздействия обычным путём без растворителей (кривая 1) и с использованием органических растворителей - ацетон, этанол, изопропанол (кривые 2,3,4). Полученные результаты показали, что сочетание воздействия УЗ и органического растворителя может быть успешно использовано для ускорения созревания осадка  $Mn_2P_2O_7$ , позволяет сократить длительность определения дифосфатов в ~ 200 раз.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ АСПЕКТОВ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ В РАМКАХ ПРОГРАММЫ ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ТЕСТИРОВАНИЯ**

ГРИЗОДУБ А.И., ЛЕОНТЬЕВ Д.А., ДМИТРИЕВА М.В.

ГП «Украинский научный фармакопейный центр качества лекарственных средств»  
Dmitrieva@phukr.kharkov.ua

Программа профессионального тестирования (ППТ) - это процедура внешней независимой оценки технической компетентности испытательных лабораторий путем сравнения результатов, полученных при межлабораторных испытаниях тестовых образцов. Участие в ППТ является важнейшим инструментом внешней контроля качества результатов измерений.

С 2001 г года в фармацевтической отрасли Украины действует единственная на территории СНГ ППТ для лабораторий контроля качества лекарственных средств (ЛС), в рамках которой проведено 7 раундов и идет обсуждение результатов 8-го раунда. Основная цель в соответствии с концепцией данной ППТ – предоставление информации и необходимой поддержки участвующим лабораториям для мониторинга за качеством измерений и для его улучшения. С 2007 г. ГП НЭФЦ аккредитован как официальный координатор программ Межлабораторного сравнения результатов в системе Госстандарта, то есть при аттестации лаборатории на техническую компетентность учитываются результаты ППТ.

Одновременно ППТ может совмещать черты межлабораторного эксперимента, цели и задачи которого гораздо шире. Проведение ППТ позволило проверить профессиональную пригодность всей национальной системы контроля качества ЛС в целом, выявить проблемы в выполнении методик анализа и ввести соответствующие изменения в Государственную Фармакопею Украины (ГФУ). Получен большой массив экспериментальных данных, что дало уникальную возможность решать метрологические вопросы контроля качества лекарственных средств.

Так, впервые в фармацевтической отрасли были оценены вклады неопределенности пробоподготовки и конечной аналитической операции в суммарную неопределенность методики анализа для метода спектрофотометрии. Показано, что вклад неопределенности пробоподготовки является наибольшим. При этом, фактическая неопределенность пробоподготовки в большинстве фармацевтических лабораторий в несколько раз превышает максимально допустимое значение в соответствии с требованиями ГФУ и обычной аналитической практики.

Оценена фактическая неопределенность методик анализа с применением методов ВЭЖХ, спектрофотометрии в УФ области, рефрактометрии в условиях фармацевтической отрасли Украины. Было получено также генеральное относительное стандартное отклонение сходимости спектрофотометрического метода ( $RSD$  измерений  $\leq 0.52\%$ ). Данную величину рекомендуется использовать при разработке и валидации спектрофотометрических методик.

По результатам проведения ППТ были внесены необходимые дополнения в ГФУ в общие статьи «Абсорбционная спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях» и «Тонкослойная хроматография», а также рекомендованы корректирующие действия для участников тестирования.

## **ВПЛИВ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНИХ РЕЧОВИН НА ЧУТЛИВІСТЬ ВИЗНАЧЕННЯ ІОНІВ OS(IV) З ДЕЯКИМИ О,О'-ДИГІДРОКСИЗАМІЩЕНИМИ АЗОБАРВНИКАМИ**

ДОБРЯНСЬКА О.П., ВРУБЛЕВСЬКА Т.Я., КАЛИЧАК О.Я.

Львівський національний університет імені Івана Франка [olya\\_dobryanska@ukr.net](mailto:olya_dobryanska@ukr.net)

Для вдосконалення хіміко-аналітичного контролю необхідна розробка методик з покращеними метрологічними характеристиками. Інформативним методом дослідження комплексних сполук осмію є спектрофотометричний метод. Спектрофотометрія з властивою їй експресністю, селективністю, низькими межами виявлення, з великою теоретичною базою дозволяє дослідити умови утворення, існування різних комплексних сполук осмію з азобарвниками та розробити актуальні методи визначення його вмісту у реальних і модельних системах.

В літературі відсутні дані щодо комплексоутворення іонів осмію (IV) з о,о'-дигідроксозаміщеними азобарвниками. Тому метою роботи є вивчення взаємодії цього елемента з кальконом, кислотним хром темно-синім, еріохром чорним Т та вплив на комплексоутворюючу систему поверхнево-активних речовин (ПАР), які повинні б підвищити чутливість його визначення, що дозволило б розробити нові, селективні та чутливі методики визначення осмію (IV) в реальних об'єктах.

Для цього визначено заряд одержаних комплексних сполук (КС) методом електрофору. Правильність одержаних значень заряду КС підтверджено при вивченні впливу на них поверхнево-активних речовин (ПАР): катіонних – цетилтриметиламоній броміду та цетилпіридинію хлористого, неіоногенної – полівінілового спирту та аніонної – додецилсульфату натрію.

Виявлено можливість підвищення чутливості спектрофотометричного визначення іонів Os(IV) за наявності цих ПАР у кілька разів, що знижує межу визначення платиноїду до  $\approx 5 \cdot 10^{-7}$  моль/л.

Проведено вольтамперометричне дослідження Os (IV) з о,о'-дигідроксо-заміщеними азобарвниками в умовах спектрофотометричного експерименту. Підтверджено взаємодію Os (IV) з цими барвниками та покращення метрологічних характеристик у присутності вивчених ПАР.

Вивчено селективність спектрофотометричного визначення осмію (IV) з досліджуваними азобарвниками у присутності матричних компонентів у сульфідних рудах та їх маскування.

Розроблено нові спектрофотометричні методики визначення осмію з азобарвниками в присутності поверхнево-активних речовин з кращими метрологічними характеристиками, які апробовані при аналізі модельних розчинів та вперше проведено аналіз мідно-нікелевих сульфідних руд.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ С ПОЛИОЛАМИ.

ДЕДКОВ Ю.М, КАЗАКОВА Т.А.

Московский государственный областной университет, Москва, ул. Радио д.10а;  
3021936@yandex.ru

Целью работы был поиск удобных путей лабилизации борной кислоты в реакциях её с органическими реагентами. В качестве способа лабилизации мы выбрали переведение её в комплексы с полиолами.

В присутствии полиолов резко возрастает кислотность  $H_3BO_3$  (от  $pK_a$  9-10 самой  $H_3BO_3$  до  $pK_a$  6-7 борополиольного комплекса), настолько, что в присутствии маннита, глицерина, сорбита и др. становится возможным прямое алкалиметрическое её титрование. Можно предположить, что активация борной кислоты может быть связана с изменением её стереохимической формы – переходом в тетраэдрическую.

Поэтому мы подробнее изучили методом потенциометрического титрования взаимодействие борной кислоты с полиолами. этиленгликолем, глицерином, пентаэритритом, сорбитом, 1,2-гександиолом и 1,2-пропан-диолом. Нас интересовали кислотные свойства образующихся борополиолатов, отношение компонентов в комплексных соединениях, число выделяющихся в ходе реакций протонов.

Полученные данные показаны в таблице.

Таблица. Характеристики изученных борополиолатов.

Полиол	$pK_a$		$n$
	Графическая	Расчетная	
Этиленгликоль	8,4	8,5±0,3	1
1,2-Пропандиол	8,35	8,4±0,6	1
1,3-Пропандиол	9,17	9,2±0,1	-
Глицерин	6,7	6,6±0,2	1
Пентаэритрит	7,2	7,2±0,4	1
1,2-Гександиол	9,03	9,1±0,1	1
Сорбит	5,2	5,1±0,3	1

Так как кислотность комплексной кислоты зависит от строения полиолов, что показывают полученные нами данные, можно сделать вывод что диссоциирует оставшаяся ОН-группы полиола, а не борной кислоты.

Метод дифференциального кислотно-основного титрования и расчёт констант депротонизации показали, что во всех случаях в ходе реакции выделяется один протон.

## О ЛАБИЛИЗАЦИИ РОДИЯ(III) В ЦВЕТНЫХ РЕАКЦИЯХ

АРАБОВА З.М.\*, ДЕДКОВ Ю.М.\*\* , КОРСАКОВА Н.В.\*\*\*, РАДУГИНА О.Г.\*\* , ТОРОПЧЕНОВА Е.С.\*\*\*

\*Астраханский государственный университет, г. Астрахань

\*\*Московский государственный областной университет, г. Москва

\*\*\*Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского, г. Москва

Для Rh(III) известно сравнительно мало аналитических реакций. В то же время в степенях окисления I и II он обладает большей лабильностью. Однако восстановление комплексов родия до низших степеней окисления описано преимущественно в жестких условиях. Лабиллизация родия в мягких условиях остается актуальной задачей, важной для решения разных вопросов аналитической химии этого металла.

В [1] родий(III) лабильзировали действием  $\text{SnCl}_2$  или же переводением его в  $\text{Rh}(\text{CO})_2\text{Cl}_2$ . По мере увеличения количества введенного  $\text{SnCl}_2$  заметно существенное маскирование цветной реакции (реагент сульфоллтиокс). Во втором случае применяли нагревание в кислой среде с  $\text{HCOOH}$  или аскорбиновой кислотой или же с ДМФА. В [2,3] показана возможность лабильзации Rh(III) при взаимодействии с гетероазосоединениями. Скорость развития реакции зависит от способа приготовления ацетатных буферных смесей. Предварительное термостатирование или воздействие МВИ повышало чувствительность реакций на 30 - 60%. Мы более подробно исследовали этот способ лабильзации Rh(III). Найдено, что во всех исследованных буферных системах, приготовленных без предварительного термостатирования или воздействия МВИ, чувствительность реакций на 30 - 60% меньше. При предварительном термостатировании буферных смесей в течение 1 и 1,5 час. чувствительность реакций постепенно увеличивается. При обработке буферных систем МВИ в режиме high указанный эффект достигается за 5 мин.

Оптимальное содержание органической фазы в реакционной смеси при комплексообразовании Rh(III) составляет 20 - 25 %.

При использовании молочной, муравьиной, аскорбиновой или уксусной кислот спектры образующихся комплексов практически совпадают.

Для активирования родия(III) в реакциях комплексообразования с реагентами группы ПАР обязательной стадией является образование эфиров с последующим образованием в системе  $\text{Rh}(\text{CO})_2\text{Cl}_2$ , который и вступает в реакции

В дальнейшем более подробно была изучена лабильзация Rh(III) в системе ацетат-ион – пропанол – реагент в случае 3,5-ди-Вг-ПАДАФ, 5-Вг-ПААФ, ПАР, ПАН; 1,2-ТАН, 2,2-ТААН, ТААФ, ТАР

Рассматривали следующие случаи:

1). Карбонилирование Rh(III) ацетат-ионом в присутствии изопропанола; анализируемый раствор родия предварительно кипятят с изопропанолом.

2). То же самое, но без предварительного кипячения и с последующим нагреванием реакционной смеси после введения фотометрического реагента.

3). Введение аскорбиновой кислоты с целью восстановления родия(III) на первой стадии.

Было найдено, что в первых двух случаях лабильзация протекает успешно и достаточно полно. В присутствии аскорбиновой кислоты наиболее устойчивыми и дающими более воспроизводимые результаты являются пиридинные соединения. Как пиридил-, так и тиазолилазосоединения устойчивы при карбонилировании ацетат-ион – изо-пропанольной смесью.

При обработке буферных систем МВИ в режиме high указанный эффект достигается за 5 мин.

Видимо обязательной стадией является образование эфиров: сложных - при длительном термостатировании или облучении МВИ 20%-ных растворов изопропанола с органическими кислотами - или простых - в присутствии неорганических кислородсодержащих кислот с последующим образованием в системе карбонилхлорида родия, который и вступает в реакции с указанными реагентами.

Литература

1. Дедков Ю.М., Слотинцева М.Г. // О способах активирования родия в цветных реакциях
2. Пилипенко А. Т., Дьяченко Н. А., Фалендыш Н. Ф. // Докл. АН УССР. Сер. Б. 1989. № 6. С. 51.
3. Шурупова Т. И., Иванов В. М., Бусев А. И. // Журн. аналит. химии. 1976. Т. 31. С. 2162.

## ПЕРОКСИМОНОСУЛЬФАТНА КИСЛОТА – ПЕРСПЕКТИВНИЙ РЕАГЕНТ В ХЕМІЛЮМІНЕСЦЕНТНОМУ АНАЛІЗІ

ЗІНЧУК В. К.

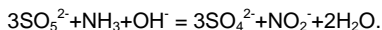
Львівський національний університет ім. І. Франка, хімічний факультет, кафедра аналітичної хімії, вул. Кирила і Мефодія 6/8, 79005, м.Львів

Пероксимоносульфатна кислота (ПМСК,  $\text{H}_2\text{SO}_5$ ) виявилась ефективним реагентом-окиснювачем в каталіметрії, зокрема, хемілюмінесцентному (ХЛ) аналізі за участю похідних акридину та люмінолу. Перевагою ПМСК перед іншими окиснювачами, які застосовуються в цих методах ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ , алифатичні пероксикислоти) є :

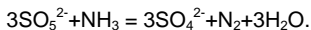
- висока окиснювальна здатність ( $E_0=1,8\text{ В}$ );
- простота синтезу у розведених розчинах;
- задовільна стабільність останніх при зберіганні;
- доступність та надійність способів контролю концентрації.

За участю люмінолу та ПМСК нами розроблені методики хемілюмінесцентного визначення  $\text{Mn}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Ni}$  у природних водах,  $\text{Co}$  – у сульфаті нікелю, аскорбінової кислоти у фармпрепаратах. Аміак, як середовище, в ХЛ аналізі за участю люмінолу раніше не використовувався, оскільки при використанні вище наведених окиснювачів, виступає гасієм ХЛ.

Нами вперше виявлена ХЛ в реакції люмінолу з ПМСК в аміачному середовищі в широких межах концентрацій  $\text{NH}_3$  (буферна суміш з  $\text{pH}$  8,5 до 8,0  $\text{M}$   $\text{NH}_3$ ). В системі ПМСК- $\text{NH}_3$  мають місце складні перетворення з перебігом паралельних реакцій, основною з яких є реакція:



Контроль витрат ПМСК та нагромадження  $\text{NO}_2^-$  свідчить про те, що ці витрати значно перевищують стехіометричні, а тому можливі і інші шляхи перетворення ПМСК, наприклад, такий:



В побічних від основної реакції процесах, ймовірно, і має місце ХЛ реакція окиснення люмінолу активними проміжними продуктами перетворення ПМСК – радикалами Оксигену,  $\text{SO}_4^{\cdot -}$ , наявність яких доведена дією акцепторів –  $\text{OsO}_4$ , аскорбінової кислоти та ін. Реакція ХЛ характеризується високим квантовим виходом по люмінолу, швидкість окиснення якого є незначною за суттєвих значень параметрів ХЛ (інтенсивність та сумарне свічення).

Іони  $\text{Co(II)}$ ,  $\text{Cu(II)}$ ,  $\text{Ni(II)}$  збільшують інтенсивність ХЛ, яка корелює зі швидкістю розкладання ПМСК у відповідних умовах. Показана можливість та розроблені методики ХЛ визначення  $\text{Co(II)}$  та  $\text{Cu(II)}$  з  $C_{\text{H}}=1,5 \times 10^{-2}$  та  $5,3 \times 10^{-2}$   $\text{мкг/мл}$  відповідно.

## РІДИННА КАПІЛЯРНА МІКРОЕКСТРАКЦІЯ ДИ-Н-БУТИЛФТАЛАТУ

І.Б.ЗАХАРКІВ, М.Ф.ЗУЙ, В.М.ЗАЙЦЕВ

Київський національний університет ім.Тараса Шевченка м.Київ, e-mail: [mzuy@univ.kiev.ua](mailto:mzuy@univ.kiev.ua)

Фталати (діестери фталевої кислоти) широко застосовують як пластифікатори полімерних матеріалів, при виробництві пестицидів, фарб, резинових виробів, будівельних матеріалів, косметичних засобів. Вміст їх в кінцевих промислових výroбах може досягати 40-60%. Фталати не утворюють хімічних зв'язків з полімером, тому вони здатні поступово мігрувати з різних матеріалів у довкілля. При використанні та утилізації полімерних та інших виробів фталати можуть потрапляти у воду, ґрунт, повітря, харчові продукти та організм людини. Висока термо- та фото- стабільність фталатів та їх стійкість до гідролізу в нейтральних середовищах може призводити до їх значного вмісту в різних об'єктах.

Фталати є токсичними речовинами, вони проявляють мутагенну, канцерогенну та тератогенну дію. Найбільш токсичними фталатами за літературними даними є ди-2-етилгексилфталат (2-ЕГФ) та ди-н-бутилфталат (ДБФ). ГДК цих фталатів у питній воді дорівнює 1-6 мкг/л [1]. Безперечно, для визначення мікрокількостей аналіту потрібно застосовувати високоефективні методи відділення та концентрування. Одним з таких методів є рідинна капілярна мікроекстракція (РКМЕ). Принцип РКМЕ полягає в екстракції аналітів з водних або інших розчинів через тонкий шар органічного розчинника, іммобілізованого в порах мембранного полімерного капіляра в розчин акцептора, що знаходиться всередині капіляра. Екстракт аналіту використовується безпосередньо для аналізу хроматографічними методами: ГХ, ВЕРХ або капілярного електрофорезу. Цей метод – простий, дешевий, дозволяє суттєво зменшити кількість органічного розчинника, забезпечує високу ступінь концентрування за рахунок обмінних дифузійних процесів між фазами.

Показана можливість використання рідинної капілярної мікроекстракції ДБФ з водних розчинів з подальшим його ГХ/ПІД визначенням. Для мікроекстракції був застосований мембранний поліпропіленовий капіляр, що мав такі характеристики: внутрішній діаметр - 1,175мм; товщина стінок -0,3 мм.; розмір пор - 0,2 мкм.\* Оптимізовані умови мікроекстракції ДБФ. Доведено, що найбільш ефективно відбувається мікроекстракція толуолом або гексаном. Досліджений вплив часу мікроекстракції та швидкості перемішування водного розчину на аналітичний сигнал. Показано, що для концентрацій ДБФ менше 0,3 мг/л екстракційна рівновага досягається за 10-20 хв., а швидкість перемішування водного розчину 900-1000 об/хв. є оптимальною. Діапазон визначування концентрацій ДБФ становить 0,01-1 мг/л, межа виявлення за 3s-критерієм – 0,4 мкг/л. Розраховані кількісні характеристики мікроекстракції ДБФ. Коефіцієнти концентрування досягають величин 350-1000, ступінь вилучення дорівнює 45-70% відповідно. Розроблену методику РКМЕ планується застосувати для відділення та концентрування ДБФ з водних розчинів та біологічних рідин з подальшим його ГХ визначенням.

\* Мембранні поліпропіленові капіляри, що використані в дослідженні, були люб'язно надані нам фірмою „Membrana GmbH” (Wuppertal, Germany)

1. A.Penalver, E.Pocurull, F.Borrull, R.M.Marce.//Journal of Chromatography A. 2000, 872, pp.191-201.



## ЗАСТОСУВАННЯ ХЕМІЛЮМІНЕСЦЕНЦІЇ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СКЛАДУ ІОННИХ АСОЦІАТІВ ГЕТЕРОПОЛІКИСЛОТ З КАТІОННИМИ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНИМИ РЕЧОВИНАМИ

ЗУЙ О.В.

Інститут колоїдної хімії та хімії води ім. А.В. Думанського НАН України, [olegzuy@hotmail.com](mailto:olegzuy@hotmail.com)

Для вивчення комплексоутворення в хемілюмінесцентних (ХЛ) реакціях А.К. Бабко запропонував використовувати і використав [1] фізико-хімічний аналіз, що широко застосовується для дослідження комплексоутворення в розчинах [2]. В якості властивостей системи були обрані такі характеристики ХЛ реакцій, як сума виділеного світла ( $\Sigma$ ) та його максимальна інтенсивність ( $I_{\max}$ ). Школою А.К. Бабка метод фізико-хімічного аналізу застосований і розвинений для вивчення взаємодій різних компонентів у розчинах між собою, в результаті цих взаємодій посилюється чи послаблюється хемілюмінесценція з ХЛ індикаторами [3-6], причому для швидких спалахоподібних ХЛ реакцій залежності, отримані із застосуванням суми світла, виявились ідентичними залежностями, отриманим при застосуванні  $I_{\max}$ .

Нами досліджено утворення іонних асоціатів (ІА) катіонних поверхнево-активних речовин (КПАР) з гетерополікислотами (ГПК). Реакція ГПК з КПАР відбувається у водному розчині з поступовим утворенням ІА у вигляді осаду, який сорбується при фільтруванні на целюлозному фільтрі і детектується ХЛ методом на його поверхні, також використовуючи  $\Sigma$  та  $I_{\max}$  як властивості системи при реакції з люмінолом. Перші наші результати з цього питання представлені в [7]. Застосовуючи метод зсуву рівноваги, нами з'ясовано, що при рН 1,7 у розчині між додецилпіридиній бромідом (ДДПБ) та  $H_4PVMo_{11}O_{40}$  утворюється нейтральний ІА складу 4:1. Використовуючи метод молярних відношень, нами підтверджено склад комплексу при рН 1,7 (ДДП) $_4PVMo_{11}O_{40}$ , а при рН 1,0 методом молярних відношень знайдено, що стехіометрія взаємодії становить  $[DDP]:[PVMo] = 3:1$ , тобто утворюється сполука (ДДП) $_3HPVMo_{11}O_{40}$  тому, що в більш кислих розчинах відбувається часткова протонізація ванадомолібдофосфатної кислоти. Однак аналогічне вивчення взаємодії ванадомолібдоарсенатної ГПК з КПАР при рН 1,0 методом молярних відношень показало, що в цьому випадку при взаємодії тетрадецилпіридинію (ТДП) з ГПК утворюється не кислота, а середня сіль (ТДП) $_4AsVMo_{11}O_{40}$ , що свідчить про легке відщеплення і заміну всіх чотирьох протонів у сполуці  $H_4AsVMo_{11}O_{40}$ .

У випадку молібдосилікатної ГПК [8] методом зсуву рівноваги та молярних відношень при рН 1,8 встановлено утворення сполуки з цетилтриметиламонієм (ЦТ) складу (ЦТ) $_4SiMo_{12}O_{40}$ . В умовах методики аналізу для зниження межі виявлення Si та нівелювання впливу іонів P, As, Ge застосоване подальше підкислення розчину до  $C_{H_2SO_4} = 0,5$  М. Методом молярних відношень показано, що навіть в умовах великого надміру сірчаної кислоти на паперовому фільтрі осаджується і далі викликає світіння люмінолу нейтральна сполука (ЦТ) $_4SiMo_{12}O_{40}$ . Взаємодія між КПАР і ГПК проходить поступово: спочатку, при недостатній кількості КПАР, утворюються сполуки (ЦТ) $_3HSiMo_{12}O_{40}$ , (ЦТ) $_2H_2SiMo_{12}O_{40}$ , (ЦТ) $_3HSiMo_{12}O_{40}$ ; далі – (ЦТ) $_4SiMo_{12}O_{40}$ , яка найбільш кількісно осаджується на фільтрі, викликаючи найбільшу суму світіння в реакції з люмінолом. Далі, при збільшенні концентрації КПАР, сума світіння знижується, очевидно, у зв'язку з утворенням сполук типу  $[(ЦТ)_5SiMo_{12}O_{40}]^+$ ,  $[(ЦТ)_6SiMo_{12}O_{40}]^{2+}$  і т.д., що є позитивно зарядженими і здатними проходити у фільтрат.

Таким чином, застосування принципів фізико-хімічного аналізу дозволило діяти певних висновків стосовно складу аналітичних форм, які застосовуються в гетерогенно-хемілюмінесцентному аналізі.

### ЛІТЕРАТУРА

1. Бабко А.К. // Журн. неорг. хімії. – 1962. – Т. 7, № 3. – С. 454-462.
2. Бабко А.К. Физико-химический анализ комплексных соединений в растворах. – К.: Изд-во АН УССР, 1955. – 328 с.
3. Луковская Н.М., Богословская Т.А. // Журн. аналит. хімії. – 1974. – Т. 29, № 4. – С. 674-681.
4. Луковская Н.М., Богословская Т.А. // Укр. хим. журн. – 1975. – Т. 41, № 5. – С. 529-534.
5. Луковская Н.М., Богословская Т.А. // Журн. аналит. хімії. – 1981. – Т. 36, № 5. – С. 961-967.
6. Луковская Н.М., Богословская Т.А. // Укр. хим. журн. – 1985. – Т. 51, № 7. – С. 746-749.
7. Зуї О.В., Virks J.W. // Anal. Chem. – 2000. – V. 72, № 7. – P. 1699-1703.
8. Зуї О.В. // Вопросы хімії и химической технологии. – 2004. – № 5. – С. 9-13.

## ВИЗНАЧЕННЯ ФОРМ ФОСФОРУ У ВОДАХ ТА БІОРІДИНАХ

ХЛИНЦЕВА С.В., ВИШНІКІН А.Б.

Дніпропетровський національний університет ім. О. Гончара, пр. Гагарина, 72  
[khlyntseva@yahoo.com](mailto:khlyntseva@yahoo.com)

Визначення ортофосфату та його неорганічних і органічних похідних у суміші є важливою задачею при аналізі природних та біологічних зразків, враховуючи дуже велику кількість процесів, у яких приймають участь форми фосфору у біологічних і екосистемах.

При цьому існує ряд незадовільно вирішених завдань. Існуючі методики на дають змоги точно визначити фосфат у присутності легкогідролізуючих сполук фосфору(V) і легкогідролізуючих сполук фосфору(V) у присутності фосфату через тривалість запропонованих реакцій, високу кислотність та концентрацію молібдату. Розроблено декілька варіантів методик визначення ортофосфату у присутності легкогідролізуючих сполук із застосуванням реакції утворення іонних асоціатів (ІА) 12-молібдофосфату (12-МФК) з поліметиновими барвниками (ПБ), які кардинально вирішують цю проблему. Реакція утворення ІА перебігає миттєво. Окрім цього після утворення ІА при рН 0,7 він вже не розкладається при доведенні рН до 5,0 на відміну від 12-МФК. Оскільки при цьому рН гідроліз сполук фосфору є незначним, то є можливість визначити фосфат у присутності навіть такої лабільної речовини як креатинфосфат. Іншим новим запропонованим прийомом є проведення реакції при низьких температурах. У той час як утворення 12-молібдофосфорної сині при  $t < 10^{\circ}\text{C}$  припиняється, швидкість реакції утворення ІА в таких умовах є задовільно високою. При цьому більшість лабільних сполук P(V) гідролізують набагато повільніше. Показано, що у присутності тартратної кислоти можна запобігти утворенню ІА з ізополімолібдатами навіть при рН 1-3. Проведення реакції утворення ІА при рН 3 теж дозволяє суттєво зменшити гідроліз більшості сполук фосфору.

Пряме визначення форм фосфору у присутності великих надлишків фосфату є неможливим. Для вирішення цього завдання запропоновано використовувати попереднє сорбційне відокремлення ортофосфату на пінополіуретані. Сорбція ортофосфатів є можливою у вигляді відновлених чи окиснених гетерополікомплексів (ГПК), або у вигляді ІА 12-МФК з ПБ. Показано, що при цьому не відбувається гідроліз неорганічних конденсованих фосфатів, аденозинфосфатів та фенілфосфату. Визначення форм фосфору стає можливим навіть у 100-кратному надлишку фосфат-іонів.

Значного покращення чутливості визначення фосфору, або його сполук після їх розкладення вдалося досягти за допомогою використання нових аналітичних ефектів, які були знайдені при вивченні властивостей ІА ПБ з ГПА. Це зменшення інтенсивності люмінесценції, а також одночасне підвищення інтенсивності розсіяного світла при утворенні ІА, вибіркоче окиснення надлишку незв'язаних у ІА іонів барвника.

Запропоновані реакції застосовано для розробки спектрофотометричних та послідовно-інжекційних методик визначення ортофосфату і його форм у природних водах, в ін'єкціях лікарських препаратів, сліни та сироватці крові.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ С ПОЛИОЛАМИ.

ДЕДКОВ Ю.М., КАЗАКОВА Т.А.

Московский государственный областной университет Москва, ул. Радио д.10а;  
3021936@yandex.ru

Целью работы был поиск удобных путей лабилизации борной кислоты в реакциях её с органическими реагентами. В качестве способа лабилизации мы выбрали переводение её в комплексы с полиолами.

В присутствии полиолов резко возрастает кислотность  $H_3BO_3$  (от  $pK_a$  9-10 самой  $H_3BO_3$  до  $pK_a$  6-7 борополиольного комплекса), настолько, что в присутствии маннита, глицерина, сорбита и др. становится возможным прямое алкалиметрическое её титрование. Можно предположить, что активация борной кислоты может быть связана с изменением её стереохимической формы – переходом в тетраэдрическую.

Поэтому мы подробнее изучили методом потенциометрического титрования взаимодействие борной кислоты с полиолами. этиленгликолем, глицерином, пентаэритритом, сорбитом, 1,2-гександиолом и 1,2-пропан-дио́лом. Нас интересовали кислотные свойства образующихся борополиолатов, отношение компонентов в комплексных соединениях, число выделяющихся в ходе реакций протонов.

Полученные данные показаны в таблице.

**Таблица. Характеристики изученных борополиолатов.**

Полиол	$pK_a$		$n^*$
	Графическая	Расчетная	
Этиленгликоль	8,4	8,5±0,3	1
1,2-Пропандиол	8,35	8,4±0,6	1
1,3-Пропандиол	9,17	9,2±0,1	-
Глицерин	6,7	6,6±0,2	1
Пентаэритрит	7,2	7,2±0,4	1
1,2-Гександиол	9,03	9,1±0,1	1
Сорбит	5,2	5,1±0,3	1

Так как кислотность комплексной кислоты зависит от строения полиолов, что показывают полученные нами данные, можно сделать вывод что диссоциирует оставшаяся ОН-группы полиола, а не борной кислоты.

Метод дифференциального кислотно-основного титрования и расчёт констант депротонизации показали, что во всех случаях в ходе реакции выделяется один протон.

## СОРБЦИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ НА НАНОУГЛЕРОДНОМ МАТЕРИАЛЕ «ТАУНИТ».

КАЗАКОВА Т.А., ДЕДКОВ Ю.М.

Московский государственный областной университет, [tanyakasakova@mail.ru](mailto:tanyakasakova@mail.ru)

При определении бора в объектах окружающей среды во многих случаях чувствительность оказывается недостаточной, необходимо предварительное концентрирование. Весьма перспективными методами концентрирования бора являются сорбционные методы [1-3]. Мы исследовали возможность применения в этих целях углеродного наноматериала «Таунит» (далее УНМ) как самого, так и модифицированного глицерином или сорбитом. Полученные результаты сопоставили с результатами, Полученными с применением активированного угля (АУ) («Charcoal»). Подготовка УНМ и АУ выполнена Петренко Д.Б. В 1 г УНМ «Таунит» содержится (мМоль/г) сумма софункциональных групп  $0,51 \pm 0,07$ , фенольных групп  $0,242 \pm 0,07$ , карбоксигрупп  $0,268 \pm 0,008$ . Изотерма сорбции бора в диапазоне концентраций до  $10 \text{ мкг/см}^3$  ( $t = 240 \text{ мин.}$ ,  $T = 298 \text{ К.}$ ) носит линейный характер. Для установления сорбционного равновесия необходимо 4 часа. Сорбционная ёмкость УНМ «Таунит» по В(III) составляет  $3,1 \text{ мг/г}$ .

Найдены следующие характеристики сорбционных равновесий (табл.2.).

Характеристики сорбции	Температура, К		
	298	313	333
Константа сорбции, $K \cdot 10^{-2}$	1	1,9	1,7
Ёмкость сорбента, $\Gamma_{\infty}$ , мг/г	1,6	3,1	3,3
$\Delta H$ , кДж/моль	-18,03		

Найденные значения  $\Delta H$  позволяют предположить, что преобладает физическая сорбция.

**Таблица 2. Основные характеристики сорбции В(III) из водных растворов на модифицированном УНМ и активированным углем.**

Характеристики сорбции	Температура, К				
	298				313
	Сорбит		Глицерин		Глицерин
	АУ	УНМ	АУ	УНМ	УНМ
Константы сорбции, $K \cdot 10^{-2}$	0,9	2,4	0,9	0,9	0,4
Ёмкость сорбента, $\Gamma_{\infty}$ , мг/г	1,8	3,1	1,7	1,3	1,1
$\Delta H$ , кДж/моль	-	-	-	-	- 40,84

Таким образом, можно заключить, что после модифицирования УНМ и АУ сорбируется лучше системой УНМ-сорбит. В случае системы УНМ-глицерин значения констант и сорбционной ёмкости остаются без изменений.

**Таблица 3 Сорбционная ёмкость различных углей по В(III) [3,4].**

Сорбент	Сорбционная ёмкость по В(III), мг/г	Сорбент	Сорбционная ёмкость по В(III), мг/г
Гранулированный АУ К-81/В	1,59 ( $T = 295\text{К}$ )	Гранулированный АУ К-81/В, модифицированный лимонной кислотой	2,90 ( $T = 295\text{К}$ )
Гранулированный АУ К-81/В, модифицированный $\text{BaCl}_2$	1,05 ( $T = 295\text{К}$ )	Гранулированный АУ К-81/В, модифицированный винной кислотой	3,56 ( $T = 295\text{К}$ )
Гранулированный АУ К-81/В, модифицированный $\text{CaCl}_2$	0,93 ( $T = 295\text{К}$ )	АУ Acros	0 ( $T = 303\text{К}$ )

1. Scheibe B., Borowiak-Palen E., Kalenczuk R.J. // Materials characterization – 2010. – V. 61. – P. 185 – 191.
2. Noh J. S., Schwarz J. A. // Carbon. – 1990. – V. 28. – № 5. – P. 714–717.
3. Rajakovic L. V., Ristic M.D. // Carbon. – 1996. – V. 34. – № 6. – P. 769–774.
4. Ceylan Z., Cana B.Z., Kocakerim M. // Journal of Hazardous Materials. – 2008. – V. 152 – P. 415–422.

## **ПОРІВНЯННЯ МОЖЛИВОСТЕЙ ПОСТІЙНО- ТА ЗМІННО-ТОКОВОЇ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРІЇ ПРИ ВИЗНАЧЕННІ КОБАЛЬТУ У ПРИРОДНІЙ ВОДІ**

О.П.КІСІЛЬ, Л.П.ЕКСПЕРІАНДОВА

НТК "Інститут монокристалів" НАН України, просп.Леїна, 60, Харків, Україна, 61001  
eksperiand@isc.kharkov.com

Відомо, що кобальт належить до токсичних (2-го класу) металів, вміст яких в навколишньому середовищі слід контролювати. Гранично допустима концентрація кобальту в природній воді складає 0,01 мкг/мл.

Під час очищення поверхневої води необхідно контролювати вміст кобальту на різних стадіях його вилучення із цієї води. На проміжних стадіях очищення для напівкількісної оцінки достатньо використовувати тест-методику, які, як правило, характеризуються невеликою чутливістю. На кінцевій стадії очищення для визначення залишкового вмісту кобальту у воді потрібний більш чутливий аналіз. Для такого контролю вдало підходить вольтамперометрія (ВА), яку здійснюють, як правило, у стаціонарних лабораторіях.

У роботі для різних концентраційних діапазонів кобальту використано більш точний постійно-струмовий (LP 7, Чехія) та менш точний, але більш чутливий змінно-струмовий (спеціалізований типу ПЛС) полярографи. Під час оптимізації умов ВА-аналізу було встановлено, що у випадку класичної постійно-струмової ВА найкращим фоновим електролітом для визначення кобальту (0.5 мкг/мл) є аміачне середовище ( $\text{NH}_4\text{OH}$  і  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), в якому на ртутному електроді, що крапає, спостерігаються чітко виражені хвилі відновлення  $\text{Co(II)}$  до елементного  $\text{Co}$ . Використання стаціонарного ртутного крапельного електроду у якості індикаторного, а також введення у вибраний фоновий електроліт диметилглюксиму дозволило підвищити чутливість аналізу до 0.005 мкг/мл. Але для цього потрібно тривале попереднє накопичення елементу на ртутній краплі.

Вищу чутливість визначення і кращу роздільну здатність, ніж постійно-струмова, забезпечує змінно-струмова ВА. Встановлено, що оптимальним для визначення кобальту є той же самий аміачно-хлоридний буферний розчин, який даже у змінно-токової ВА забезпечує найширший робочий діапазон потенціалів. При цьому, виявилось, що позитивною особливістю електродного процесу, який вивчається, є його реверсивність. Це дає змогу використовувати змінно-струмову ВА в однокрапельному режимі зі стаціонарним ртутним електродом клапанного типу, що у порівнянні з постійно-струмовою полярографією із звичайним ртутним електродом, що крапає, дозволило збільшити чутливість визначення кобальту в 10 і більше разів. Крім того, використання стаціонарного ртутного електроду клапанного типу в однокрапельному режимі (завдяки реєстрації вольтамперограми на одній ртутній краплі) привело до підвищення експресності аналізу при одночасному зниженні його трудомісткості і значного зменшення об'ємів електродного матеріалу. Таким чином, в оптимальних умовах можливе змінно-токове визначення кобальту в діапазоні його концентрацій 0.05-5 мкг/мл.

Для подальшого зниження межі ВА-визначення кобальту у поверхневій воді, певно, потрібно звернутися до абсоційної ВА кобальту.

## **МОНОЛИТНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ ФАЗЫ – НОВАЯ НАДЕЖДА ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

ЛОГИНОВА Л.П., БОЙЧЕНКО А.П., ФРОЛОВА А.М., КОНОВАЛОВА О.Ю.

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина, loginova@univer.kharkov.ua

Эффективность хроматографического разделения определяется скоростью массопереноса и многократностью распределения солюта между потоком жидкой подвижной фазы (ПФ) и стационарной фазой (СФ). Для этого СФ, с точки зрения идеальной хроматографической системы, должна обладать несовместимыми свойствами. С одной стороны, частицы СФ должны быть как можно меньше для минимизации глубины диффузии в СФ и увеличения площади контакта с ПФ. С другой стороны, размер частиц сорбента ограничен снизу требованием умеренного гидравлического сопротивления СФ потоку ПФ. Поиск приемлемого компромисса направлял исследования в жидкостной хроматографии в течение последних 40 лет.

Принципиально новое решение проблемы (90-е годы XX ст.) состояло в переходе от СФ как совокупности отдельных частиц к пористой, непрерывной, монолитной СФ с бимодальным распределением пор: сквозные макропоры для движения потока ПФ и мезопоры для увеличения частоты обмена солютов между СФ и ПФ. Монолитные колонки на основе силикагеля и полимерных материалов отличаются высокой эффективностью разделения; краткий обзор их применения в ВЭЖХ приведен в докладе.

Применение монолитного слоя сорбента в планарной хроматографии положило начало ультратонкослойной хроматографии (УТСХ, 2001 г.), которая отличается высокой скоростью разделения при малом пробеге фронта ПФ, малым расходом пробы и ПФ, низкими пределами обнаружения. Получение монолитных слоев сорбента для УТСХ является специфической задачей золь-гель синтеза, когда целевыми свойствами являются не только характеристики пористости, но и цельность образца и его высокая адгезия с подложкой. В работах авторов проведено систематическое изучение условий золь-гель синтеза и факторов, влияющих на пористость, прочность, цельность и сорбционные свойства монолитных сорбентов на основе кремнезема. Сформулированы основные положения методики получения тонких монолитных слоев сорбента: выбран оптимальный состав реакционной смеси для золь-гель синтеза, регламентированы условия термообработки и промывки материала, разработана конструкция для нанесения реакционной смеси на стеклянную подложку, позволяющая регулировать толщину слоя сорбента и скорость испарения растворителя.

Полученные пластинки с монолитным слоем сорбента использованы для разделения смесей красителей с подвижной фазой метанол-толуол. Тестовая смесь (бромкрезоловый зеленый, малахитовый зеленый, метиловый красный) разделена за 5 мин, смесь пищевых красителей (куркумин, эритрозин и бриллиантовый зеленый) за 15 мин при длине пробега ПФ 2 см. Обнаружены особенности в применимости ПФ для УТСХ по сравнению с традиционными СФ. УТСХ воплощает две современные тенденции развития химического анализа: миниатюризацию аналитических систем и сокращение потребления органических растворителей.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ ПО ИХ ВЛИЯНИЮ НА ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЮ КОМПЛЕКСОВ ЛАНТАНИДОВ

ЛЕОНЕНКО И.И., АЛЕКСАНДРОВА Д.И., ЕГОРОВА А.В., ВИТЮКОВА Е.О.

Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАН Украины, г. Одесса, e-mail: yegorova@interchem.com.ua

Для высокочувствительного определения лекарственных препаратов широко применяют комплексные соединения ионов лантанидов (Ln). В данной работе показана возможность аналитического использования эффектов тушения и увеличения люминесценции комплексов Ln для определения ряда лекарственных препаратов (ЛП), которые индивидуально не сенсибилизируют люминесценцию лантанидов.

Изучены спектрально-люминесцентные характеристики комплексов Tb(III) с новыми реагентами: R<sub>1</sub> (производное амида 2-оксо-4-гидроксихинолин-3-карбоновой кислоты), R<sub>2</sub> (4-карбокситрибензо-15-краун-5) и R<sub>3</sub> (4-карбокситрибензо-18-краун-6).

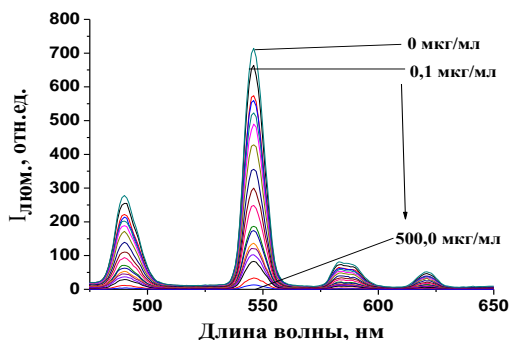
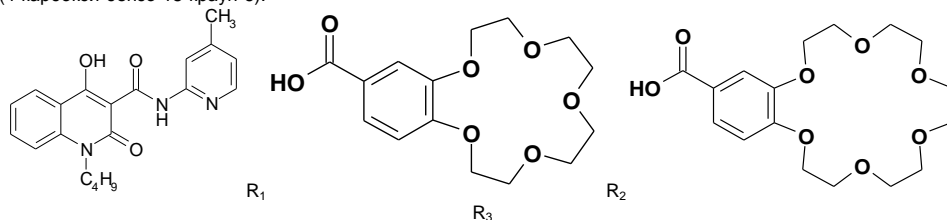


Рис. Спектры люминесценции комплекса Tb(III)-R<sub>1</sub> в присутствии различных концентраций амоксицина

Установлено, что в оптимальных условиях образования комплекса Tb(III):R<sub>1</sub> = 1:1 ( $C_{Tb} = C_R = 1 \times 10^{-5}$  моль/л, pH 7,0 – 8,0) интенсивность 4f-люминесценции ( $I_{\text{люм}}$ ) существенно уменьшается (рис.) в присутствии некоторых лекарственных препаратов (акривастин, карведилол, дидрогестерон, амиксин, цитизин). Обнаруженный эффект тушения использован для люминесцентного определения ЛП с пределами обнаружения 0,03–0,16 мкг/мл.

Показана возможность люминесцентного определения  $\text{Na}^+$  и  $\text{K}^+$  по тушению ими люминесценции комплексов Tb(III) – R<sub>2,3</sub> ( $C_{Tb} = C_{R_{2,3}} = 4 \cdot 10^{-6}$  моль/л, pH=6,5–7,0). При оптимальных условиях  $I_{\text{люм}}$  пропорциональна в координатах Штерна-Фольмера концентрации калия хлорида и ионов натрия в интервале 3,0 – 3000,0 мкг/мл.

Обнаружено селективное взаимодействие комплекса Tb(III)-R<sub>2</sub> с ионами натрия в присутствии 1000-кратного избытка ионов калия. В результате проведенных исследований разработаны методики высокочувствительного люминесцентного определения калия хлорида и суммарного содержания ионов натрия в лекарственных препаратах «Kalipoz» и «Трисоль». Установлена возможность нового решения задачи определения малата цитруллина по усилению  $I_{\text{люм}}$  комплекса Eu(III)-окситетрациклин (ОхТс) малат-ионами (Mal) в результате образования разнолигандного комплекса Eu:ОхТс:Mal=1:1:2 ( $C_{Eu} = 5,0 \cdot 10^{-5}$  моль/л и  $C_{\text{ОхТс}} = 2,5 \cdot 10^{-5}$  моль/л). Зависимость  $I_{\text{люм}}$  комплекса от концентрации малат-ионов прямолинейна в интервале 1,0–25,0 мкг/мл. Новая аналитическая форма использована для определения малата цитруллина в препарате «Стимол» (Biocodex, Франция).

## РАЗВИТИЕ СИСТЕМЫ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В УКРАИНЕ

ЛЕОНТЬЕВ Д.А., ГРИЗОДУБ А.И., ДЕНИСЕНКО Н.В.

ГП Научно-экспертный фармакопейный центр качества лекарственных средств 61085, Харьков, ул. Астрономическая, 33., тел. (057)7190601 E-mail: Leontiev@phukr.kharkov.ua

В настоящий момент в целом сформировалась система Фармакопейных стандартных образцов Государственной Фармакопеи Украины (система ФСО ГФУ): нами ранее была разработана теоретическая база аттестации (требования к неопределенности результата анализа и к неопределенности аттестованного значения СО), процедуры аттестации, система документации и система распространения ФСО ГФУ. Основные направления работы:

1. Аттестация фармацевтических субстанций/коммерчески доступных реактивов как ФСО ГФУ, предназначенных для количественного определения, в первую очередь для анализа готовых лекарственных средств (присвоение количественного содержания и срока годности, подтверждение однородности).
2. Выделение и очистка действующих веществ/маркеров/стандартизованных экстрактов из растительного сырья с последующей их аттестацией.
3. Синтез и последующая аттестация ФСО примесей:

В настоящий момент номенклатура ФСО ГФУ превышает 400 наименований. Аттестованы ФСО ГФУ всех основных видов, используемых в фармацевтическом анализе: для количественного определения спектрофотометрическими и хроматографическими методами анализа, определения микробиологической активности, для биологических методов (сердечно активные карденолиды, гепарин, окситоцин), ФСО для квалификации оборудования (ФСО температуры плавления), для определения содержания примесей и для проверки пригодности хроматографической системы, для визуальной оценки концентрации бактериальной взвеси и др.

Используя разработанные критерии, была создана система аттестации рабочих стандартных образцов предприятий (РСО). РСО являются вторичными, используются для поточных анализов и аттестуются сравнением свойств с официальным ФСО. Требования к неопределенности аттестованного значения РСО в 3.2 раза жестче, чем требования к соответствующему результату анализа лекарственного средства. Это потребовало разработки процедур аттестации РСО и системы документации. Разработанная система РСО внедрена на ведущих фармацевтических предприятиях Украины (более чем на 10).

Разработанные критерии были успешно применены для аттестации тестовых образцов (ТО), используемых в программах профессионального тестирования лабораторий (ППТ). Основной спецификой ТО является то, что они большей частью являются готовыми лекарственными средствами (таблетки, инъекционные растворы и пр.), которые должны обладать требуемой для оценки компетентности лаборатории однородностью и стабильностью (хотя бы в течении текущего раунда ППТ). Фармакопейный Центр с 2003 г входит в число организаторов Украинской ППТ «Фарма-Тест» (тестирование проводится ежегодно). В конце 2007 г Фармакопейный Центр получил статус официального координатора ППТ от Госстандарта. Аттестованы 21 различных ТО, которые использовались для оценки по 15 различным методам анализа и фармацевтическим испытаниям. Впервые решены теоретические вопросы аттестации ТО исходя из требований к неопределенности результатов анализа. Научно обоснованы требования к соотношению аналита к остальным веществам в твердых дозированных лекарственных формах для обеспечения требуемой однородности ТО (не менее 81.4%).



**МЕТОДИКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АНТОЦΙΑНІВ**

МАКСИМОВА К.О., ВАШКЕВИЧ О.Ю., ТУЛЮПА Ф.М,

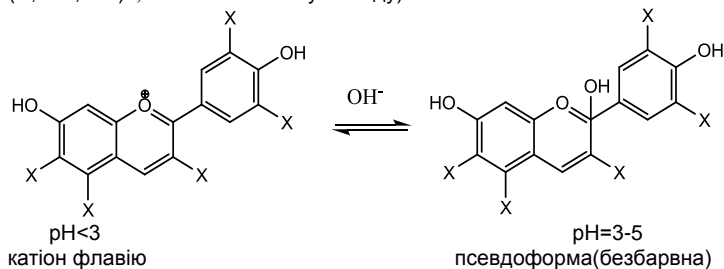
ДВНЗ “Український державний хіміко-технологічний університет” landish@mail.ru

Незважаючи на інтенсивний розвиток синтетичної органічної хімії, інтерес до природних сполук не лише не зменшується, а й зростає. До таких сполук належать антоціани.

Антоціани – це природні барвники від червоного до синього, що належать до представників флаваноїдних структур. За хімічною будовою це моно- та диглікозиди антоціанідинів. Антоціани виконують важливу роль у біохімічних процесах, проявляють Р-вітамінну та антиоксидантну активність.

Для ідентифікації та визначення вмісту антоціанів використовують хроматографічні методи, які потребують дорогоцінного обладнання та реагентів. Тому розробка альтернативних методик оцінювання вмісту антоціанів в розчинах залишається актуальною.

Для розробки спектрофотометричної методики визначення вмісту антоціанів використовували їх здатність змінювати величину світлопоглинання в залежності від рН середовища. Зміна максимумів поглинання обумовлена рівноважним переходом однієї форми антоціанів в іншу. ( де X- замісники(H, OH, OR) , а R- залишок вуглеводу)



У кислому середовищі існують дві форми: при рН < 3 катион флавію червоного кольору та при рН 3-5 – безбарвна псевдоформа. Тобто при рН < 3, на фоні відповідного буферного розчину, розчини, що містять антоціани, інтенсивно забарвлені в червоний колір і мають інтенсивну полосу поглинання при  $\lambda = 540 - 550$  нм, а при рН=4 знаходиться на постійному певному значенні.

Враховуючи різницю оптичних густин при різних рН, можливо розрахувати вміст антоціанів в різних об'єктах дослідження.

Розраховували величину оптичної густини та вміст забарвлюючих речовин у розчинах. Сумарну концентрацію антоціанів можна визначати щодо одного з них, наприклад ціанідин-3-глюкозиду.

Для доцільності вибору ціанідин-3-глюкозиду було проведено квантово – хімічне моделювання спектрів ціанідину і дельфінідину, які і обумовлюють колір антоціанів чорної смородини і червоного винограду. Квантово – хімічні розрахунки проводилися з використанням програми GAMESS ( General Atomic and Molecular Electronic Structure System). Структури сполук, які відповідають мінімумам енергії на поверхні потенційної енергії були локалізовані з використанням гібридного функціонала B3LYP в базисі 6-31+G(d,p).

Порівняння експериментальних спектрів і одержаних в результаті квантово – хімічних розрахунків показали, що максимуми на спектрі суміші двох антоціанідинів обумовлені переважно поглинанням ціанідину, що підтверджує доцільність використання його значень при розрахунках вмісту антоціанів у розчинах.

## НОВИЙ МЕТОД СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ТА ХРОМАТОГРАФІЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОГО ВМІСТУ ПЕРВИННИХ АМІНІВ

МАГА І.М.

Ужгородська прикордонна державна контрольно-токсикологічна лабораторія, 88000, м. Ужгород, вул. Станційна, 56, e-mail: [ivan-maga@mail.ru](mailto:ivan-maga@mail.ru)

Аміни проміжні продукти у виробництві барвників, пестицидів, полімерів (в т.ч. поліамідів і поліуретанів), інгібіторів корозії ПАР, флотореагентів, абсорбентів, лікарських засобів, (наприклад сульфамідних препаратів), прискорювачів вулканізації, антиоксидантів та ін.

Нітрогенвмісні органічні сполуки характеризуються високою біологічною активністю, що обумовлює необхідність їх контролю в продуктах харчування і навколишньому середовищі. Визначення слідових кількостей амінів в складних системах необхідно відмітити, що в аналітичній практиці віжливе значення має інформація про сумарний вміст компонентів однієї природи, і отже, актуальною є розробка групових методів методів аналізу. Відомі методи з утворенням карбіламінів та з використанням флуорексаміну відрізняються многостадійністю, малою селективністю та невисокою чутливістю.

Дослідження реакції N-азосполучення первинних ароматичних амінів вивчали на прикладі н-бутиламіну (аліфатичний амін) і аніліну (ароматичний амін). Методика дослідження взаємодії амінів з діазотованим 4-нітроаніліном базувалась на змішуванні компонентів при різних рН і експозиції суміші певний час. Після чого розчин сильно підлужнювали ( $\text{pH} > 13$ ) і вимірювали інтенсивність поглинання розчину при 525 – 540 нм. У випадку ВЕРХ досліджень, після експозиції розчинів оптимальний час, розводили етанолом (1:1) і зворотно-фазовому хроматографуванні розчинів у ізократичному режимі ( $\text{MeCN} : \text{H}_2\text{O}$ ) = (70 : 30), колока Сіласорб  $\text{C}_{18}$  (250 × 4,6 вв. д.),  $\lambda = 402$  нм, об'єм проби, що вводиться 20 мкл, швидкість подачі рухомої фази 1.2 см<sup>3</sup>/хв. Попередні досліди показали, що в широкому інтервалі концентрацій гідроген-іонів ( $\text{pH}$  5,5 – 9,5) н-бутиламін (анілін) утворюють забарвлену в жовтий колір сполуку.

Для ідентифікації азосполук, що утворилися, було виділено азосполуку при швидкому (1 хв) контакті компонентів і експозиції 120 хв. Елементний аналіз на С; Н; N) показав, що на першій стадії азосполуки відповідають триазенам н-бутиламіну і аніліну. Елементний аналіз азосполук н-бутиламіну і аніліну показав ваділених при 120 хв експозиції показав одну і ту ж брутто форму –  $\text{C}_{12}\text{N}_5\text{H}_9\text{O}_4$ . Зміна електронних спектрів поглинання від рН в 2-%-ному водно-етанольному розчині розрахована величина рК протону аміногрупи, яка рівна  $10,22 \pm 0,05$ . Хроматографічний аналіз цих сполук, що по часу утримання ці сполуки співпадають з такими для триазину 4-нітроаніліну. Оптичні характеристики триазину: молекулярна форма –  $\lambda = 389$  нм;  $\epsilon = 4,2 \cdot 10^4$ .

На основі проведених досліджень розроблена методика визначення сумарного вмісту первинних амінів.

## ИОННЫЕ РАВНОВЕСИЯ В ОРГАНИЗОВАННЫХ РАСТВОРАХ

МЧЕДЛОВ-ПЕТРОСЯН Н.О.

*Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина [mchedlov@univer.kharkov.ua](mailto:mchedlov@univer.kharkov.ua)*

В докладе рассматриваются кислотно-основные и сопредельные равновесия молекулярных проб (индикаторов) в водных мицеллярных растворах коллоидных ПАВ различных типов, в микроэмульсиях, а также в суспензиях фосфолипидов и других организованных растворах.

Количественной характеристикой являются кажущиеся ('apparent') константы ионизации,  $K_a^a$ .

Впервые обнаружено сильное дифференцирующее действие псевдофаз в перечисленных выше системах по отношению к кислотной силе молекулярных проб, т.е. различное изменение значений  $pK_a^a$  по сравнению с соответствующими значениями в воде,  $pK_a^w$ .

Введены представления об истинном и тривиальном (т.е. обусловленном неодинаковым связыванием псевдофазой различных участников равновесий) дифференцирующем действии. Дана классификация типов истинного дифференцирующего действия реагентов, полностью связанных псевдофазой.

Всем разновидностям изученных лиофильных коллоидных систем свойственно дифференцирование кислотной силы, обусловленное типом заряда сопряженной кислотно-основной пары и природой ионизирующейся группы.

Охарактеризованы особенности дифференцирующего действия мицеллярных растворов катионных, анионных, цвиттерийных и неионных ПАВ, а также смешанных мицелл ПАВ. Продемонстрирован вклад сдвига таутомерного равновесия в суммарный мицеллярный эффект среды. Выявлен и объяснен ряд парадоксальных противоречий правилу Хартли, таких, например, как депротонирование дикатионов в мицеллярных растворах анионных ПАВ на фоне обычного роста значений  $pK_a^a$  в таких растворах (по сравнению с  $pK_a^w$ ).

Различия в локализации реагентов могут особенно заметно проявляться в микроэмульсиях и в дисперсиях липосом фосфолипидов.

Именно дифференцирующее действие псевдофазы, обусловленное неоднородностью строения границы раздела «псевдофаза / водная фаза», является причиной недостаточности классической электростатической модели равновесий и главным препятствием для оценки поверхностного электрического потенциала,  $\psi$ , в лиофильных ультрамикрорегетерогенных дисперсиях. Проведен критический анализ методов оценки значений  $\psi$  и предложены новые подходы к оценке этих параметров.

Рассмотрено влияние как неорганических, так и органических электролитов на значения  $pK_a^a$  индикаторов в мицеллярных растворах ионных ПАВ. Выделены два типа солевых эффектов, а именно: нормальный (общий) и специальный (специфический). Первый сводится к экранированию поверхностного заряда мицелл, а второй – в значительной мере к перестройке мицелл под действием гидрофобного органического противоиона. В докладе обсуждается также выявленная автором «мицеллярная» составляющая эффектов в супрамолекулярных системах на основе водных растворов катионных дендримеров и каликсаренов, рассмотрены особенности протолитических равновесий в суспензиях сферических полиэлектролитных щеток.

## ВИЗНАЧЕННЯ РОДІЮ(IV) В РЕАЛЬНИХ ОБ'ЄКТАХ ЗА ДОПОМОГОЮ МОРИНУ

МИХАЛИНА Г.М., ВРУБЛЕВСЬКА Т.Я., КОРКУНА О.Я.

Львівський національний університет імені Івана Франка e-mail: galyna\_myhalyna@yahoo.com

З розвитком промисловості невпинно зростають потреби у платиновмісній сировині і, зокрема, родію, цікаві і, навіть, унікальні властивості якого дозволяють використовувати його у хімічній, скляній промисловості, у техніці при виготовленні термопар для вимірювання високих температур, технічних дзеркал прецизійних вимірювальних інструментів, ювелірних виробів та ін. Проте висока технічна цінність родію, складність отримання та незначні його запаси у природі обмежують використання цього металу. Тому і надалі є необхідність контролю вмісту цього металу у відходах виробництва з подальшою їх утилізацією та природних об'єктах з використанням простих та доступних методів аналізу. До таких методів можна віднести спектрофотометричні, адже вони, зазвичай, не потребують дорогої апаратури та реагентів і можуть застосовуватися у більшості лабораторій.

Для визначення родію, нами вперше використано флавоноїди, зокрема морин. Як було експериментально встановлено, іони  $[RhCl_6]^{3-}$  взаємодіють з морином при кімнатній температурі у слаболужному середовищі, а максимальна різниця оптичних густин ( $\Delta A$ ) спостерігається при  $pH=8$  і не змінюється впродовж години. На електронних спектах світлопоглинання спостерігається поява нового максимуму світлопоглинання при 305 нм, який зростає як при збільшенні концентрації морину так і родію(III). Крім того максимум абсорбції при 392 нм, який характерний і для самого розчину морину, зменшується. Величина аналітичного сигналу лінійно залежить від концентрації іонів родію(III) у розчині в межах 0,08-1,50 мкг/мл, що дає можливість розробити нову методику спектрофотометричного визначення цього металу в складних об'єктах.

Досліджено вплив концентрації та природи деяких аніонів, які часто використовують в якості середовища або як маскуючі агенти та вибірковість розробленої спектрофотометричної методики визначення даного металу в присутності іонів металів, більшість з яких зустрічаються в реальних об'єктах.

Апробацію розробленої методики здійснювали при визначенні родію у родійвмісних резисторах, які часто використовуються у промисловості для зниження напруги. Вплив супутніх іонів, таких як  $Fe^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Pd^{2+}$ , які при високих концентраціях заважають визначенню іонів родію(III) з морином, усували застосовуючи ЕДТА. Правильність спектрофотометричного визначення родію(III) з морином перевіряли використовуючи вольтамперометричні методи його визначення у присутності азобарвників. Одержані дані добре корелюють та узгоджуються з вмістом родію вказаним у паспорті досліджуваного резистора ( $S_r = 0,07$ ).

## ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНІ СЕНСОРИ НА ВОДОРОЗЧИННІ ВІТАМІНИ ГРУПИ В

ПАНАСЮК Н.В., БУБЕЛЬ Т.О., СТЕПНЕВСЬКА Я.В., ТКАЧ В.І.

Державний вищий навчальний заклад "Український державний хіміко-технологічний університет"

Існує багато методик кількісного визначення вітамінів з різноманітними аналітичними реагентами, також відомі хроматографічні методи з використанням різних аналізаторів: кулонометричних, оптичних, флуорометричних, вольтамперометричних та інших. Хроматографічні методи досить коштовні, тому мають обмежене використання. В цьому випадку прямий іонометричний аналіз є альтернативою дорогим методам.

На водорозчинні вітаміни групи В (тіаміна хлорид гідрохлорид ( $B_1$ ), піридоксина гідрохлорид ( $B_6$ ), рибофлавіна гідрохлорид ( $B_2$ ), гідрохлоридна сіль нікотинової кислоти (PP), біотин (H) та вітамін  $B_{12}$ ) було розроблено іонометричні сенсори з використанням в якості аналітичного реагента структури Велса-Доусона ( $(NH_4)_6P_2Mo_{18}O_{62} \cdot 14H_2O$ ).

Амперометричним титруванням та спектрофотометричними методами (методом ізомольярних серій та методом насичення) встановлене мольне співвідношення між компонентами електродноактивних речовин сенсорів: для вітаміну  $B_1$  воно складає 1:3, для інших вітамінів – 1:6.

За допомогою УФ-спектроскопії визначено асоціативний тип зв'язку між гетерополіаніоном структури Велса-Доусона  $P_2Mo_{18}O_{62}^{6-}$  та катіонами відповідних вітамінів.

Методом змішаних розчинів визначено коефіцієнти потенціометричної селективності на іонометричні сенсори, оборотніх до катіонів вітамінів групи В.

Розроблені сенсори мають досить велику межу виявлення, що дозволяє їх використовувати для  $10^{-4}$  –  $10^{-5}$  г речовини. Роботу іоносенсорів було апробовано на субстанціях вітамінів та реальних об'єктах (вітамінізовані пивні дріжджі та крем-скраб для обличчя "Травель").

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЗАМЕНИМЫХ АМИНОКИСЛОТ В ДВУХФАЗНЫХ ЭКСТРАКЦИОННЫХ СИСТЕМАХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

ПАХОМОВА О.А.<sup>(1)</sup>, МОКШИНА Н.Я.<sup>(2)</sup>, КОРЕНМАН Я.И.<sup>(1)</sup>, НИФТАЛИЕВ С.И.<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>Воронежская государственная технологическая академия,

<sup>(2)</sup> Военный авиационный инженерный университет [korenman@vgta.vrn.ru](mailto:korenman@vgta.vrn.ru)

Для экстракции органических соединений из водных сред традиционно применяются гидрофобные растворители, например, алифатические спирты, алкилацетаты. Однако в отношении аминокислот они малоэффективны, например, степень извлечения триптофана из ферментационных растворов этими растворителями не превышает 15 %. Для достижения практически полного (97 %-ного и более высокого) извлечения целевых компонентов применяются последовательные экстракции, в результате получение концентрата становится длительным и трудоемким процессом.

В последнее время для экстракции органических соединений из водных сред все большее применение находят частично или полностью смешивающиеся с водой растворители, например, низшие спирты и эфиры. Помимо непосредственной экстрагирующей активности, они отличаются тем, что возможно определение анализов непосредственно в экстрактах, отсутствует стадия реэкстракции.

Незаменимые аминокислоты (тирозин, триптофан, фенилаланин) применяются в пищевой и фармацевтической промышленности как добавка для улучшения качества несбалансированных белков и фуража.

Для экстракции тирозина, триптофана и фенилаланина из водного раствора применяли бинарную и тройную смеси гидрофильных растворителей изопропиловый спирт – этилацетат и изопропиловый спирт – этилацетат – ацетон. Для получения сопоставимых коэффициентов распределения (D) аминокислоты экстрагировали в идентичных условиях: температура  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ , pH водного раствора ~ 5. Установлено, что коэффициенты D аминокислот зависят от соотношения мольных долей компонентов в смеси растворителей. Ранее нами оптимизирован состав тройной смеси растворителей методом симплекс-решетчатого планирования эксперимента.

Необходимое условие применения гидрофильных растворителей в качестве экстрагентов из водных растворов – введение в водную фазу электролита, снижающего растворимость распределяемого соединения в воде вследствие гидратации. Установлено, что сульфат лития – наиболее эффективный высаливатель аминокислот, практически нерастворимый в применяемых экстрагентах. После расслаивания системы экстракт отделяли, переносили в ячейку для титрования и определяли содержание тирозина, триптофана и фенилаланина в равновесной органической фазе методами кондуктометрического или потенциометрического титрования. Коэффициенты распределения тирозина, триптофана и фенилаланина составили соответственно 367, 458, 390. Минимально определяемые концентрации аминокислот на уровне 0,008 – 0,015 мг/см<sup>3</sup>.

Кондуктометрические измерения проводили в стандартной ячейке с платиновыми электродами. Постоянную ячейки находили с применением раствора KCl по известной методике. Потенциометрическое титрование экстрактов осуществляли на высокоомном потенциометре по кислотно-основному механизму с применением цепи с переносом заряда.

Разработанный нами способ определения тирозина, триптофана и фенилаланина характеризуется экспрессностью и простотой осуществления, рекомендуется для практически полного извлечения аминокислот из водных растворов и их надежного определения непосредственно в концентрате, минуя стадию реэкстракции.

## АНАЛИЗ ФЕРРАТНЫХ РАСТВОРОВ ПРЯМЫМ ТИТРОВАНИЕМ ХРОМИТОМ НАТРИЯ

ПАВЛОВА О.В., СУПРУНОВИЧ В.И., ГОЛОВКО Д.А.

Украинский государственный химико-технологический университет 49005, Днепропетровск, пр. Гагарина, 8, matskooly@mail.ru

Расширение сфер применения соединений железа(VI) и усовершенствование методов их синтеза приводит к потребности в новых надежных способах анализа ферратных растворов. Наиболее распространенная из существующих аналитическая методика, известная как метод Шреера-Томпсона-Оккермана [1], создавалась для кристаллических ферратов и применительно к растворам имеет ряд недостатков и ограничений, описанных нами ранее [2].

Для разработки простых экспрессных методик прямого определения  $\text{FeO}_4^{2-}$ - иона в средах 8 – 16 М NaOH нами применен титриметрический анализ с использованием тетрагидрохромита натрия в качестве титранта. Установлено, что реакция между анионами феррата и хромита, протекающая по следующей схеме:  $\text{Fe(VI)} + \text{Cr(III)} \rightarrow \text{Fe(III)} + \text{Cr(VI)}$ , полностью отвечает требованиям, выдвигаемым в титриметрии. Характерное изменение окраски анализируемого раствора в процессе титрования послужило основой для создания экспрессной методики с визуальной фиксацией точки эквивалентности (т.э.) (табл.).

Для более четкой фиксации т.э. приведенной реакции использованы электрохимические методы анализа, такие как потенциометрическое титрование и амперометрическое титрование с одним и двумя индикаторными электродами (табл.).

Таблица. Сравнительная характеристика методик анализа ферратных растворов

Методика	Диапазон определяемых концентраций, М	Время анализа, мин	$S_r$
Метод Шреера-Томпсона-Оккермана [1]	$10^{-2} - 10^{-1}$	30 – 40	0,015 – 0,050
Экспрессное титрование с визуальной фиксацией т.э.	$10^{-4} - 10^{-2}$	5 – 15	0,010 – 0,030
Потенциометрическое титрование	$10^{-4} - 10^{-2}$	20 – 25	0,005 – 0,015
Амперометрическое титрование с одним индикаторным электродом	$10^{-5} - 10^{-2}$	15 – 20	0,010 – 0,020
Амперометрическое титрование с двумя индикаторными электродами	$10^{-4} - 10^{-2}$	20 – 25	0,010 - 0,020

Из анализа табличных данных видно, что предложенные методики обладают хорошими метрологическими характеристиками. Все они отличаются доступностью и простотой выполнения. При этом визуальное титрование превосходит остальные по времени проведения анализа, а методика амперометрического титрования с одним индикаторным электродом охватывает больший диапазон концентраций определяемого иона.

1. Schreyer J.M., Thompson G.W., Ockerman L.T. Oxidation of Chromium(III) with Potassium Ferrate(VI) // Anal. Chem. – 1950. – Vol. 22, № 11. – P. 1426 – 1427.

2. Супрунович В.И., Павлова О.В., Головки И.Д., Головки Д.А. Экспрессный метод определения ферратов в щелочной среде с помощью гидросокомплексов хрома(III) // Вопр. химии и хим. технологии. – 2009. - №6. – С.83 – 87.

## ОКИСНО-ВІДНОВНІ ТА СПЕКТРОСКОПІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ 18-МОЛІБДОДИФОСФАТУ. ВИЗНАЧЕННЯ ВІДНОВНИКІВ ТА ОКИСНИКІВ.

ЦИГАНОК Л.П., ВИШНІКІН А.Б., ПЕТРУШИНА Г.О.

Дніпропетровський національний університет ім. О.Гончара [galinka83@gmail.com](mailto:galinka83@gmail.com)

Визначенню відновників останнім часом аналітики приділяють багато уваги через їх широке використання в харчовій промисловості у якості антиоксидантів, в аналізі фармацевтичних препаратів, рослинної продукції тощо.

Зворотне відновлення 12- молібдофосфату не є досить вдалим реагентом для цих цілей через невелику швидкість реакцій. 18-молібдофосфат  $P_2Mo_{18}O_{62}^{6-}$  (18-МФК) є похідним 12-молібдофосфатного  $P_2Mo_{12}O_{40}^{6-}$  гетерополіаніона (ГПА), від двох молекул якого відщеплено два фрагменти  $Mo_3O_9$ . Він зберігає ряд властивостей ГПА структури Кеггіна, але є більш сильним окисником завдяки наявності в структурі двох кілець із  $Mo(VI)$ , відновлюючись ступінчасто до 2-е, 4-е та 6-е синіх ГПА. Це дає можливість використовувати його для визначення широкого ряду відновників і, завдяки здатності ГПА до зворотнього окиснення, для визначення окисників. На жаль, даних про спектроскопічні характеристики відновлених похідних 18-МФК, їх поведінку в розчинах залежно від кислотності не знайдено, невідомі величини молярних коефіцієнтів світлопоглинання.

При потенціометричному титруванні 18-МФК аскорбіною кислотою (АК) спостерігали чіткі перетини, які відповідають утворенню двох-, чотирьохелектронної та недосить чіткої перетин – шестиелектронної сині (ГПС). Окисно-відновні формальні потенціали двох- (ГПС-2) та чотирьохелектронної (ГПС-4) синей, розраховані за даними потенціометричного титрування 18-МФК аскорбіною кислотою при  $pH = 4$ , дорівнюють 0,73 та 0,31 відповідно.

Електронні спектри ГПС-2 та ГПС-4 мають характерні для відновлених молібденових ГПА структури Кеггіна смуги поглинання у видимій та ближній ІЧ ділянках спектра. Максимум основної смуги поглинання розчину двохелектронної сині при  $pH = 4$  знаходиться при 790 нм, молярний коефіцієнт дорівнює  $1,17 \cdot 10^4$  моль $^{-1}$ ·л·см $^{-1}$ . Для чотирьохелектронної сині ці показники — 680 нм та  $2,16 \cdot 10^4$  моль $^{-1}$ ·л·см $^{-1}$ . Ці смуги, як правило, пов'язують з посиленими через делокалізацію електронів d-d переходами  ${}^2B_2 \rightarrow {}^2B_1$  та  ${}^2B_2 \rightarrow {}^2E$  відповідно. У спектрах поглинання гетерополісинеї присутнє плече в області 950 нм, смуги в цій області відносять до міжвалентних переносів електрона  $Mo^V \rightarrow Mo^VI$  між октаедрами  $MoO_6$ .

Таким чином, 18-молібдофосфат (жовта форма) є достатньо сильним окисником, а його відновлені сині форми – відновниками, реакції окиснення – відновлення перебігають досить швидко, що дозволяє використовувати його як для визначення відновників, так і окисників. Показана також можливість одночасного визначення окисника і відновника в одній пробі.

Були розроблені достатньо чутливі прості СФ методики визначення АК в соках, фармпрепаратах, м'ясних виробих, одночасного визначення АК та нітрит-іонів у м'ясних продуктах, парацетамолу (ПЦ) в фармпрепаратах, сумісного визначення ПЦ та АК. Розроблена також тест-методика визначення нітрит-іонів в інтервалі концентрації від 20 до 500 мг/л та АК. Для цього запропоновано простий спосіб одержання тест-смужок на целюлозі для тест-визначення АК та нітрит-іонів.



## ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРІЯ ІОНІВ Sc(III), Ga(III) ТА In(III) У ПРИСУТНОСТІ ДЕЯКИХ О,О'-ДИГІДРОКСИЗАМІЩЕНИХ АЗОБАРВНИКІВ

ПИСАРЕВСЬКА С., ДУБЕНСЬКА Л.

Львівський національний університет ім. І. Франка, хімічний факультет, кафедра аналітичної хімії, вул. Кирила і Мефодія 6/8, 79005, м. Львів [pysarevska\\_s@yahoo.com](mailto:pysarevska_s@yahoo.com)

Відносно новим напрямом у електрохімічному аналізі є застосування органічних реагентів для визначення іонів металів. Основними перевагами вольтамперометричних методик з використанням органічних сполук різних класів є висока селективність та чутливість визначення. Підвищення вибірковості аналізу зумовлене специфічною взаємодією чи розділенням піків іонів з близькими потенціалами відновлення в результаті утворення хелатів різної стійкості. Методики є високочутливими, а особливо низькі межі виявлення металів одержують при використанні попереднього адсорбційного нагромадження на електроді та каталітичних ефектів. Застосування комплексування з електроактивними органічними реагентами дозволяє значно розширити можливості вольтамперометричних методів для визначення іонів металів з потенціалами відновлення в далекій катодній області. Розроблено методики, які ґрунтуються на відновленні лігандів з утворених хелатів. Аналітичний сигнал, що реєструється, є пропорційним до концентрації комплексної сполуки і, відповідно, до концентрації іонів металу.

Метою цієї роботи було дослідження взаємодії іонів Sc(III), Ga(III) та In(III) з деякими о,о'-дигідроксизаміщеними азобарвниками – еріохромом червоним В (ЕЧВ), еріохромом чорним Т (ЕЧТ), кальконом (КЛК) та кальцесом (КЛС) для розроблення вольтамперометричних методик їх визначення. Взаємодія іонів Sc(III), Ga(III) з усіма дослідженими азобарвниками та In(III) з ЕЧВ та ЕЧТ супроводжується зміною забарвлення розчинів та змінами у електронних спектрах поглинання. Утворені комплексні сполуки є електроактивними, відновлення яких характеризується виникненням нових піків на вольтамперограмах азобарвників. У випадку хелатів Sc(III) та In(III) реєструється один додатковий пік відновлення (P'), тоді як відновлення Ga(III) з усіма дослідженими азобарвниками характеризується появою двох додаткових піків (P' та P''), які не спостерігаються за відсутності органічних реагентів. Нові піки (пік P' у випадку систем Ga(III)–азобарвник) зумовлені відновленням ліганду з комплексної сполуки. Лінійна залежність між аналітичним сигналом та концентрацією металів дозволяє визначати їх з добрими метрологічними характеристиками. Такі характеристики для деяких систем наведені у таблиці.

Система	$E_p, \text{В}$	$pH_{opt}$	Рівняння графіка	Межа виявлення, М
Ga(III)-ЕЧВ	0,51-0,60 та 0,94	3,4-4,4 та 7,5-8,2	$I=0,40+1,30 \times 10^5 C_{Ga(III)}$	$2,0 \times 10^{-7}$
Ga(III)-КЛС	0,37-0,43	3,9-5,2	$I=1,58+1,73 \times 10^5 C_{Ga(III)}$	$5,0 \times 10^{-7}$
Ga(III)-КЛК	0,40-0,43	3,7-4,5	$I=0,60+3,03 \times 10^5 C_{Ga(III)}$	$1,0 \times 10^{-6}$
Sc(III)-ЕЧВ	0,93	8,0-8,6	$I=0,16+6,05 \times 10^5 C_{Sc(III)}$	$1,1 \times 10^{-6}$
Sc(III)-КЛС	0,83-0,85	8,2-9,0	$I=1,31+3,70 \times 10^5 C_{Sc(III)}$	$6,9 \times 10^{-7}$
In(III)-ЕЧТ	0,68 та 0,78	5,4-6,0 та 7,5-8,5	$I=0,67+4,40 \times 10^4 C_{In(III)}$	$2,2 \times 10^{-6}$

Нами було досліджено вплив деяких катіонів та аніонів на вольтамперометричне визначення Sc(III), Ga(III) та In(III) з азобарвниками. Перевірена правильність вольтамперометричного визначення Sc(III), Ga(III) та In(III), розроблені методики їх визначення в модельних розчинах, сплавах та ґрунті.

## КОМПЛЕКСООУТВОРЕННЯ ІОНІВ Sc(III), Ga(III) ТА In(III) З ДЕЯКИМИ О,О'-ДИГІДРОКСИЗАМІЩЕНИМИ АЗОБАРВНИКАМИ

ПИСАРЕВСЬКА С., ДУБЕНСЬКА Л., ПЛОТИЦЯ С., ЛЕВИЦЬКА Г.

Львівський національний університет ім. І. Франка, хімічний факультет, кафедра аналітичної хімії, вул. Кирила і Мефодія 6/8, 79005, м.Львів [pysarevska\\_s@yahoo.com](mailto:pysarevska_s@yahoo.com)

Дослідження комплексоутворення є важливим етапом при розробленні нових методик визначення, оскільки розуміння процесів, що відбуваються в системі дає можливість оптимізувати умови проведення аналізу і, як наслідок, покращити метрологічні та аналітичні характеристики.

Метою цієї роботи було дослідження хелатоутворення іонів Sc(III), Ga(III) та In(III) з еріохромом червоним В (ЕЧВ), еріохромом чорним Т (ЕЧТ), кальконом (КЛК) та кальцесом (КЛС).

Іони Sc(III) та Ga(III) утворюють комплексні сполуки з усіма дослідженими азобарвниками (R), про що свідчить зміна забарвлення розчинів органічних реагентів у присутності іонів металів та відмінність електронних спектрів поглинання R та систем R–Me(III). Іони In(III) утворюють комплексні сполуки лише з ЕЧВ та ЕЧТ. Ознакою утворення хелатів іонів Sc(III), Ga(III) та In(III) з азореагентами є також реєстрація нових катодних піків, зміщених в область негативніших потенціалів відносно піків відновлення вільних азобарвників. Виникнення додаткових піків спричинене відновленням лігандів з комплексних сполук.

Для встановлення співвідношення компонентів в комплексних сполуках та оцінки стійкості хелатів використовували методи ізомольарних серій та мольарних відношень у вольтамперометричному варіанті. Спектрофотометричні методи застосовували лише для дослідження Ga(III)–ЕЧВ, Ga(III)–КЛК та Sc(III)–КЛС, оскільки значне перекривання абсорбційних спектрів в області максимумів поглинання інших систем (за винятком хелатів Sc(III), Ga(III) та In(III) з ЕЧТ, що досліджені іншими авторами) унеможливило їх використання. Встановлено, що іони Sc(III) з ЕЧВ, КЛК та КЛС, а In(III) з ЕЧВ, ЕЧТ утворюють комплексні сполуки із співвідношенням компонентів Me:R=1:2 і приблизно однакової стійкості (загальна константа стійкості  $\epsilon$  в межах  $10^9$ – $10^{10}$ ). Хелати іонів Ga(III) з ЕЧВ утворюються при співвідношенні Ga:ЕЧВ=1:2, а з КЛК та КЛС – 1:3. Стійкість комплексних сполук Ga–КЛК та Ga–КЛС є на 3-5 порядків вищою, ніж стійкість Ga–ЕЧВ.

Іони Sc(III), Ga(III) та In(III) здатні утворювати міцні комплекси з іонами  $\text{OH}^-$ , тому можливим є конкурентне утворення гідрококомплексів. Отже, важливим є встановлення форм іонів металів  $\text{M}(\text{OH})_i^{3-i}$ , що входять до складу комплексів. Методом, розробленим Назаренком, було визначено, що в межах рН 4,5-5,5 участь у комплексоутворенні беруть іони  $\text{Sc}^{3+}$  та  $\text{Ga}^{3+}$ . При рН в межах 7,5-8,9 іони Sc(III) та Ga(III) вступають в комплексоутворення у формі  $\text{MeOH}^{2+}$ , а In(III) – у формі  $\text{In}(\text{OH})_2^+$ . Також цим методом було обчислено кількість іонів Гідрогену, що витісняються іонами металів з іонів лігандів при утворенні комплексних сполук.

## **НОВЫЙ ПОДХОД К КЛАССИФИКАЦИИ ТОВАРНЫХ БЕНЗИНОВ И ЛЕГКИХ ГАЗОКОНДЕНСАТНЫХ ФРАКЦИЙ НА ОСНОВЕ ДИЭЛЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ДАННЫХ И ХЕМОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ**

РУДНЕВ В.А., БОЙЧЕНКО А.П., КАРНОЖИЦКИЙ П.В.

Национальный технический университет «ХПИ», [vasiliy-rudnev@mail.ru](mailto:vasiliy-rudnev@mail.ru)

Диэлектрическая проницаемость является важной характеристикой бензинов, что подтверждается многочисленными публикациями и патентами по определению на ее основе важных свойств топлив, например, октанового числа. Однако интегральные свойства диэлектрической проницаемости часто препятствуют применению метода при изучении широкого спектра бензинов. Поэтому актуальным является разработка подхода по использованию диэлектрических измерений и других данных о физико-химическом составе бензинов и легких газоконденсатных фракций для классификации и идентификации образцов с применением хемометрических методов.

В данной работе предлагается новый подход к классификации бензинов и легких газоконденсатных фракций, который включает: (i) измерение значений диэлектрической проницаемости исходного образца; (ii) фракционную перегонку бензинов с отбором узких фракций в различных температурных диапазонах (в качестве температурных диапазонов отбора фракций были выбраны следующие: начало кипения – 75 °С, 75 – 120 °С, 120 – 190 °С); (iii) измерение значений диэлектрической проницаемости полученных фракций; (iv) классификацию образцов с использованием кластерного анализа или обученных нейронных сетей. Для исследования были выбраны по 5 образцов товарных бензинов марок А-76, А-92, А-95, А-98, а также легких (бензиновых) фракции газовых конденсатов, добываемых на территории 7-и газоконденсатных месторождений Украины.

Применение предложенного подхода для классификации бензинов показало надежную дифференциацию товарных бензинов от легких фракций: все образцы были правильно отнесены к соответствующим группам. На основании диэлектрических данных исходных бензинов и их узких фракций удалось классифицировать товарные бензины по марке с погрешностью 4,5 %. Для классификации легких фракций по месту добычи исходного газового конденсата потребовалось использование дополнительных данных, таких как плотность и объемные доли узких фракций. Погрешность отнесения легких газоконденсатных фракций к месту их добычи в этом случае составила 14,3 %.

Результаты классификации бензинов и легких газоконденсатных фракций с использованием нового подхода сравнивались с результатами классификации по результатам исследования компонентного состава тех же образцов методом газожидкостной хроматографии. В последнем случае также удалось безошибочно отделить товарные бензины от легких газоконденсатных фракций. Ошибка при классификации товарных бензинов также составила 4,5%. Однако ошибка при классификации легких газоконденсатных фракций по месту добычи оказалась меньше и составила 5,7 %.

Предложенный подход является экспрессным и более дешевым по сравнению с классификацией на основе спектроскопических и хроматографических данных и может быть рекомендован для практического использования при контроле качества бензинов и в криминалистических исследованиях.

## ОСОБЛИВОСТІ ВИКОРИСТАННЯ ДІЇ ФІЗИЧНИХ ПОЛІВ ПРИ ПРОБОПІДГОТОВЦІ БІОЛОГІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ

ЧМИЛЕНКО Ф.О., САЄВИЧ О.В.

Дніпропетровський національний університет імені Олеся Гончара  
analyticdnu@mail.ru

Мікрохвильове та ультразвукове випромінювання успішно використовують для прискорення пробопідготовки при багатоелементному аналізі біологічних та медичних об'єктів. Біологічні об'єкти, які мають органічну матрицю, традиційно складні для аналізу через низький вміст мікроелементів - забруднювачів і значності матричних впливів. Використання дії фізичних полів дозволяє значно скоротити час процесу аналізу та кількість реактивів. Будова та структура біомедичних зразків, кількісний та якісний склад білкової матриці, вміст внутрішньої вологи, визначають спосіб пробопідготовки та ефективність використання випромінювань різних видів. Класифікація аналізуючих проб, яка заснована на їх фізичному стані та обумовлена масовою часткою води, дозволила спрогнозувати реакційну здатність білкових матриць, характер і ступінь поглинання пробами мікрохвильової та ультразвукової енергії.

В доповіді наведено дані про нові схеми пробопідготовки зразків кісткового мозку та хрящової тканини. Показано прискорюючу дію ультразвуку при мінералізації та екстракції елементів із зразків кісткового мозку при визначенні нікелю, феруму та цинку методом ААС. Підібрані оптимальні параметри ультразвукової дії, при яких досягається повне руйнування органічної матриці проб: частота – 22 кГц, інтенсивність 3,9 Вт/см<sup>2</sup>, час – 4 - 7 хвилин.

При проведенні ультразвукової мінералізації проб хрящової тканини не вдалось досягнути повного руйнування органічної матриці проб. Малий вміст білків та досить велика кількість внутрішньої вологи – порівняно з іншими досліджуваними зразками – дозволили спрогнозувати доцільність застосування дії мікрохвильового випромінювання. Показано ефективність використання мікрохвильового випромінювання (МХВ) при мінералізації проб хрящової тканини та підібрано оптимальні параметри: потужність – 450 Вт, час - 30 хв. Використання МХВ дозволяє скоротити час аналізу проб такого типу на 15 хв (час УЗ-мінералізації – 45 хв).

Удосконалено методику атомно-абсорбційного визначення хімічних елементів (цинку, феруму, купруму) в біопробах різних видів з проведенням їх мінералізації в герметичному реакторі та додатковою дією ультразвуку (частота – 22 кГц, інтенсивність – 3,5 Вт/см<sup>2</sup>, час – 5 хв). Показано, що додаткова ультразвукова обробка мінералізації дозволяє досягти більш повного руйнування фрагментів матриці зразків, що покращує результати аналізу.

Систематичне вивчення процесів хімічного руйнування біологічних зразків різної природи з використанням ультразвукового та мікрохвильового полів показало, що для зразків з високим вмістом внутрішньої вологи і незначною кількістю білків (хрящі, тканини кісткового мозку) найбільш оптимальне проведення мікрохвильової мінералізації, яка дозволяє досягти повного вскриття зразків. При аналізі матеріалів біологічного походження з істотним вмістом колагенскладуючої тканини та незначним вмістом вологи найбільш ефективне проведення пробопідготовки з застосуванням ультразвукової дії.

## МОДИФІКАЦІЯ АНАЛІТИЧНИХ ФОРМ $\text{XMoO}_{40}^{4-}$ ( $\text{X}=\text{Si}(\text{IV}), \text{Ge}(\text{IV})$ ) ДЛЯ ПІДВИЩЕННЯ ЧУТЛИВОСТІ ЇХ ВИЗНАЧЕННЯ.

СЕЛІВАНОВА Т.В.<sup>1</sup>, ВИШНІКІН А.Б.<sup>2</sup>, ЦИГАНОК Л.П.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Криворізький педагогічний університет

<sup>2</sup>Дніпропетровський національний університет ім. Олеся Гончара.

[vit-ro@mai.ru](mailto:vit-ro@mai.ru)

Регламентація вмісту найрозповсюдженішого елемента Si у високочистих об'єктах: водах, монокристалах, напівпровідниках тощо, як і Ge у відходах виробництва для його вилучення, біооб'єктах, продуктах харчування та косметичних засобах потребує розробки високочутливих ( $10^{-8}$  –  $10^{-6}$  моль/л) методик їх визначення.

Для вирішення такої задачі обрано декілька способів модифікації аналітичної форми (АФ) – 12-молібдосилікату (12-МСК) та германату (12-МГК): водно-міцелярні середовища, йонні асоціати (ІА)  $\text{XMoO}_{40}^{4-}$  з барвником поліметинового ряду (ПБ), а також концентрування та розділення у вигляді ІА МСК з ТФМ-барвниками на твердих носіях.

Для ГПА Si(IV), Ge(IV) характерне існування у розчинах структурних ізомерів  $\alpha$  і  $\beta$ , які відрізняються рН утворенням і світлопоглинанням на відміну від ГПА P(V), As(V). Як правило у спектрофотометричних методиках використовують  $\beta$ -ізомер з більшим молярним коефіцієнтом, але він утворюється досить повільно. У міцелярних середовищах НПАР  $\beta$ -форма стабілізується, скорочується час її утворення за рахунок фіксації та концентрування ГПА на поверхні міцел  $\text{M}^n\text{НПАР}$  ( $\text{M}^{n+} = \text{H}^+, \text{M}^+, \text{M}^{2+}$ ). Такий прийом значно скорочує час аналізу, але не спостерігається підвищення чутливості.

Другим шляхом обрано реакції утворення ІА ГПА з новим ПБ – астрафлосином (АФ), який має  $\epsilon = 1,4 \cdot 10^5$  моль<sup>-1</sup>л см<sup>-1</sup>. Характерним для ІА з АФ є зміна забарвлення, яку можна пояснити специфічною орієнтацією наночастинок псевдоколоїдного розчину ІА, що приводить до появи нових смуг поглинання. Таким чином відпадає необхідність усунення забарвлення надлишку АФ. СФ методики визначення Si(IV) та Ge(IV) у вигляді ІА з АФ високочутливі ( $C_n = 10^{-8}$  –  $10^{-7}$  моль/л), досить експресні, результати аналізу добре відтворювані.

Слідуючим кроком обрали концентрування сорбцією ІА МСК з ТФМ-барвниками з кристалічним фіолетовим та діамантовим зеленим на твердому носії пінополіуретані (ППУ). Надлишок ОБ усували повторним підкисненням після утворення ІА за рахунок протонування  $\text{OБ}^+$  зі зміною забарвлення. Надлишок молібдат-йонів усували введенням тартратної кислоти.

За лінеаризованою формою ізотерми сорбції Ленгмюра розрахована сорбційна ємність ППУ за ІА і константа сорбції – 0,77 мкмоль/г та  $1,3 \cdot 10^6$  л/моль відповідно. На відміну від ГПА ІА легко вимивається із сорбату органічними розчинниками або їх сумішами. Елюат використано для сорбційного-СФ визначення Si на рівні  $10^{-8}$  моль/л, забарвленні сорбати використанні як шкали для тест-визначення.

Одержані скановані зображення сорбатів, які розкладено на кольорові координати R, G, B, показана наявність кореляційної залежності між  $\Delta A$  та  $\text{lg}R$ . Це дозволило проводити кольорометричного визначення Si без спектроскопічного обладнання.

На основі одержаних результатів розроблено комплекс високочутливих СФ, тест-методик визначення Si, Ge, сорбційно-СФ та кольорометричних методик визначення Si ( $10^{-8}$  моль/л), які опробовані на реальних об'єктах.

## КОНТРОЛЬ ВМІСТУ ГМО В ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ

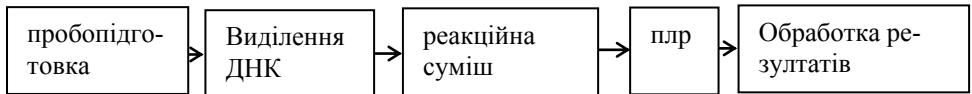
ЧМИЛЕНКО Ф.О., МІНАЄВА Н.П., СИДОРОВА Л.П.

Дніпропетровський національний університет імені О. Гончара, [analyticdnu@mail.ru](mailto:analyticdnu@mail.ru)

Згідно ухвали КМУ № 468, прийнятому в Україні в травні 2010 р всі продукти харчування, що містять генетично модифіковані організми, повинні мати обов'язкову маркіровку. Продукти без відповідних відміток повинні вилучатися з обороту. Граничний рівень вмісту ГМО в харчовій продукції, що не вимагає маркіровки, складає 0,9%.

Нами використаний метод полімеразної ланцюгової реакції (ПЛР) «в реальному часі» Цей метод виявлення ГМО в сировині і харчових продуктах рослинного походження за допомогою тест-систем заснований на використанні полімеразної ланцюгової реакції з детекцією результатів в режимі реального часу. Метод ПЛР в реальному часі заснований на детектуванні сигналу флуоресценції, що дозволяє спостерігати процес накопичення продукту в процесі реакції. Сигнал флуоресценції наростає пропорційно збільшенню кількості продукту ампліфікації в досліджуваному зразку. Момент помітного збільшення сигналу і відрив його від базової лінії, так званий пороговий цикл, залежить від початкової кількості ДНК - мішені. Чим більше кількість ДНК в зразку, тим раніше спостерігається початок зростання сигналу флуоресценції і тим менше пороговий цикл. Описана методика дозволяє ідентифікувати і кількісно визначати ГМО в продуктах харчування за допомогою полімеразної ланцюгової реакції «в реальному часі».

Аналітичний процес ПЛР-визначення складається з наступних етапів:



У роботі використана система проведення ПЛР в режимі реального часу ABI PRISM 7300 (Applied Biosystems, США), що дозволяє з високою точністю визначати кількість генетично модифікованої ДНК, виділеної навіть з продуктів глибокої переробки рослинної сировини. На стадії виділення ДНК використовуються також: гомогенізатор, термостат і центрифуга-вортекс (Biosan, Латвія), спектрофотометр біологічний SmartSpec Plus (США), необхідний для оцінки чистоти і кількості виділеної ДНК

Проведений порівняльний аналіз трьох методик виділення ДНК в харчових продуктах («Nucleo Spin Food»(США) «Сорб-ГМО-А», Синтол,(Росія), «Набір для виділення рослинної ДНК» (Україна)), а також дана порівняльна оцінка трьох різних наборів для кількісного визначення ГМО (тест-систем): «TaqMan@GMO Maize 35S Detectsion Kit» (США); «Кукурудза 35S кількості» (Росія); «ПЦР-РВ суміш ГМО-кукурудза» (Україна).

Для оцінки точності визначення вмісту ГМО методом ПЛР «в реальному часі»: використовували три різні набори для кількісного визначення ГМО - «TaqMan@GMO Maize 35S Detectsion Kit» (США); «Кукурудза 35S кількості» (Росія); «ПЛР-РВ суміш ГМО-кукурудза» (Україна). Всі три системи використовувалися спільно з детектуючим ампліфікатором - системою для проведення ПЛР в режимі реального часу.

Як досліджуваний зразок використовували сертифікований контрольний матеріал (кукурудзяну муку IRMM-413-3 MON 810 maize Sample Identification № 2225 [ERM BF 413d], виробництва Інституту контрольних матеріалів і методів, Бельгія) з вмістом (по масі) генетично модифікованої кукурудзи лінії MON 810 щодо немодифікованої 0,1%, 1,0%, 5,0%. Всього було проведено по два незалежні дослідження для кожного з вибраних наборів. Кожне дослідження включало серію зразків. Після етапу очищення ДНК зразки тестували в двох повторностях.

Метод полімеразної ланцюгової реакції в реальному часі використовувався нами при аналізі на вміст ГМО наступних харчових продуктів: крупи, овочі, ковбасні вироби.

## **ВПЛИВ УЛЬТРАЗВУКА НА ПРОЦЕС ВИЛУЧЕННЯ РІЗНИХ ФОРМ БІОГЕННИХ ТА ВАЖКИХ МЕТАЛІВ З ҐРУНТІВ**

**Ф.О. ЧМИЛЕНКО, Н.М. СМІТЮК**

Дніпропетровський національний університет імені О. Гончара, [analyticdnu@mail.ru](mailto:analyticdnu@mail.ru)

В останні десятиліття серед найбільш небезпечних забруднювачів навколишнього середовища все частіше називають важкі метали. Їхня міграція і перерозподіл у компонентах екосистем залежать як від цілого комплексу природних факторів, так і від інтенсивності та характеру техногенезу. Біогеохімічними й екологічними дослідженнями показано, що для біоти найбільш важливим є не весь ґрунтовий фонд важких металів, а вміст їхніх рухливих форм (водорозчинні, кислоторозчинні й ін.). Характер та форма міграції металів визначається як внутрішніми – властивості елементів (у тому числі йонні маса та радіус), їхня реакційна здатність, характер утворених хімічних сполук, так і зовнішніми факторами – температура, вологість, величина рН, величина іонного потенціалу, наявність органічної речовини, мінеральні супутники. Різноманітні процеси водної міграції важких металів можна систематизувати по трьох групах: масопереніс, масообмін і змішування. На ділянках з техногенними джерелами забруднення середовища важкими металами одночасно виявляються всі три типи названих процесів; на ділянках, де техногенні джерела відсутні, переважають процеси масопереносу і масообміну.

Сполуки заліза та марганцю у різних ступенях окиснення в ґрунтах представлені головним чином гідроксидами та оксидами. Їх вміст значно впливає на властивості ґрунту, збільшуючи рівень рН-залежних зарядів ґрунтового поглинаючого комплексу, змінюючи окисно-відновний потенціал та фосфорофіксуючу здатність ґрунтів.

Описано вплив ультразвуку на вилучення різних рухомих форм заліза та марганцю з ґрунту при отриманні ґрунтових витяжок розчинниками різної природи. В якості об'єктів для аналізу було обрано чорнозем звичайний, відібраний з глибини 10-20 см на різних ділянках поверхні ґрунту біля джерела техногенного забруднення (зразок 1) та умовно чистий (зразок 2). Досліджували витяжки, отримані за агрохімічною (60 хв. струшування на ротаторі, АХМ) та ультразвуковою (15 хв. дії ультразвуку при частоті 22 кГц з інтенсивністю 3,88 Вт/см<sup>2</sup>, УЗМ) методиками. Визначення вмісту заліза та марганцю в розчинах проводили спектрофотометричним та атомно-абсорбційним методами.

Отримані результати дозволили зробити висновок, що під дією ультразвуку у всі ґрунтові витяжки вилучається більша кількість розчинних форм металів в порівнянні з агрохімічною методикою. Це пов'язано з диспергуючим та окиснюючим впливом ультразвуку.

Запропоновано послідовну схему пробопідготовки ґрунту, яка полягає у постадійній обробці ультразвуком при оптимальних параметрах одного зразка ґрунту розчинниками різної природи. Це дозволило встановити кількісний вміст водо-, соле- та кислотнорозчинних форм елементів у зразках чорнозему звичайного та скласти матеріальний баланс для них за кількістю важких та біогенних елементів.

## ДОСЛІДЖЕННЯ АНТИОКСИДАНТНОЇ АКТИВНОСТІ ФЛАВОНОЇДІВ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ.

СТЕПНЕВСЬКА Я.В., ПАНТЕЛЕЕВА О.С.

Український державний хіміко-технологічний університет, м. Дніпропетровськ  
[467436@rambler.ru](mailto:467436@rambler.ru)

Антиоксиданти це речовини які перешкоджають проходженню вільно-радикальних процесів окиснення в об'єктах органічного та неорганічного походження. Останнього часу біоантиоксиданти знайшли широке використання в косметичній, харчовій та фармацевтичній промисловості в якості біоактивних добавок.

В літературі описано багато різноманітних методів оцінки антиоксидантної активності (АОА) біоактивних сполук – це фотометричні, хемолюмінісцентні, флуориметричні, електрохімічні, біологічні методи та комбіновані методи з використанням біологічних маркерів. Однак усі перелічені методи використовують різні модельні системи, а іноді дають притилежні один одному результати АОА, які до того ж мають різні розмірності, що не дозволяє порівнювати отримані результати між собою. Одним з найбільш простих та інформативних методів кількісної оцінки антиоксидантної активності є метод автоокиснення низших альдегідів, який базується на інгібуванні автоокиснення альдегіду до карбонової кислоти в присутності речовин, які мають антиоксидантні властивості. Але нормативних документів які б регламентували методи оцінки АОА досі не існує. Тому пошук нових підходів до визначення антиоксидантів та їх активності є сучасним актуальним завданням.

Відомо, що усі флавон – флавонові перетворення в рослинній сировині проходять під впливом УФ світла. В умовах радіолізу під дією УФ - опромінювання в присутності кисню у водно-спиртовому середовищі утворюються активні проміжні частинки (АПЧ), такі, як гідроксильний радикал - OH<sup>•</sup>, гідратований електрон - e-гідрат, атом H, гідроксиетильний радикал ROH<sup>•</sup>, R<sup>•</sup>, перекісні радикали та інші, які взаємодіють із молекулами біоактивних сполук. Флавоноїди під дією радикалів, що утворилися, змінюють свої оптичні властивості та функціональну активність. Для оцінки антиоксидантної активності флавоноїдів - кемпферолу та кверцетину було використано метод стаціонарного радіолізу та досліджено їх спектральні характеристики до та після УФ - опромінення.

УФ – опромінення проводили в кварцевому посуді за допомогою УФ лампи КД-33Л. Спектри оптичного поглинання водно-спиртових розчинів кемпферолу та кверцетину (рН=5,6) реєстрували на спектрофотометрі СФ-46 М при кімнатній температурі, у діапазоні довжин хвиль 250-500 нм у кварцових кюветах з довжиною оптичного шляху 30 мм. В спектрах оптичного поглинання флавоноїдів проведений радіоліз викликав батохромний зсув в видимій області спектру на 20-25 нм, що свідчить про активну взаємодію флавоноїдів із АПЧ. Час УФ – опромінення, який необхідний для зміни структури біоактивної речовини (флавоноїда) є характеристикою її антиоксидантної активності.



## СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗНОВАЛЕНТНЫХ ФОРМ ЦЕРИЯ В ФОСФОРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ

СТОЯНОВ А.О., АНТОНОВИЧ В.П., СТОЯНОВА И.В., ЧИВИРЕВА Н.А.

Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАН Украины; г. Одесса, e-mail: [antonovich@te.net.ua](mailto:antonovich@te.net.ua)

На свойства функциональных материалов, содержащих в качестве основы или допирующих добавок соединения редкоземельных элементов, большое влияние оказывает соотношение их разновалентных форм. Проблема определения элементов в разных степенях окисления при совместном присутствии относится к трудным и актуальным задачам аналитической химии. При определении разновалентных форм церия обычно используют стандартную схему анализа: определение церия (IV); определение общего церия после перевода в одну из валентных форм; определение церия (III) по разности  $Ce_{\text{общ.}} - Ce(IV)$ .

При решении задачи определения  $Ce(III, IV)$  в пленкообразующих материалах на основе фторидов РЗЭ основная проблема состоит в необходимости перевода в раствор труднорастворимых анализируемых веществ без изменения степеней окисления церия. Нами установлено, что для растворения образцов фторидов церия наиболее эффективна не обладающая окислительно-восстановительными свойствами  $H_3PO_4$ , в среде которой сосуществуют устойчивые фторидно-фосфатные комплексы  $Ce(III)$  и  $Ce(IV)$ .

Для спектрофотометрического определения церия (III) в присутствии больших избытков  $Ce(IV)$  в фосфорнокислой среде использована окислительно-восстановительная реакция между перманганат-ионом и  $Ce(III)$ . Содержание  $Ce(III)$  устанавливали по уменьшению окраски  $KMnO_4$ . Для связывания  $Ce(IV)$  и  $Mn(II)$  в растворимые комплексы использован раствор пиррофосфата натрия. Присутствие  $Ce(IV)$  и F-иона не мешают определению  $Ce(III)$ .

Для определения  $Ce(IV)$  в присутствии больших избытков  $Ce(III)$  разработана методика, основанная на окислении церием (IV) окрашенных органических соединений. Проведено систематическое изучение красителей различных классов. Для определения  $Ce(IV)$  могут быть рекомендованы родамин 6Ж, бромкрезоловый пурпурный, галлоцианин, метаниловый желтый и тропеолин 0, для которых с увеличением концентрации  $Ce(IV)$  наблюдается уменьшение оптической плотности без изменения характера спектра. Оптимальный интервал кислотности – 3-6 М  $H_3PO_4$ . Наибольшей чувствительностью обладают реакции с тропеолином и метаниловым желтым. Установлено, что на определение церия (IV) не влияют фторид-ионы,  $Ce(III)$ , Fe (II, III), но мешают Cr (VI), Mn (VII), V (V), которые в этих условиях разрушают окраску красителя.

Разработанные методики определения  $Ce(III)$  и  $Ce(IV)$  при совместном присутствии применены к анализу материалов на основе соединений  $CeF_{4-x}$ , позволяют проводить определение из одного раствора и обладают удовлетворительными метрологическими характеристиками.

## КОНТРОЛЬ ВМІСТУ ЙОДУ В ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ, СІЛЬСЬКОГОСПОДАРСЬКІЙ СИРОВИНІ ТА БІОЛОГІЧНИХ РІДИНАХ

ТРОХИМЕНКО О.М.

Київський національний університет імені Тараса Шевченка, trohimenko@univ.kiev.ua

Наразі у світі та Україні існує промислове виробництво спеціалізованих продуктів харчування, які додатково збагачено вітамінами, макро- та мікроелементами, зокрема, йодом. Проте, як за умов дефіциту, так і надміру необхідних елементів та речовин, незбалансований харчовий раціон, на тлі екологічних проблем, може призвести до серйозних порушень у роботі організму людини. Так, нестача йоду спричинює тяжкі захворювання щитоподібної залози, проте надмір його викликає йодоіндукований гіпертиреоз, лущення епідермісу і навіть некроз піддослідних тварин. З огляду на це, контроль вмісту йоду в харчових продуктах, сільськогосподарській сировині та біологічних рідинах є актуальною проблемою.

Метою роботи є огляд методів попередньої пробопідготовки та наступного визначення йоду в об'єктах з органічною матрицею, а також наукометричне дослідження публікацій з аналітичної хімії йоду за останні три десятиріччя. Зазначено, що не всі нормативні документи України з визначення йоду в об'єктах відповідають сучасним вимогам до метрологічних характеристик методик. Зазвичай, йод в об'єктах визначають у формі йодиду, йодату, органічного йоду чи його валового вмісту. Пробопідготовку деяких об'єктів аналізу, наприклад, вод, деяких рідких продуктів харчування, здійснюють без мінералізації (проби розчиняють, розбавляють, упарюють чи екстрагують з них аналіт). Проте більшість об'єктів аналізу з органічною матрицею (вуглеводнева, білкова, жирова) попередньо мінералізують шляхом сухого чи вологого озолення. Відмічено, що після мінералізації проб визначають загальний йод, а не окремі його форми. На публікації з мінералізацією зразків щороку припадає близько 95% робіт, причому у >90% останніх описано високотемпературне лужне озолення з використанням КОН чи  $K_2CO_3$  з наступною екстракцією з сухого залишку водою йоду у формі йодиду. Вологу мінералізацію зразків при визначенні йоду поділено на лужну (у середовищі сильних основ чи гідроксиду тетраметиламонію) та кислотну. Розглянуто інтенсифікацію методів пробопідготовки при визначенні йоду з використанням акустичного чи електромагнітного (ІЧ, УФ, мікрохвильове) полів.

Обговорено труднощі, що виникають при поєднанні попередніх методів пробопідготовки з наступними методами визначення, зокрема, кінетичними каталітичними методами (Ce(IV)–As(III) та Fe(III)–NO<sub>2</sub>–SCN-).

Здійснено наукометричне дослідження публікацій за останні три десятиріччя з аналітичної хімії йоду. Наукометричні дані представлено у поділі за роками, способами пробопідготовки, методами й об'єктами аналізу та формами йоду, що визначаються. У переважній більшості робіт (~80 %) визначають йод у формі йодиду або загальний йод (у формі йодиду після попередньої пробопідготовки). Кількість робіт з визначення однієї форми йоду у присутності іншої є незначною.

Припущено, що в найближчому майбутньому актуальним і перспективним для розвитку аналітичної хімії йоду буде удосконалення існуючих методик аналізу та поєднання їх з сучасними прискореними методами пробопідготовки. Нагальною проблемою для України буде залишатися підвищення продуктивності праці при виконанні рутинних аналізів клінічних об'єктів і продуктів харчування шляхом використання напівавтоматичних і автоматичних систем.

## ВПЛИВ ПРИРОДИ ЗАМІСНИКА В АЗОБАРВНИКУ НА ВОЛЬТ АМПЕРНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЦЕСУ ВІДНОВЛЕННЯ ІОНІВ Ru(IV).

ХАРЧУК Р., ТИМОШУК О.

Львівський національний університет імені Івана Франка, Кафедра аналітичної хімії  
[kharchukroman@ukr.net](mailto:kharchukroman@ukr.net)

Використання різноманітних органічних реагентів в вольтамперометрії платинових металів дозволяє розробити методики їх визначення з різними хіміко-метрологічними характеристиками, варіація яких дає змогу підібрати оптимальну методику під конкретний об'єкт дослідження. Але слід зауважити, що наявність замісників відносно функціональної (кординуючої) групи проявляє різний вплив на реакційну здатність барвника, що супроводжується різними ефектами у вольтамперометричному аналізі.

Нами досліджувалися електрохімічні властивості азобарвників (кислотного хромового темносинього (ХХТ), торону, алізаринового жовтого ЖЖ і судану II). На вольтамперограмах спостерігалось поява від одного до чотирьох піків відновлення в залежності від природи азобарвника та кислотності середовища. При введенні в розчин ХХТ іонів Ru(IV) виникає додатковий катодний пік комплексної сполуки, який характеризується низькою чутливістю відносно концентрації металу і для аналітичного використання не бажаний. Натомість зменшення піку барвника чутливе до концентраційних змін іонів Ru(IV). На основі цього розроблено методику вольтамперометричного визначення рутенію ( $C_n = 2,8 \cdot 10^{-6} \text{M}$ ). Основною перевагою розробленої методики є чіткість полярографічних піків, більш ніж півтора порядковий концентраційний інтервал лінійності та хороша відтворюваність результатів.

При сумісній присутності алізаринового жовтого ЖЖ та іонів Ru(IV) спостерігалось збільшення першого та третього катодних піків барвника пропорційно концентрації іонів металу. На основі цього ефекту розроблено методику визначення платиноїду з  $C_n = 5,2 \cdot 10^{-7} \text{M}$ . Дана методика характеризується достатньо широким концентраційним інтервалом та хорошою селективністю відносно інших платинових металів.

У випадку з тороном вольтамперометричне визначення рутенію є неможливим у зв'язку зі складністю відновлення самого барвника, зокрема наявність іонів Ru(IV) у розчинах органічного реагенту при pH 6,0-7,0 призводить до виникнення піку при потенціалі +0,1В – 0,0В. Оскільки потенціал виникаючого піку знаходиться в крайній анодній області потенціалів застосування вольтамперометричного методу, то відтворюваність результатів була надзвичайно складною проблемою.

В розчинах судану II та іонів Ru(IV) взаємодія не спостерігалася. На нашу думку це пов'язано з тим, що метална група в *п*-положенні значно утруднює ароматично-неароматичні перетворення. Крім того інша метална група в *о*-положенні стерично утруднює утворення комплексу з металом.

## КАЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КАК ЗАДАЧА КЛАССИФИКАЦИИ ОБЪЕКТОВ

Ю. В. ХОЛИН, А. В. ПАНТЕЛЕЙМОНОВ, Я. Н. КРАСНЯНЧИН

Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина kholin@univer.kharkov.ua

Лишь недавно снизилась активность дискуссий о дефинициях аналитической химии, о ее принадлежности к разряду фундаментальным или прикладным научным дисциплинам [1]. Относительно малое внимание в этих дискуссиях уделялось качественному химическому анализу, значение которого постоянно растет. Современный качественный анализ решает задачи идентификации и обнаружении аналитов. Для обнаружения используют аналитические процедуры, непосредственно приводящие к заключению о присутствии аналита в пробе (методики с бинарным откликом) либо формирующие заключение на основе обработки массивов первичных количественных данных, полученных инструментальными методами. Идентификация – это определение химического состава (и, возможно, строения) аналита либо вывод о его принадлежности к некоторому множеству объектов (например, заключение о том, что аналит является природным углеводом, наркотическим веществом, боевым отравляющим веществом и т.п.).

Все более отчетливой становится тенденция к трактовке качественного анализа как процедуры классификации объектов по их признакам. В таком подходе объединяются задачи идентификации и обнаружения, а результаты анализа рассматриваются как рекомендация для принятия потребителем управленческих решений. Поскольку при идентификации и обнаружении аналитов речь обычно идет об обработке массивов многомерных экспериментальных данных, необходимо применять хемометрические методы – алгоритмы классификации, распознавания образов, дискриминантного анализа, искусственных нейронных сетей и др. Отдельной проблемой является оценка надежности/ненадежности выводов качественного анализа (ненадежность выступает аналогом неопределенности, характеризующей результаты количественного анализа).

Если абстрагироваться от природы идентифицируемых/обнаруживаемых объектов, то легко заметить, что методология качественного анализа не отличается от общих принципов классификации, что приводит к появлению и таких определений качественного анализа, как «classification of objects against specified criteria to meet an agreed requirement» [2]. Не означает ли развитие качественного анализа в указанном направлении того, что настало время вернуться к поиску дефиниций аналитической химии и обсуждению ее специфики с учетом роста значимости качественного анализа и расширения круга аналитических задач?

1. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. –М.: Академия, 2007. – 464 с.
2. Hardcastle W.A. (Editor). Qualitative analysis: a guide to best practice. Cambridge: Royal Society of Chemistry, 1998. – 24 p.

## ТЕСТ-ЗАСОБИ І ТВЕРДІ НОСІЇ У ВІЗУАЛЬНОМУ КОЛЬОРОМЕТРИЧНОМУ ТЕСТ-АНАЛІЗІ РІДИНИ

Л.П.ЕКСПЕРІАНДОВА, С.В.ХИМЧЕНКО

НТК "Інститут монокристалів" НАН України, просп.Леніна, 60, Харків, Україна, 61001  
eksperiand@isc.kharkov.com

За результатами аналізу близько 200 наукових публікацій (у тому числі, 13 оглядових статей) за період з 1997 по 2009 рр. зроблено наступний висновок. Виявилось, що переважну частину всіх **твердих носіїв**, що використовуються в тест-аналізі рідини, займають силікагелі (кремнеземні, кремнійвмісні носії) та полімерні сорбенти (синтетичні та природні) – приблизно по 30 %; друге місце займає целюлоза (папір) – 10 %, волокнисті сорбенти – 8 %, активне вугілля (вуглецеві сорбенти, графіт) – 7 %; третє місце займають гідроксиди та оксиди металів – 5 %, а також нафталін та цеоліти – 3-4 %. Найбільш зручними для створення тест-засобів є пінополіуретан (ППУ) і паперові носії (зокрема, папір, модифікований речовинами, які є компонентами індикаторних реакцій). Якість забарвлення при проведенні реакції на поверхні носія залежить від його марки, що пов'язана з технологією виробництва і подальшого способу обробки. Крапельний аналіз зручно проводити на годинниковому склі або у блістерах з поліетилентерефталату (PET).

Для аналізу рідини використовують наступні **тест-засоби** (з аналітичним сигналом, що формується):

- *паперові смужки* (за інтенсивністю забарвлення реакційної зони); для попередження окислення реагенту киснем повітря або забруднення з навколишнього середовища індикаторні папери заклеюють у полімерні плівки;
- *індикаторні трубки* (за довжиною забарвленої або знебарвленої зони твердого носія з іммобілізованим реагентом, що вміщений у скляну трубку); кінець трубки опускають в рідину, що аналізують;
- *індикаторні порошки* (за інтенсивністю або зміною забарвлення самого індикаторного порошку чи рідини, що аналізують, при внесенні до неї індикаторного порошку); становлять собою суміш сипких матеріалів, на яких іммобілізовано реагенти;
- *таблетки* (інтенсивність забарвлення розчину, що аналізують, після вміщення до нього таблетки або забарвлення таблетки при нанесенні на неї розчину); суміш реагентів у вигляді таблеток або горошин, як носії для реагентів можуть виступати, зокрема, сахароза, силікагель, ППУ;
- *ампули* (порівняння зі шкалою забарвлення, яка виникає в реакційному контейнері з пробую у присутності вмісту ампули); у тонкостінні скляні ампули вміщують хімічні реактиви і запаюють;
- *багатошарові плівкові системи* (поява забарвлення в індикаторному шарі); для попередження передчасної реакції шари розподілені напівпроникними мембранами;
- *олівці для тестування* (забарвлення штрихів, що нанесені олівцем на зволожену розчином, який аналізують, поверхню); стрижні, які становлять собою волокнисті стрижні, що просочені реагентами, або спрєсовану суміш реагентів із в'язучою речовиною;
- *пробірки для напівмікроаналізу* (поява забарвлення розчину після його додавання до сухої суміші реагентів); суміш реагентів висушують безпосередньо у пробірці;
- *PET-блістери* (поява забарвлення розчину після його додавання до сухої суміші реагентів); суміш реагентів висушують безпосередньо у блістері).

## **КОНТРОЛЬ СОДЕРЖАНИЯ ОСМИЯ В СПЛАВАХ И КОНЦЕНТРАТАХ ТЕСТ-ПОЛОСАМИ И С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКИХ ФУНКЦИЙ**

ЧМИЛЕНКО Ф. А., ХУДЯКОВА С. Н.

Днепропетровский национальный университет им. О. Гончара,  
e-mail:analyticdnu@mail.ru

Выбор метода определения осмия в пробах различного происхождения зависит не только от химического состава, но и от содержания данного элемента в них. Учитывая широкий диапазон содержания (от 0,004 г/т до 80%), для большинства объектов требуется предварительное выделение и концентрирование осмия. Наиболее распространенный метод концентрирования основан на отгонке Os в виде летучего тетраоксида с последующим улавливанием в растворы, восстанавливающие Os до степеней окисления VI и IV. Их используют для последующего определения валового содержания Os различными аналитическими методами. В настоящее время возросла роль сорбционных методов концентрирования из растворов с использованием кремнезёмов и силикагелей, модифицированных меркапто- и дисульфидными группами, производными тиомочевины.

В мировой практике тест-методы применяют преимущественно для обнаружения интересующих потребителя аналитов. В практике химического анализа осмийсодержащих объектов визуальные тестовые методы для экспрессного обнаружения и определения Os в водных растворах, включая дистилляты его тетраоксида, не представлены, что делает актуальной разработку тест-методов при проведении предварительного скрининга различных объектов для решения вопроса о необходимости дальнейшего применения более точных методов анализа. Для проведения реакций обнаружения применяют реагентные индикаторные бумаги (РИБ). Экспресс-тесты на их основе по номенклатуре и объёму производства занимают ведущее место среди других тест-средств, однако для определения благородных металлов в литературе описаны мало, а для Os – отсутствуют.

Разработан тест-метод оценки содержания осмия в растворах, основанный на пропорциональной зависимости концентрации Os(IV) или Os(VI) от длины окрашенной зоны индикаторной бумаги, заклеенной в полимерную пленку и контактирующей одним концом с анализируемым раствором. Бумага импрегнирована 3-метил-2,6-димеркапто-1,4-тиопирином, способным образовывать в твердой фазе малорастворимые продукты с ионами Os. Показана эффективность применения метода динамического концентрирования Os(IV) из растворов-поглотителей его летучего тетраоксида после восстановления для последующего визуального тестового и цветометрического определения на бумажном фильтре в интервале концентраций 4–100 мкг/проба при объёме пробы 100 мл. Чувствительность определения Os(IV) в ходе концентрирования аналита на поверхности фильтра с последующим денситометрическим измерением цветометрических функций может быть увеличена за счет уменьшения реакционной зоны РИБ, через которую прокачивают исследуемый раствор, и при концентрировании из больших объёмов пробы. Разработанные методики использованы при определении осмия в хвостах переработки руд месторождения Джекказгана и в сплавах.

## ПОЛІЕЛЕКТРОЛИТИ ТА ПОТРІЙНІ МЕТАЛОПОЛІМЕРНІ КОМПЛЕКСИ В АНАЛІЗІ

ЧМИЛЕНКО Т.С.

Дніпропетровський національний університет імені О. Гончара, [analyticdnu@mail.ru](mailto:analyticdnu@mail.ru)

Показано застосування катіонних поліелектролітів (кПЕ) для зміни властивостей органічних реагентів і збільшення чутливості аналітичних реакцій шляхом регулювання умов утворення іонних асоціатів ОР-кПЕ, місця локалізації або агрегації халатів на поліелектролітній матриці. Проведена оптимізація процесу утворенням асоціатів введенням електролітів, органічних розчинників і використанням суміші двох поліелектролітів: сильнозарядженого (полігексаметиленгуанідину) і слабозарядженого (полівінілпіролідону).

Розглянуто модифікуючу дію кПЕ на систему метал-хромофорний реагент. Показано, що в системі кПЕ – ОР - Метал відбувається розподіл учасників реакції в водній та поліелектролітній фазах, концентрування реагентів в малому об'ємі поліелектролітних блобів з утворенням мікроагрегатів. Функціональні групи ПЕ беруть участь у полімераналогічних реакціях як з іонами металу (утворення металополімерних комплексів) так і з ОР (утворення асоціатів). Для ксантенових барвників спостерігається як зв'язування органічних реагентів поліелектролітами так і переведення їх в недоступну для металу область полімеру, що призводить або до дискримінації процесу комплексоутворення, або до підвищення розчинності потрійних металополімерних комплексів у фазі поліелектролітного блобу. В останньому випадку спостерігається синергізм у зміні чутливості аналітичної реакції.

Визначено концентраційні області існування у водно-поліелектролітних розчинах аналітичних форм Ме-ОР. Число координованих лігандів в системі Ме:ОР визначається співвідношенням компонентів ОР:ПЕ. Наприклад, для системи ХА3: кПЕ при співвідношенні  $C_{ХА3}:C_{кПЕ} < 1$ , молярні співвідношення  $U(VI):ХА3 = 1:1$ , при співвідношенні  $C_{ХА3}:C_{кПЕ} > 1$  переважне співвідношення  $U(VI):ХА3 = 1:2$ , максимальний внесок якого спостерігається при співвідношенні  $C_{ХА3}:C_{кПЕ} = 2$ . У системі залежно від співвідношення компонентів утворюються потрійні металополімерні комплекси  $U(VI) - ХА3 - ПСПМГ$ , з компонентним складом: 1:2:1, 2:2:1 і 4:1:1. Найбільш висока інтенсивність забарвлення спостерігається при утворенні ТМПК складу  $U(VI):ХА3_2:кПЕ$ . Подальше збільшення концентрації поліелектроліту призводить до руйнування металополімерних комплексів та утворення асоціатів складу  $ХА3:кПЕ_3$ .

У водно-поліелектролітних середовищах спостерігається і поліасоціація ОР на полімерній матриці, що ініціюється бінарним комплексом. Наприклад, у системі Мо-БПК-ПЕ утворюються ТМПК, з відповідним складам Мо:БПК:ПВПД = 2:2:1 та 2:12:5. Останній склад, найімовірніше представляє сукупність пов'язаних макромолекулою бінарного комплексу:  $\{Мо-БПК_2\}_2:ПВПД$  та асоціату  $\{БПК_2:ПВПД\}$  у співвідношенні 1:4. У міру нейтралізації заряду макромолекули, за рахунок «згортання» ланцюга блобів, сумарна щільність заряду макромолекули збільшується, що сприяє асоціації ОР на ПВПД. До моменту насичення об'єму макромолекули реагентом, БПК виявляється в середині статистичного клубка й обумовлює присутність в системі складової  $\{БПК_2:ПВПД\}$ . В надлишку металу утворюється потрійний металополімерний комплекс складу  $\{Мо_3-БПК_2\}:ПВПД$ .

Запропоновані методики визначення поліелектролітів в різних об'єктах технологічних і медичних розчинах, навколишнього середовища.

## **КОМБИНИРОВАННЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ И/ЛИ ХИМИЧЕСКИЕ ДЕЙСТВИЯ В ПРОБОПОДГОТОВКЕ ПРИ АНАЛИЗЕ СЛОЖНЫХ ОБЪЕКТОВ**

ЧМИЛЕНКО Ф.А.

Днепропетровский национальный университет имени Олеся Гончара  
analyticdnu@mail.ru

Из-за огромного количества объектов (биомедицинские препараты, пищевые продукты, первичное и вторичное сырье, почвы и другие объекты окружающей среды) и небольшого содержания компонентов, например, благородных металлов, определение примесей и сейчас считается одной из наиболее сложных задач современной аналитической химии. При этом лимитирующей стадией аналитического процесса определения как основного вещества, так и примесей, является стадия пробоподготовки, которая в анализе занимает большую часть времени: для объектов окружающей среды – 80 %, продуктов питания – 90 %, медико-биологических – 75-95 %.

Во всех ли методах анализа нужна пробоподготовка? Да, во всех, кроме небольшого числа дистанционных, акустических неразрушающего контроля и радиометрических.

Комбинированное физическое и химическое воздействие используется при пробоподготовке объектов: пищевых (минерализация, ультразвуковая подготовка суспензий для ЭТА ААА, гомогенизация экстрактов), биологических (сушка, очистка образцов). Сочетание комбинированной химической и физической пробоподготовки с инструментальными методами определения, основанными на любом принципе генерации аналитического сигнала, а также возможность автоматизации стадии пробоподготовки, контроля, прогноза и математического моделирования условий аналитического процесса обуславливают их значение и роль в анализе. Широкое использование этих методов раньше было ограничено отсутствием серийной аппаратуры. В последнее время повышается экологическая защищенность этих методов и решаются вопросы аппаратурного оформления.

Предложены новые схемы последовательных операций экспрессного количественного определения как основных компонентов, так и примесей в реальных объектах с использованием совместного действия ряда физических полей, которые включают операции очистки, сушки, разложения проб. Установлена близость характера воздействия физических полей на вещество: во многих случаях имеет место не только интенсификация массопереноса, но и изменение структуры раствора, гидратированности ионов, их реакционной способности, разрыв полимерных цепей, образование свободных радикалов и др.

Комбинированное физическое и/или химическое действия в пробоподготовке при анализе сложных объектов позволило контролировать состав разнообразных образцов с применением гибридных методов: хроматографических, спектроскопических (атомная абсорбция и эмиссия, спектрофотометрия), электрохимических, тест-методов. Впервые комбинированное действие на стадии пробоподготовки использовано для измерений с ион-селективными электродами и в тест-методах.

Предложены методики с хорошими метрологическими характеристиками и широким интервалом определяемых концентраций, которые позволяют контролировать состав разнообразных объектов с применением гибридных методов.



## **КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕРКАПТО- И СУЛЬФОПРОПИЛЬНЫХ ГРУПП ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМОВ**

ЗАЙЦЕВА Н.В., КОБЫЛИНСКАЯ Н.Г., ЗАЙЦЕВ В.Н.

Кафедра аналитической химии Киевского национального университета им. Т.Г. Шевченко,  
sirin@univ.kiev.ua

Изучению синтеза и физико-химических свойств меркапто- и сульфо- содержащих кремнеземов посвящено немалое количество научных трудов. Меркаптосодержащие кремнеземы, образующие комплексы с ртутью, серебром и другими тяжелыми металлами, широко применимы как селективные адсорбенты и гетерогенные металлокомплексные катализаторы. Тиолсодержащие кремнеземы также являются прекурсорами при получении кремнеземов функционализированных сульфокислотой. Последние, благодаря высокой кислотности образованных бренstedовских центров, позволяют эффективно катализировать реакции эстерификации, ацилирования, конденсации и т.д., а также используются как ионообменники. Большинство исследований посвященных меркапто- и сульфо-модифицированным носителям затрагивают вопрос их совместного присутствия. Так, благодаря восстановительной способности тиольных групп, в условиях способствующих окислению, на поверхности может образовываться полифункциональный слой, содержащий полисульфиды, сульфокислоты и промежуточные продукты окисления, что снижает селективность такого материала. С другой стороны, использование избытка окислителя для получения сульфокремнезема не всегда гарантирует полного окисления тиольных групп, которые могут негативно влиять на процесс катализа. Для спецификации химического состава тиол- и сульфо-содержащих материалов, используют стандартные физико-химические и химические методы анализа. В большинстве случаев оперируют данными элементного анализа и кислотно-основного титрования. Такой подход, в случае исследования материалов полученных путем конденсации, дает ложные результаты.

В данной работе представлен метод определения доступных тиол- и сульфопропильных групп на поверхности ограно-минерального структурированного материала (типа МСМ-41). Используемая техника кондуктометрического титрования позволила провести эффективный анализ, как сильно- так и слабокислотных групп в их совместном присутствии. В этой связи, нами была синтезирована серия структурированных мезопористых кремнеземов содержащих разное соотношение тиол- и сульфопропильных групп. Было показано что с помощью предложенной методики возможно определение микроколичеств сильнокислотных групп (порядка 10 мкмоль/г) на поверхности кремнезема, а также найдена линейная зависимость образования сульфогрупп по отношению к количеству вводимого окислителя. Вместе с тем, полного превращения тиольных групп не было достигнуто даже при использовании 100-кратного избытка окислителя. Серия образцов изучена методами ИК и фотоэлектронной рентген спектроскопии, а также методом ТГД-МС. На основании полученных результатов сделано предположение, что невозможность полного окисления тиольных групп может быть продиктована их дополнительной молекулярной стабилизацией возникающими поблизости сульфо-группами. Также было определено, что продолжительное нахождение на воздухе образцов содержащих тиолпропильные группы не приводит к изменению качественного содержания образцов, в то время как неконтролируемые условия синтеза вышеуказанных материалов могут привести к частичному окислению тиольных функций.

## УЛУЧШЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ ПРИРОДНОЙ ВОДЫ ПРИ ПОМОЩИ КОНДУКТОМЕТРА

Л.П.ЭКСПЕРИАНДОВА, Н.А.СТЕПАНЕНКО, И.Б.ЩЕРБАКОВ

НТК "Институт монокристаллов" НАН Украины, просп.Ленина, 60, Харьков, Украина, 61001  
eksperiand@isc.kharkov.com

Общая минерализации воды (ОМВ) соответствует суммарному содержанию в воде растворенных веществ и химических соединений, прошедших через фильтр (коллоидные частицы, высокомолекулярные органические соединения, например, гумусовые вещества). Как правило, ОМВ определяют по стандартной гравиметрической методике в виде сухого остатка после выпаривания большего объема воды в течение длительного времени. При таком способе велика вероятность получения неправильных результатов из-за потери газообразующих компонентов при термообработке или, из-за удерживания воды сухим остатком, содержащим легкогидролизующиеся и гигроскопичные вещества. Иногда ОМВ оценивают по сумме главных ионов, входящих в состав воды ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ). Это способ требует предварительного проведения полного анализа воды, и он не учитывает недиссоциированные или нерастворимые соединения и вещества, присутствующие в виде коллоидов. Часто определение ОМВ проводят кондуктометрически. Метод прост, не требует сложного оборудования, отличается экспрессностью и легко применим в полевых условиях. Основным недостатком метода в том, что учитываются только диссоциированные неорганические вещества. Задача перехода от результатов кондуктометрического анализа, выраженных в абстрактных единицах проводимости, к привычным единицам концентрации (мг/л) неоднократно обсуждалась в литературе; разные авторы разных предлагают вводить для такого перехода некий постоянный пересчетный коэффициент (например,  $k=0.75$  или  $0.65$ ). Однако его использование дает слишком грубое приближение к реальной оценке минерализации.

Поскольку от солевого состава воды зависит значение пересчетного коэффициента, нами показано, что для получения наиболее правильных результатов следует использовать индивидуальные коэффициенты ( $k=0.4\dots 1.0$ ), соответствующие конкретным главным ионам в доминирующих концентрациях. Эти коэффициенты находят с помощью модельных растворов известного состава. Выяснилось, что влияние анионов сказывается сильнее, чем катионов. Наличие доминирующих ионов предварительно устанавливается при помощи стандартных тест-реакций в пробирках. В таком улучшенном варианте весь кондуктометрический анализ занимает 3-5 мин. Сравнение результатов определения ОМВ кристаллизационным [1], стандартным гравиметрическим и рассматриваемым кондуктометрическим способами показало, что они удовлетворительно согласуются друг с другом, но кондуктометрический способ, отличающийся простотой и экспрессностью, дает наиболее точные результаты.

1. Л.П.Экспериандова, И.Б.Щербаков, А.Е.Васюков. Низкотемпературная направленная кристаллизация – альтернатива определению сухого остатка в природных и питьевых водах // Ж. аналит. химии. 2005, т.60, № 10, с.1110-1114.

## МЕТРОЛОГІЧНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ СПЕКТРОСКОПІЧНИХ МЕТОДІВ АНАЛІЗУ

ЮРЧЕНКО О.І., ТИТОВА Н.П., ДОБРІЯН М.О.

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна E-mail: [yurchenko@univer.kharkov.ua](mailto:yurchenko@univer.kharkov.ua)

Понад 95% усіх аналізів у вітчизняних галузях виробництва виконується порівняльними методами, у тому числі – 90 % спектроскопічними методами. На сумарній невизначеності результатів аналізу позначається й невизначеність, пов'язана з градуванням. Знизити цю невизначеність можна, використовуючи для градування якісні зразки порівняння (зокрема, стандартні зразки складу).

Для забезпечення необхідних прецизійності та точності результатів аналізу потрібні стандартні зразки складу, що задовольняють сучасним комплексним вимогам (одні й ті ж самі зразки мають застосовуватися у твердому вигляді та в розчинах; слугувати для виготовлення градувальних зразків для різних методів аналізу; забезпечувати наближеність складу градувальних зразків до складу об'єктів, що аналізуються). Цим визначається актуальність пошуку й дослідження вихідних речовин для виготовлення стандартних зразків. Одним із перспективних класів таких речовин є комплекси іонів металів з органічними лігандами, які можуть використовуватися як єдині стандартні зразки у твердому та рідкому станах, у вигляді водяних і неводяних розчинів для низки методів аналізу. Особливий інтерес привертають β-дикетонати металів, що мають низку цінних аналітичних властивостей і широко застосовуються у різних галузях науки й техніки. Так, β-дикетонати таких токсичних і біоактивних металів, як Pb, Cu, Cd, Cr, Ni, Fe, Zn, Mn, Hg є стійкими, при екстракції ацетилацетоном вилучаються з багатокомпонентних зразків на 99-100 %; розведені розчини ацетилацетонатів металів стабільні протягом тривалого часу.

Виявлено переваги над раніше відомими аналогами β-дикетонатів металів як стандартних зразків складу в атомно-абсорбційному, атомно-емісійному з індуктивно-зв'язаною плазмою, рентгенофлуоресцентному та емісійному спектральному методах аналізу: показано можливість проводити градування у водяних та органічних середовищах, використовувати зразки у твердому стані та в розчинах; знижено межі виявлення та визначення металів у багатокомпонентних системах, що містять метали у вигляді комплексів з органічними лігандами; забезпечено точність, прецизійність, експресність визначення аналітів. Уперше досягнуто ідентичності складу градувальних зразків та аналізованих екстрактів використанням розчинів β-дикетонів в органічних розчинниках як екстрагентів, а β-дикетонатів металів як стандартних зразків складу. Уперше при визначенні металів у нафтопродуктах застосовано розчини поверхнево-активних речовин для утворення емульсій, а β-дикетонати металів – як стандартні зразки у вигляді розчинів, що містять такі ж самі кількості поверхнево-активних речовин. Установлено, що максимальне вилучення металів досягається при використанні розчинів поверхнево-активних речовин та дії ультразвуку; градувальні розчини проходять аналогічні стадії обробки. Значно підвищеної прецизійності і точності вимірювань – як атомно-абсорбційних, так і атомно-емісійних з індуктивно-зв'язаною плазмою. Розроблено нові методики визначення 9 металів в об'єктах довкілля, водах різного походження, вихідних матеріалах, продуктах харчування, нафтопродуктах, що відрізняються від кращих відомих аналогів підвищеною екологічною безпечністю, експресністю, прецизійністю, точністю, більш низькими значеннями меж виявлення та визначення аналітів.

## АНАЛІЗ ЯКОСТІ ФРУКТОВИХ СОКІВ

ЮДІЧ К.Р., ВАШКЕВИЧ О.Ю.

ДВНЗ «Український державний хіміко-технологічний університет», 49005, м. Дніпропетровськ, пр. Гагаріна,8, тел/факс (0562) 47-06-00, 47-33-79 [landish--@mail.ru](mailto:landish--@mail.ru)

Крім органолептичних, основними якісними показниками соків, які часто беруться до уваги в комерційних операціях, є густина, вміст розчинних сухих речовин (РСР), який виражається через градуси Brix ( $^{\circ}$ Brix), а також показник Ratio.

Показник Brix характеризує сумарний вміст розчинних сухих речовин (ГОСТ 51433-99). За даним показником можна судити про ступінь концентрації соку (числові вирази густини приводяться звичайно з посиланням на температуру вимірювання, наприклад, 20 $^{\circ}$ C).

Конкретному значенню густини відповідає певний вміст розчинних сухих речовин. Найвищу густину і відповідно високий вміст розчинних сухих речовин мають концентровані соки.

Ряд експертів вказують, що сухий залишок не є адекватним показником якості, оскільки складається з власне сухого залишку соку і заводських добавок.

Показник Ratio використовують для оцінки смакових якостей соків, концентрованих соків, нектарів і соковмісних напоїв. Він характеризує співвідношення між загальним вмістом цукрів, який виражається через показник Brix, і кислот, який виражається в % через показник загальної кислотності, яка титрується, продукту. Продукти із збалансованим співвідношенням цукрів і кислот мають показник Ratio, що лежить в інтервалі від 12 до 15.

Продукти з Ratio більше 15 мають переважаючий солодкий смак, з Ratio менше 12 - переважаючий кислий .

Методично цей показник одержати складніше, ніж сухий залишок. Але і він не може служити абсолютним критерієм якості.

У кислих соках цукром коректують смак. З іншого боку, порівняно низька собівартість цукру робить його бажаною добавкою для заміщення частини сухої речовини натурального соку. Часто виробники захоплюються подібними «смаковими поправками». У такому випадку надмірно високий вміст вуглеводів в напої може свідчити про грубі порушення технології його відновлення.

Прісні соки часто «виправляють» додаванням органічних кислот: лимонної, янтарної і деяких інших. У чистому вигляді подібні харчові добавки дорожчі за цукор, але дешевші за сухий натуральний сік. Якщо концентрація органічних кислот в напої вища за норму, говорити про «відновлений» натуральний сік буде не зовсім правомірно. З іншого боку, ми нічого не зможемо сказати про якість соку, якщо органічні кислоти будуть в нормі.

Із загальних біохімічних параметрів концентрація амінокислот – кращий показник якості. По-перше, добавки амінокислот виробниками не практикуються за рахунок їх високої собівартості. По-друге, чим вища концентрація амінокислот, тим коректніше відновлений сік, тим вища його якість. У рослинах їх концентрація достатньо низька, але вони завжди присутні, так само як і вітаміни. На відміну від останніх, амінокислоти більш стійкі до зберігання, окислення, термообробки. Якщо вони відсутні в напої, тоді це не сік.

## **ОРІЄНТОВАНІ В МЕЗОПОРИСТИХ ПЛІВКАХ НАНОСТРУКТУРИ СРІБЛА ЯК ЕФЕКТИВНІ СУБСТРАТИ ДЛЯ МЕТОДИК SERS**

GERMAN TELBIZ

Інститут фізичної хімії ім. Л.В.Писаржевського НАН України, [g\\_telbiz@yahoo.com](mailto:g_telbiz@yahoo.com)

Методики SERS можуть бути використані для аналітичного виявлення та ідентифікації низьких концентрацій хімічних і біологічних речовин, які легко можна визначити за характерними коливальними частотами їх молекул. SERS є аналітичним методом, що поєднує лазерну спектроскопію комбінаційного розсіювання з оптичними властивостями (поверхневим плазмонним резонансом) наноструктур срібла та золота, що приводить до сильного зростання КР-сигналу від молекул, що перебувають в контакт з цими наноструктурами. Критичним для SERS є виготовлення субстратів з контрольовано однорідною, відносно розташування наноструктур золота і срібла, поверхнею. Існуючі методи виготовлення субстратів (літографія, вакуумне осадження на поруватих поверхнях тощо) мають ряд недоліків серед яких складність відтворення та неоднорідність розташування наноструктур на поверхні.

Мезопористі кремнеземні або титаноксидні плівкові матеріали є перспективними матрицями для виготовлення субстратів для SERS внаслідок можливості цілеспрямованого регулювання діаметру каналів та відстані між ними. Нами показано можливість виготовлення нанорозмірних плівкових матеріалів з орієнтованими в мезо каналах наноструктурами срібла. В якості прекурсорів використовували гібридні(ядро,оболонка) наночастки сріблі і золота отримані методом «зеленого» біохімічного синтезу. Отримані (в співпраці з Університетом Алабама, США) наночастки відрізняються (на відміну від одержаних за традиційними методиками) стабільністю смуги поверхневого плазмонного резонансу в умовах ультразвукової кавітації та термообробки. Такі властивості дозволяють інкорпорувати одержані наночастки в робоче тіло матриці під час золь-гель синтезу мезопористих плівок отриманих методом "spin coating", та перетворити їх в просторово обмежені і орієнтовані наноструктури під час старіння і кристалізації плівкового матеріалу.

Одержані зразки досліджені як субстрати для вимірювання спектрів поверхнево підсиленого комбінаційного розсіювання світла, аналітом слугував розчин 10–5 М родаміну 6G.

## РАЗРАБОТКА ФАЗОВОГО АНАЛИЗА ЗОЛОТА

Г. ТОДРАДЗЕ, Н. ЛОРИЯ, С. ДЖАЛАГАНИЯ, Л. АХАЛБЕДАШВИЛИ

Кавказский Ал. Твалчрелидзе Институт Минерального Сырья, [Xatuna50@mail.ru](mailto:Xatuna50@mail.ru)

Для количественного определения природных форм золота изучены существующие схемы его фазового анализа. После сравнения уже существующих методов фазового анализа и внесения в них дополнительных изменений разработаны два варианта обновленных методик. Для разработки условий фазового анализа были подобраны качественно и количественно отличающиеся образцы разных месторождений (из Грузии и Ирана), которые отличались друг от друга как по содержанию золота, так и по минералогическому составу пород. Для изучения химического состава были использованы петрографический, рентгено-фазовый, химический и спектральный методы анализа. С использованием фазового анализа подобранных образцов были определены природные формы серы и меди.

По результатам силикатного анализа было рассчитано содержание пустых пород – примесей. Для определения золота был применен атомно-абсорбционный метод анализа. В качестве растворителя золота использовали сернистый раствор тиомочевины. Для растворения примесей золотосодержащих руд были использованы растворы NaOH, HCl+SnCl<sub>2</sub>, HNO<sub>3</sub> (1:1), царская водка. Для установления оптимальных условий определения природных форм золота был проведен ряд опытов и на основе полученных результатов были подобраны соотношение твердых и жидких фаз, время контакта в открытой посуде с применением магнитной мешалки, количество навески. После уточнения условий анализа были идентифицированы природные формы золота (свободные, легко цианизируемые, связанные в виде сульфидов и заключенные в кварцитах) как по обновленной схеме, так и с использованием существующих схем. Полученные результаты находятся в полном соответствии друг с другом.

Таким образом, разработанная нами схема эффективна и исключает необходимость применения токсичного цианида натрия, сокращает время проведения анализа и уменьшает трудоемкость работы.