



<https://doi.org/10.22184/2227-572X.2023.13.3>

Аналитика

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

166

НОВИНКИ ОТЕЧЕСТВЕННОЙ
ИНДУСТРИИ НА ВЫСТАВКЕ
«АНАЛИТИКА ЭКСПО»

190

МЕТОДЫ КАЧЕСТВЕННОГО
ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА
ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ:
НАСТОЯЩЕЕ И БУДУЩЕЕ

182

НАУЧНЫЕ ЧТЕНИЯ
К 85-ЛЕТИЮ
АКАДЕМИКА Ю. А. КАРПОВА

226

ВОРОНЕЖСКИЕ НАУЧНЫЕ ШКОЛЫ
ПО ХРОМАТОГРАФИИ
И ДРУГИМ РОДСТВЕННЫМ МЕТОДАМ

3

2023
ТОМ 13



ВАШ ПОСТАВЩИК
ЛАБОРАТОРНО-АНАЛИТИЧЕСКОГО
ОБОРУДОВАНИЯ



Современные аналитические
приборы и лабораторное
оборудование



РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР
ТЕХНОСФЕРА

www.technosfera.ru
www.j-analytics.ru

Том 13 № 3
2023

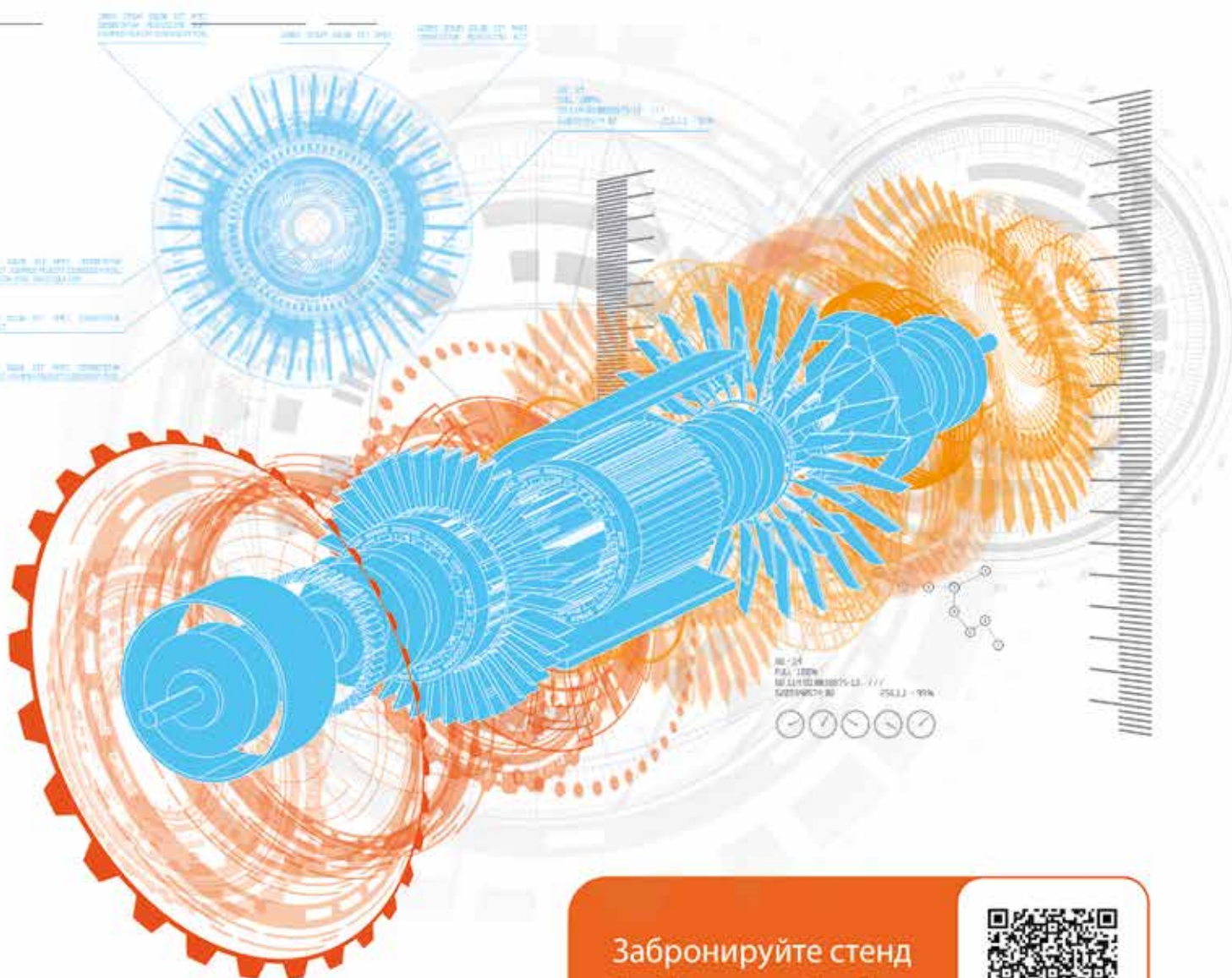
ISSN 2227-572X



Testing & Control 20 лет

24–26 октября 2023
Москва, Крокус Экспо

20-я юбилейная Международная
выставка испытательного
и контрольно-измерительного
оборудования



Забронируйте стенд
testing-control.ru



Организатор



Международная
Выставочная
Компания

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



ФАРМАЦЕВТИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ •

НЕФТЕХИМИЯ И НЕФТЕПЕРЕРАБОТКА •

ХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ •

НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ •

КРИМИНАЛИСТИКА •

МЕТАЛЛУРГИЯ •

ЭКОЛОГИЯ •

ГЕОЛОГИЯ •

МОЛЕКУЛЯРНЫЙ
АНАЛИЗ:
ИК-ФУРЬЕ, УФ/ВИД
СПЕКТРО-
ФОТОМЕТРЫ

ЭЛЕМЕНТНЫЙ
АНАЛИЗ:
ИСП-АЭС, РФА,
ААС

МАСС-
СПЕКТРОМЕТРИЯ:
ИСП-МС,
ИСП МС/МС

ХРОМАТОГРАФИЯ:
ВЭЖХ/МС,
ГХ/МС

ТЕРМИЧЕСКИЙ
АНАЛИЗ:
ДТА, ДСК, ТГА

ИССЛЕДОВАНИЯ
ФИЗ-МЕХ СВОЙСТВ:
РАЗРЫВНЫЕ
МАШИНЫ

СИСТЕМЫ
КОНТРОЛЯ
ВЫБРОСОВ:
SEMS

- ✓ ПОСТАВКА
- ✓ ОБУЧЕНИЕ
- ✓ СЕРВИС



ЦЕНТРАЛЬНЫЙ ОФИС
МОСКВА
ул. Криворожская,
д. 23, кор.3
Тел.: +7 (495) 374-04-01

УРАЛО-СИБИРСКИЙ ОФИС
ЕКАТЕРИНБУРГ
ул. Толмачева, д.11,
офисы 401, 410
Тел.: +7 (343) 290-34-30

ООО «ГРУППА АЙ-ЭМ-СИ»
IMC-SYSTEMS.RU
Продажи: sales@imc-systems.ru
Сервис: service@imc-systems.ru

imc-systems.ru



Exhibitions and Conferences

A. E. Krylova, O. A. Lavrentieva

Analytics Expo 2023: Celebration on the Street of a Russian Manufacturer 166

M. S. Doronina, A. V. Luzhkova

Scientific Readings Dedicated to the 85th Anniversary of Academician Yu. A. Karpov 182

Analytical Methods and Instruments Spectral Equipment SINTECON

O. V. Monogarova

Methods of Qualitative Express Analysis of Medicines: Present and Future 190

The article is a brief overview of the methods used in pharmacy for qualitative rapid analysis of medicines. Methods of identification of active substances in pharmacy conditions are systematized. The analytical capabilities of the methods are compared, their advantages and limitations are indicated. The main prospects for the development of test-methods for the control of the authenticity of medicines are noted. Particular attention is paid to various options for colorimetry, which in the future may become one of the main methods for quickly controlling the authenticity of drugs and monitoring their quality.

Keywords: *express analysis, authenticity control, test methods, drug, pharmacy*

Выставки и конференции

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева

«Аналитика Экспо 2023»: праздник на улице российского производителя

М. С. Доронина, А. В. Лужкова

Научные чтения к 85-летию академика Ю. А. Карпова

Аналитические методы и приборы Спектральное оборудование SINTECON

О. В. Моногарова

Методы качественного экспресс-анализа лекарственных средств: настоящее и будущее

Представлен краткий обзор методов, используемых в фармации для качественного экспресс-анализа лекарственных препаратов. Систематизированы методы идентификации действующих веществ в аптечных условиях. Проведено сравнение аналитических возможностей методов, указаны их преимущества и ограничения. Отмечены перспективы развития тест-методов для контроля подлинности лекарственных средств. Особое внимание уделено различным вариантам цветиметрии, которые в будущем могут стать одними из основных методов быстрого контроля подлинности лекарственных препаратов и мониторинга их качества.

Ключевые слова: *экспресс-анализ, контроль подлинности, тест-методы, лекарственное средство, фармация*

АНАЛИТИКА©

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

Журнал издается с 2011 года 6 раз в год.

Журнал включен

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

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

Учредитель –

АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Генеральный директор:

О. А. Казанцева

Главный редактор:

В. Б. Барановская

Заместитель главного редактора:

В. В. Родченкова

Научный редактор:

М. С. Доронина

Корректор:

А. В. Лужкова

Компьютерная верстка:

А. А. Небольсин

Руководитель проекта:

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

Ответственный секретарь:

Э. А. Газина, journal@electronics.ru

Сбыт и подписка:

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

Тираж 4500 экз. Цена договорная.

Сдано в печать 21.06.2023, заказ № 231427.

© При перепечатке ссылка на журнал «АНАЛИТИКА» обязательна.

Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

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

За содержание рекламных материалов редакция ответственности не несет.

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

АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Адрес редакции:

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

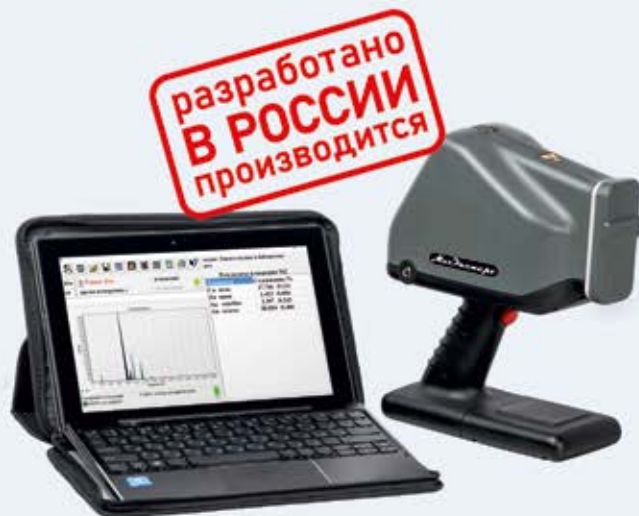
Для писем:

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



МетЭксперт — идеальное решение для точного и быстрого определения марки и химического состава стружки, прутков, проволоки, ферросплавов, металлических порошков, отходов, руд, жидких веществ

Идентифицирует до 80 химических элементов от натрия (Z=11) до америция (Z=95).



Решаемые задачи

- ✓ Входной контроль металлопродукции, порошкообразных металлосодержащих веществ, жидких веществ (неагрессивные среды)
- ✓ Сортировка металлолома и металлосодержащих отходов
- ✓ Точное подтверждение марки сплавов
- ✓ Контроль технологических процессов
- ✓ Идентификация драгоценных металлов и сплавов
- ✓ Элементный анализ рудного материала
- ✓ Идентификация элементов в почве, осадках, пыли для экологического мониторинга
- ✓ Контроль материального исполнения при диагностировании оборудования, трубопроводов, клапанов и крепежных элементов фланцевых соединений
- ✓ Определение (идентификация) подлинности художественных произведений (иконы, картины и др.) при проведении экспертиз, атрибуции, паспортизации, архивации
- ✓ Определение элементного состава продуктов износа и содержания (концентрации) химических элементов в рабочих маслах, смазках и жидкостях после соответствующей пробоподготовки (осаждение на фильтрах)
- ✓ Определение парциального соотношения сплавов (по маркам) на отпечатке рабочего масла на фильтре
- ✓ Многоэлементный анализ металлов, сплавов в виде стружки (стружка, порошки, продукты износа и др.) с определением марки сплава, в том числе сплавов на основе алюминия, магния, титана.



АДК ПРИЗМА-М измеряет массовую долю химических элементов в рабочих маслах и жидкостях, в питьевых, природных и сточных водах, в почвах, в воздухе рабочей зоны и в газопылевых потоках после осаждения на фильтре, а также в металлах и сплавах

Analytics of Substances and Materials

M. N. Lyutikova, A. V. Ridel, S. I. Sotnikov

Investigation of Gas Formation in Dielectric Liquids

Monitoring the formation of gases in liquid dielectrics during their operation in high-voltage transformers is of great practical importance in diagnosing the condition of the internal insulation of oil-filled equipment. The composition of the gas mixture and the dynamics of the growth of concentrations of certain gases can provide valuable information about the appearance and possible nature of a defect inside the equipment. The available methods for determining gases are designed to monitor the condition of electrical equipment filled with petroleum-based transformer oil. Meanwhile, the global power industry is gradually moving to alternative fluids such as natural and synthetic esters, as well as mixtures of these esters with transformer oil. Ester dielectric fluids are highly biodegradable, fire retardant, highly water soluble without compromising electrical insulating properties, and are environmentally friendly and renewable. Accordingly, their use in high-voltage equipment requires the development of control methods. The paper presents the results of a study of the formation of gases under the influence of discharge processes in a synthetic ester liquid, as well as mixtures of transformer oil with an ether content of 5% to 30% by volume. The determination of gases dissolved in liquids was carried out on a gas chromatograph according to a new method.

Keywords: *insulating mineral oil, ester dielectric liquid, essential oil mixtures, gas chromatography, formation of combustible gases, sum of hydrocarbon gases*

Аналитика веществ и материалов

М. Н. Лютикова, А. В. Ридель, С. И. Сотников

Исследование образования газов в диэлектрических жидкостях

Контроль образования газов в жидких диэлектриках в процессе их эксплуатации в высоковольтных трансформаторах имеет огромное практическое значение в диагностике внутренней изоляции маслонаполненного оборудования. По составу газовой смеси и динамике роста концентраций определенных газов можно получить ценную информацию о появлении и возможном характере дефекта внутри оборудования. Имеющиеся методики предназначены для мониторинга состояния электрооборудования, наполненного трансформаторным маслом, изготовленным на основе нефти. Между тем мировая электроэнергетика переходит на натуральные и синтетические сложные эфиры, а также их смеси с трансформаторным маслом. Сложноэфирные диэлектрические жидкости обладают высокой биоразлагаемостью, огнестойкостью, повышенной растворимостью без снижения электроизоляционных свойств. Они безопасны для окружающей среды и относятся к возобновляемым ресурсам. Приведены полученные по новой методике результаты исследования образования газов под влиянием электрических разрядов в синтетической сложноэфирной жидкости, а также смесях трансформаторного масла с содержанием эфира от 5 до 30% по объему.

Ключевые слова: *изоляционное минеральное масло, сложноэфирная диэлектрическая жидкость, газовая хроматография*

Редакционный совет

БАРАНОВСКАЯ Василиса Борисовна

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

ГРИГОРОВИЧ Константин Всеволодович

доктор технических наук, академик РАН,
Институт металлургии и материаловедения
им. А. А. Байкова РАН

АПЯРИ Владимир Владимирович

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

БОЛДЫРЕВ Иван Владимирович

исполнительный директор Ассоциации
аналитических центров «Аналитика»

ГАЛСТЯН Арам Генрихович

доктор технических наук, профессор РАН,
член-корреспондент РАН, ВНИИПБиВП

ДВОРКИН Владимир Ильич

доктор химических наук, Инсти-
тут нефтехимического синтеза
им. А. В. Топчиева РАН

ИСТОМИНА Наталья Леонидовна

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

КАРЦОВА Людмила Алексеевна

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

КУЦЕВА Надежда Константиновна

кандидат химических наук,
Аналитический центр ЗАО «Роса»

МАРЮТИНА Татьяна Анатольевна

доктор химических наук, заведую-
щая лабораторией концентрирования
Института геохимии и аналитической химии
им. В. И. Вернадского РАН

МИЛЬМАН Борис Львович

доктор химических наук,
ФГБУ «Научно-клинический центр
токсикологии им. акад. С.Н. Голикова»
ФМБА РФ

НОВИКОВ Евгений Анатольевич

кандидат химических наук,
генеральный директор ООО «СокТрейд»

ПЕРМИНОВА Ирина Васильевна

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

САНЖАРОВА Наталья Ивановна

доктор биологических наук, профессор,
член-корреспондент РАН,
директор ВНИИРАЭ

УСТЫНЮК Юрий Александрович

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

ФИЛИППОВ Михаил Николаевич

доктор физико-математических наук, про-
фессор, заведующий лабораторией химиче-
ского анализа Института общей и неоргани-
ческой химии им. Н. С. Курнакова РАН

ХАМИЗОВ Руслан Хажсетович

доктор химических наук,
член-корреспондент РАН,
Институт геохимии и аналитической химии
им. В. И. Вернадского РАН

23-25 ОКТЯБРЯ 2023

X МЕЖДУНАРОДНЫЙ
ПРОМЫШЛЕННЫЙ ФОРУМ
НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ
ИСПЫТАНИЯ • ДИАГНОСТИКА



МОСКВА | ЭКСПОЦЕНТР

X ЮБИЛЕЙНЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ ФОРУМ

Крупнейшая специализированная выставка средств и технологий неразрушающего контроля, технической диагностики, мониторинга состояния и оценки ресурса на территории СНГ и Восточной Европы



15 +

КРУГЛЫХ СТОЛОВ
С УЧАСТИЕМ ЭКСПЕРТОВ



3 000 +

РУКОВОДИТЕЛЕЙ
И СПЕЦИАЛИСТОВ



50 +

КОМПАНИЙ-ЛИДЕРОВ
В ОБЛАСТИ НК И ТД

В РАМКАХ РОССИЙСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ НЕДЕЛИ

32 000 +

ПОСЕТИТЕЛЕЙ

7 000 +

М² ВЫСТАВОЧНОЙ ПЛОЩАДИ

350 +

КОМПАНИЙ - УЧАСТНИЦ



МЕРОПРИЯТИЯ ФОРУМА

- Всероссийский конкурс по НК «Дефектоскопист»
- Всероссийский конкурс выпускных квалификационных работ «Новая генерация»
- Национальная премия по НК И ТД
- Молодежная научно-техническая конференция
- Салон инноваций и стартапов

EXPO.RONKTD.RU
+7 (499) 245-56-56

vk.com/ROKNTD
t.me/RSNTTD



РОССИЙСКОЕ ОБЩЕСТВО ПО НЕРАЗРУШАЮЩЕМУ
КОНТРОЛЮ И ТЕХНИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКЕ

A. G. Chernobrovina, N. E. Kulikova, N. N. Roeva, O. Yu. Popova
Optimization of Sucrose Inversion Conditions and Evaluation of the Accelerated Ferricyanide Method for Determining Total Sugar

The sugar content in raw materials and food products largely determines their usefulness and quality. Therefore, much attention is paid to methods of controlling the content of this important ingredient. An express method for determining total sugar is proposed: the method of sucrose hydrolysis is selected, the conditions (optimal temperature, time, volume of hydrochloric acid) of complete sucrose hydrolysis without decomposition of reaction products, as well as without hydrolysis of lactose, maltose and dextrose are specified. Two methods with different hydrolysis conditions were compared: the standard method (Bertrand) according to GOST 5903-89 (sucrose hydrolysis was carried out at a temperature of 67°C) and the accelerated ferricyanide method, including sucrose hydrolysis at a temperature of 100 °С. Reliable data were obtained with a significant (5 times) reduction in the time of sucrose hydrolysis, and, consequently, the duration of the entire analysis compared to the standard method for determining sugar. The accelerated method for determining reducing substances (PB) and the total sugar content in bakery and confectionery products can be considered a priority among chemical research methods. This technique can be recommended for operational analytical control.

Keywords: *sucrose hydrolysis, maltose, lactose, Bertrand method, total sugar, reducing substances*

A. Г. Чернобровина, Н. Е. Куликова, Н. Н. Роева, О. Ю. Попова
Оптимизация условий инверсии сахарозы и оценка ускоренного феррицианидного метода определения общего сахара

Содержание сахара в сырье и пищевых продуктах в значительной мере определяет их полноценность и качество. Поэтому большое внимание уделяется методам контроля содержания этого важного ингредиента. Предложена экспрессная методика определения общего сахара: выбран способ гидролиза сахарозы, уточнены условия (оптимальная температура, время, объем соляной кислоты) полного гидролиза сахарозы без разложения продуктов реакции, а также без гидролиза лактозы, мальтозы и декстрозы. Проведено сравнение двух методик с разными условиями гидролиза: стандартного метода (Бертрана) по ГОСТ 5903-89 (гидролиз сахарозы проводили при температуре 67°C) и ускоренного феррицианидного метода, включающего гидролиз сахарозы при температуре 100 °С. Получены достоверные данные при значительном (в 5 раз) сокращении времени гидролиза сахарозы, а следовательно, и длительности всего анализа по сравнению со стандартным способом определения сахара. Ускоренную методику по определению редуцирующих веществ (РВ) и общего сахара в продуктах хлебопекарного и кондитерского производства можно считать приоритетной среди химических методов исследования и рекомендовать ее для поточного аналитического контроля.

Ключевые слова: *гидролиз сахарозы, мальтоза, лактоза, метод Бертрана, общий сахар, редуцирующие вещества*

Реклама в номере

Testing & Control	II обложка
Группа Ай-Эм-Си	159
Компания Хеликон	вклейка
Метрология физико-химических измерений, конференция	177
НКЦ ЛАБТЕСТ	вклейка
НПФ Мета-Хром	169
Петербургский Международный Газовый Форум	215

Промышленные Экологические Лаборатории	IV обложка, вклейка
Промышленный форум Удмуртии	205
Сургут. Нефть и газ	225
Территория NDT	163
Фармтех	III обложка
Химия	181
Эконикс-Эксперт	179
Энерголаб	I обложка, 185
ЮПХ	161

Научные специальности, по которым издание входит в список ВАК:

- 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки)
- 2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений) (технические науки)
- 2.2.6. Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы (технические науки)
- 2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды (технические науки)

I. A. Filenko

Determination of T-2 Toxin by Gas Chromatography after Derivatization with Trifluoroacetic Anhydride

The content of mycotoxins in food products of grain nature is one of the indicators of its safety. The article describes the determination of T-2 toxin in modern laboratory with domestic equipment. A calculation formula is proposed that does not require comparison of peak areas. A wider range of detectable concentrations of T-2 toxin has been established. Statistical processing of the results was carried out and metrological characteristics were calculated.

Keywords: T-2 toxin, gas chromatography, ECD-detector, derivatization

И. А. Филенко

Определение Т-2-токсина методом газожидкостной хроматографии с детектором ЭЗД после дериватизации трифторуксусным ангидридом

Содержание микотоксинов в пищевой продукции зерновой природы – один из показателей ее безопасности. В статье описано определение Т-2-токсина в современных лабораторных условиях на отечественном оборудовании. Предложена формула расчета, не требующая сравнения площадей пиков. Установлен более широкий диапазон определяемых концентраций Т-2-токсина. Проведена статистическая обработка результатов и рассчитаны метрологические характеристики.

Ключевые слова: Т-2-токсин, газовая хроматография, ЭЗД-детектор, дериватизация

Chemical Analysis Metrology

R. A. Belousov, A. A. Nazarova, O. M. Rosenthal

Assessment of the Quality of Hydrochemical Information, Taking into Account Metrological Requirements

The influence of measurement accuracy on the correctness of conclusions about the compliance of water quality with the established requirements is analyzed. It is shown that the error rates are 30% on average for common pollutants characteristic of drinking water and 40% for substances characteristic of natural waters. At the same time, the risk of false conclusions about the compliance / non-compliance of water with metrological requirements reaches 20–50% in the range from 0.9–1.2 MPC to 0.6–3.3 MPC at measurement error standards typical for common pollutants. The conclusion is made about the need for an optimal choice of methods and means for measuring hazardous substances, which guarantees an acceptable risk of false conclusions.

Keywords: water quality indicator, measurement error, error rate, assigned error characteristic, conformity/non-compliance conclusion

Метрология химического анализа

Р. А. Белоусов, А. А. Назарова, О. М. Розенталь

Оценка качества гидрохимической информации с учетом метрологических требований

Проанализировано влияние точности измерений на корректность заключений о соответствии качества вод установленным требованиям. Показано, что нормы погрешности составляют 30% в среднем по распространенным загрязняющим веществам, свойственным питьевым водам и 40% – по веществам, свойственным природным водам. При этом риск ложных заключений о соответствии / несоответствии воды метрологическим требованиям достигает 20–50% в диапазоне от 0,9–1,2 ПДК до 0,6–3,3 ПДК при нормах погрешности измерений, характерных для распространенных загрязняющих веществ. Сделан вывод о необходимости оптимального выбора методик и средств измерений опасных веществ, гарантирующего допустимый риск ложных заключений.

Ключевые слова: показатель качества вод, погрешность измерений, норма погрешности, приписанная характеристика погрешности, заключение о соответствии/несоответствии

Chapters of History

V. F. Selemenev, O. B. Rudakov

Voronezh Scientific Schools on Chromatographic and Other Related Methods

The article considers the stages of formation of scientific and pedagogical schools of chemists in higher educational institutions of Voronezh, engaged in the training of scientific personnel, the development of chromatography, ion exchange, sorption and membrane separation and concentration processes. Some results of scientific activity of Voronezh chemists are given.

Keywords: higher education, scientific and pedagogical schools, analytical chemistry, chromatography

Страницы истории

В. Ф. Селеменев, О. Б. Рудаков

Воронежские научные школы по хроматографическим и другим родственным методам

В статье рассмотрены этапы становления научно-педагогических школ химиков в высших учебных заведениях Воронежа, которые занимаются подготовкой научных кадров, развитием хроматографии, ионного обмена, сорбционных и мембранных процессов разделения и концентрирования. Приведены некоторые итоги научной деятельности воронежских химиков.

Ключевые слова: высшее образование, научно-педагогические школы, аналитическая химия, хроматография

«Аналитика Экспо 2023»: праздник на улице российского производителя

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева¹

УДК 543.07:543.423

21-я Международная выставка лабораторного оборудования прошла с акцентом на интерес к отечественной продукции. Посетители, а их оказалось на 37% больше, чем годом ранее, не оставили без внимания ни один из более чем 180 стендов участников из России, Индии, Китая и Казахстана. Знакомились с новинками приборов, дополнительных модулей к ним и расходных материалов, а также средств автоматизации лабораторных исследований, задавали стендистам многочисленные вопросы.

Уход из России глобальных поставщиков аналитического оборудования стал спусковым крючком роста спроса на оборудование, которое на протяжении нескольких десятилетий разрабатывается и производится в нашей стране. И отечественные производители, ранее обделенные вниманием крупных заказчиков, к примеру, из нефтехимической отрасли, этот спрос почувствовали и увидели в нем новые возможности для развития бизнеса.

Мы побывали на стендах ведущих отечественных производителей, познакомились с их экспонатами и поинтересовались, с какими вызовами столкнулись компании за минувший год, как изменилась их позиция на рынке и отношение к ним потребителей, в чем им помогает государство и каким они видят свое будущее.

ГК «ИСКРОЛАЙН»

Рассказывает Павел Павлович Ершов, заместитель директора ГК «ИСКРОЛАЙН».

Как изменился рынок аналитического оборудования за год?

Он существенно увеличился в размерах. Настолько огромного рынка, который открылся после 24 февраля 2023 года, наверное, не было за всю новейшую историю России. По сути, мы попали в тот самый «голубой океан». Перед нами открылось море новых возможностей.



¹ РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», j-analytics@mail.ru.

Насколько помогает поддержка, которую оказывает отечественным производителям государство?

Поддержка со стороны государства идет, благодаря ей мы смогли вывести на рынок две новые модели спектрометра, которых нет у наших российских конкурентов. К примеру, «Искролайн 500», представленный на нашем стенде, – это первый в России мобильный прибор, способный определять в металлах в полевых условиях такие элементы, как сера, фосфор и углерод. Он незаменим в промышленности, в особенности на входном контроле. С этим мобильным спектрометром можно определить марку металла и понять, те ли комплектующие поступили от поставщиков.

Кроме того, для нас очень важно, что сейчас любые государственные предприятия обязаны приобретать российские приборы, если они есть. Раньше было не так. Я хорошо помню, как большой Российский концерн вместо нашего прибора, который полностью отвечал его требованиям и на который мы давали гарантию пять лет, приобрел более дорогое иностранное оборудование.

А в компании «ИСКРОЛАЙН» возникали проблемы с комплектующими для производства таких приборов?

Компонентная база в России пока не такая, как нам хотелось бы, но кто ищет, тот всегда находит, тем более после разрешения параллельного импорта. Он нами активно применяется. Единственное, что «поплыли» сроки поставок. Если раньше корпуса от производителей мы получали за полтора месяца, то теперь для этого требуется полгода.

Сегодня на российский рынок активно выходят компании из Индии и Китая. Насколько серьезной может быть конкуренция с ними?

Они нам не конкуренты. Наше оборудование включено в реестр Минпромторга России. Для этого нам пришлось преодолеть долгий путь. Зато теперь у заказчика не возникает вопрос: чей прибор приобретать, наш или индийский. Все сейчас выбирают российских производителей.

Кроме того, мы оказываем нашим клиентам круглосуточную сервисную поддержку. При возникновении проблем в течение суток выезжает наш сервисный инженер с подменным прибором и при необходимости его подключает взамен вышедшего из строя. Сервис «ИСКРОЛАЙН» и раньше не

уступал европейскому, а сейчас его уровень стал еще выше.

Как вы получаете обратную связь от потребителей ваших приборов?

Отдел качества и сервиса постоянно общается с пользователями, у его сотрудников есть сроки для контактов с клиентами в разных случаях, например, обращения в сервисную службу, выезда ее инженера и некоторых других.

Также мы запустили программу замены наших приборов, срок службы которых подходит к концу. Через семь лет мы обращаемся к клиенту с предложением обновить это оборудование по льготной цене.

Насколько часто возникают у вас проблемы с финансированием?

Конечно, без кассовых разрывов дело не обходится, но, в целом, мы справляемся и считаем, что все будет хорошо. Для того чтобы справиться с ростом заказов мы готовимся перевести работников нашего производства на двухсменный график.

Каковы ваши планы на ближайшие год-два?

Мы планируем поставлять наши приборы в ближайшее зарубежье – страны Средней Азии: Узбекистан, Туркменистан.

ГК «Люмэкс»

Группа компаний «Люмэкс» – постоянный участник выставки «Аналитика Экспо». В этом году на ее стенде демонстрировалось и проверенное временем оборудование, и новые разработки. Так традиционно был представлен фильтровый флуориметр «Флюорат-02», с которого еще в 1991 году началась история создания ГК «Люмэкс».

Рядом были выставлены жидкостные хроматографы – серийный «Люмахром» и новинка – «Люмахром-М», который сохранил все достоинства предыдущих поколений хроматографов «Люмэкс» и предлагает новый уровень возможностей, включая независимость от импортных комплектующих. На стенде «Люмахром-М» демонстрировался в работе – собственное программное обеспечение управляло градиентным режимом элюирования со спектрофлуориметрическим детектированием смеси полиароматических углеводородов (ПАУ)

и обрабатывало результаты. Анализ таких экотоксикантов – одна из сложнейших актуальных задач экологического контроля.

Представленная на стенде система капиллярного электрофореза (СКЭ) «Капель-205» до сих пор является первой и единственной СКЭ, серийно выпускаемой в России. ГК «Люмэкс» приложила много усилий для внедрения метода капиллярного электрофореза в рутинную практику российских аналитических лабораторий.

Кроме того, на стенде компании «Люмэкс» можно было увидеть самый чувствительный анализатор ртути в мире – портативный «РА-915М», предназначенный для прямого определения ртути в воздухе. Здесь же в работе демонстрировался лабораторный анализатор ртути «РА-915Лаб» с большим автосамплером для анализа любых типов твердых и жидких образцов, включая биопробы.

А еще в этом году ГК «Люмэкс» показывала на выставке «Аналитика Экспо 2023»:

- БИК-анализатор «ИнфраЛЮМ ФТ-12», который за одну минуту без реактивов и разрушения

образцов измеряет множество показателей зерновых, бобовых и масличных культур, комбикормов, пищевых продуктов и сырья;

- инфракрасный фурье-спектрометр «ИнфраЛЮМ ФТ-08» с приставками для качественного и количественного анализа, в том числе для идентификации твердых, жидких и газообразных образцов;
- микрочиповый амплификатор нуклеиновых кислот в режиме реального времени «АриаДНА», позволяющий проводить молекулярно-генетическую диагностику и идентификацию генома человека, животных и растений, а также помогает диагностировать многочисленные вирусные и бактериальные заболевания и контролировать эффективность проводимых лечебных мероприятий;
- атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией МГА-1000 – самый маленький, бесшумный и безопасный спектрометр для элементного анализа в своем классе.



Мы беседуем с Натальей Альбертовной Майоровой, заместителем генерального директора ООО «Люмэкс-маркетинг».

Насколько острой для производства приборов оказалась проблема с поставками комплектующих?

Проблемы с импортными комплектующими возникли у нас раньше, так что мы уже давно осознали необходимость поиска поставщиков в России. Год назад мы чувствовали себя более уверенно, поскольку имели складские запасы и надеялись, что сможем быстро найти недостающие компоненты. К сожалению, в этом году наши запасы уменьшились, при этом некоторые импортные комплектующие либо вообще перестали поставляться в Россию, либо цена на них возросла многократно. Мы активно ищем в России и находим альтернативных поставщиков.

Как выглядит обобщенный портрет вашего потребителя?

Большинство наших пользователей – это аккредитованные лаборатории среднего ценового сегмента, выполняющие множество рутинных анализов инструментальными методами. И мы всегда придерживались разумной ценовой политики, чтобы наши приборы были для этой категории потребителей доступны.

Какие еще сложности для бизнеса «Люмэкс» вы видите?

Наша сильная сторона – комплексная поставка: приборы плюс наборы для анализа плюс сервис. В состав наборов для анализа кроме аттестованных методик входят также спецреактивы. С реактивами, к сожалению, сейчас очень непростая ситуация. Их качество вызывает много нареканий, так что прежде чем включать спецреактив в состав наборов для анализа приходится активно вести поиск лучшего поставщика и проводить сплошной входной контроль.

Вы уверенно смотрите в будущее?

Мы считаем, что у нас очень неплохие перспективы. И это, кстати, показывает выставка «Аналитика Экспо 2023»: в эти дни на нашем стенде было много заинтересованных посетителей, причем не только из Москвы и Московской области, а со всей России. Из направлений экспорта для нас сейчас фокусными являются Китай, Ближний Восток и Африка.

Каковы планы ГК «Люмэкс» на ближайшие годы?

Сейчас у нас очень много запросов на оборудование из основных линеек аналитических приборов, мы стремимся четко выполнять обязательства по срокам поставки. Новое для нас направление – масс-спектрометрия. Первая поставка масс-спектрометра состоялась еще в 2022 году. ГК «Люмэкс» за свою историю многократно находила и коммерциализировала в своих приборах нестандартные технические решения. Независимость от импортных комплектующих в настоящее время является обязательным условием успешности новых разработок. У нас есть основания смотреть в будущее с оптимизмом.

«Мета-Хром»

Газовый хроматограф «Кристаллюкс-4000М», представленный НПФ «Мета-Хром» на выставке «Аналитика Экспо 2023», был отмечен знаком качества в номинации «Контрольно-измерительные приборы». Также на стенде производителя демонстрировалось дополнительное оборудование для газовой


ОСНОВНЫЕ ПРЕИМУЩЕСТВА:

- * Высокая чувствительность и точность измерений
- * Полная автоматизация
- * Адаптация под любые задачи заказчика

- * Надежность и простота эксплуатации
- * Изучение и моделирование каталитических процессов
- * Лабораторные установки для нефтехимии

ОСНОВНЫЕ ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ:


- * Нефтегазопереработка и добыча
- * Химическая промышленность
- * Энергетика
- * Экология
- * Медицина
- * Сельское хозяйство
- * Пищевая промышленность
- * Криминалистика



Хроматограф в комплекте с автосамплером HT-3100A и генераторами газов

Установка определения активности и селективности катализаторов флюид-каталитического крекинга (ФКК) в псевдооживленном слое согласно ASTM D7964/D7964M-14

ООО «НПФ «Мета-хром»
424000, Россия, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Баумана, 100
Тел.: (8362) 42-49-97, 73-45-24, 42-22-66 | Факс: 42-49-97



Web: www.meta-chrom.ru
E-mail: m_chrom@mari-el.ru



и программное обеспечение для ПК, разработанные НПФ «Мета-Хром».

По словам Александра Романовича Стрепетова, главного инженера НПФ «Мета-Хром», новая приставка актуальна для сервисных компаний, имеющих богатый аналитический опыт в проведении разных типов анализов. Они могут купить простой газовый хроматограф (или доработать хроматограф у заказчика), дополнить его данной приставкой, собрать на ее базе свою уникальную аналитическую систему и предлагать ее заказчику.

Еще одно комплексное решение, представленное на выставке, – это комбинация хроматографа «Кристаллюкс 4000М» и масс-спектрометра «Маэстро» (его производит компания «Интерлаб»). Особенностью системы является управление хроматографом, масс-спектрометром и дозатором из единого программного обеспечения. Весь этот комплекс приборов и ПО полностью российский.

Александр Романович Стрепетов, главный инженер НПФ «Мета-Хром», отвечает на наши вопросы:

хроматографии: газовые генераторы, компрессоры воздуха, дозаторы и другие устройства ввода пробы.

Одна из новинок – генераторы чистого воздуха, позволяющие использовать воздух в качестве газ-носителя. Также НПФ «Мета-Хром» выпускает автоматические дозаторы для газовых хроматографов. Производитель идет навстречу пожеланиям заказчиков, многие из которых экономят гелий и начинают использовать в качестве газа-носителя водород. Компания выпускает генераторы водорода высокой чистоты, а также предлагает систему контроля утечек этого газа.

В этом году на выставке «Аналитика Экспо» НПФ «Мета-Хром» представила новинку – совместную разработку с компанией «ДОНАУ ИНЖИНИРИНГ» – специализированную приставку «анализатор нефтезаводских газов «Гелиос» для газового хроматографа, расширяющую его возможности. В состав устройства может входить до трех отдельных термостатов, несколько газовых регуляторов, несколько крапов. Наличие дополнительных нагреваемых зон для колонок, а также регуляторов и устройств переключения газовых потоков дает возможность реализовать сложные аналитические схемы для анализа различных нефтехимических газов. При этом сама приставка «Гелиос» совместима с газовыми хроматографами разных производителей, в том числе с зарубежными моделями. Это достигается тем, что устройство имеет собственные контроллер

С какими сложностями столкнулось производство НПХ «Мета-Хром» за этот год?

Как и большинство российских производителей аналитического оборудования, мы столкнулись с тем, что многие электронные компоненты попали в разряд санкционных. Некоторые позиции выпускают один-два производителя в мире и аналогов у них нет. Так что сейчас мы видим перед собой определенные вызовы, но справляемся с ними и уверены: так будет и дальше.

В чем вам помогает поддержка отечественных производителей со стороны государства?

Государство поддерживает нас в плане экспорта, помогает нам, несмотря ни на что, его развивать. Также мы получаем от государства помощь в импортозамещении: можем, к примеру, обратиться в Торгово-промышленную палату, чтобы она нам помогла с поиском альтернатив каких-то компонентов.

Правда, далеко не все российские производители сейчас готовы работать с разработчиками гражданской продукции. Их приоритет – оборонный заказ, хотя в каких-то случаях все-таки идут нам навстречу, но просят подождать.

В данный момент, в том числе и благодаря поддержке государства, спрос на российское аналитическое оборудование кратно вырос. Некоторые

крупные заказчики, которые раньше не работали с отечественными производителями, теперь обращаются к нам.

Рассматриваете ли вы как своих конкурентов производителей из Китая?

Тут сложно что-то сказать, поскольку ни у кого в России пока нет опыта эксплуатации китайского аналитического оборудования (в частности, газовых хроматографов). И как оно работает, на сегодняшний день мало кто видел. Мы, конечно, готовимся к этому вызову, но пока никакой конкретики нет. Производители из Поднебесной через российских партнеров только начинают рекламировать и пытаются вывести на рынок какие-то свои приборы, что-то обещают потенциальным пользователям. Также многие российские компании после ухода западных производителей аналитического оборудования пытаются вывести на рынок произведенные в Китае хроматографы под своими брендами. Будем наблюдать за развитием рынка.

Как вы оцениваете конкуренцию среди российских поставщиков?

Между отечественными производителями аналитических приборов конкуренция и раньше была довольно жесткой. И не могу сказать, что за последний год она как-то изменилась. Количество заказов на российское оборудование выросло и у нас, и у наших конкурентов. Так что всем всего (работы и денег) должно хватить.

ОАО «Смоленское СКТБ СПУ»

Компания, которая на протяжении 40 лет производит термостатическое оборудование, а также приборы для медицинских, научно-исследовательских, аналитических, испытательных и производственных лабораторий, участвовала в выставке «Аналитика Экспо» во второй раз.

В этом году «Смоленское СКТБ СПУ» представило свою новинку – муфельную электропечь «ЭКПС-10». Ее отличительной особенностью является наличие твердого керамического покрытия. Электропечь предназначена для выполнения лабораторных аналитических работ; выплавки и выжига восковых моделей из литейных форм, обжига литейных форм, термической и высокотемпературной обработки материалов и металлов в воздушной среде, обжига керамических изделий, прокаливания, отпуска и отжига изделий и материалов, плавки и пайки цветных

металлов, изготовление ювелирных и сувенирных изделий.

Она применяется в ортопедической стоматологии, на предприятиях пищевой, легкой и тяжелой, химической промышленности, в производстве ювелирных украшений, изделий из керамики, на предприятиях, занимающихся металлообработкой, кирпичных и керамзаводах, горно-обогатительных комбинатах и т. д.

«У нас производство полного цикла, – рассказывает Евгений Юрьевич Метельский, ведущий менеджер сектора по развитию, – от гаечки и винтика до готового изделия мы все делаем своими силами, в том числе собираем платы и печатаем пластиковые элементы».

Важно, что на каждом этапе производства осуществляется входной контроль качества элементов и комплектующих. А итоговый тест оборудования проводится уже на складе готовой продукции, где хранятся запасы продукции, чтобы в случае необходимости быстро отгрузить ее заказчику.

Евгений Юрьевич Метельский, ведущий менеджер сектора по развитию Смоленского СКТБ СПУ, дал экспресс-интервью нашему журналу:

С какими проблемами столкнулась компания за последний год?

Были трудности с поставками комплектующих зарубежных производителей. На определенном этапе осложнились взаимоотношения с европейскими



поставщиками: увеличились сроки поставок и подорожали комплектующие.

Для их преодоления мы наладили параллельный импорт из Китая, так что сейчас недостатка в комплектующих у нас нет.

А какие плюсы вы видите в изменениях на российском рынке за последнее время?

Для нас жирный плюс заключается в том, что зарубежные конкуренты, особенно европейские, либо совсем ушли с российского рынка, либо прекратили поддержку действующих клиентов, либо не могут обеспечить ритмичные поставки комплектующих. Неудивительно, что практически все заказчики сейчас ищут российские аналоги зарубежного оборудования. И мы с ростом спроса справляемся: выпускаем больше единиц продукции.

Поддержкой со стороны государства пользоваться?

Мы частная компания, но активно взаимодействуем с Центром поддержки экспорта. Его специалисты помогают нам находить клиентов в странах СНГ. Мы запустили совместную с ними программу выхода и размещения на иностранном маркетплейсе Alibaba. И теперь представлены там как магазин. Так же Центр поддержки спонсирует наше участие в выставках. В ближайшее время поедем показывать наше оборудование в Казахстан.

ООО «НПО «СПЕКТРОН»

На стенде научно-производственного объединения «СПЕКТРОН», чье аналитическое оборудование на протяжении 30 лет представлено на российском и на международном рынках, демонстрировались как новые приборы, так и проверенные временем решения.

Здесь можно было увидеть несколько моделей анализаторов и спектрометров. Был представлен новый анализатор «СПЕКТРОКАН МЕТА» для определения общего содержания серы методом УФ-флуоресценции и общего содержания азота методом хемилюминесценции в нефти и нефтепродуктах, углеводородном газе, сжиженном углеводородном газе (СУГ), природном газе, сжиженном природном газе (СПГ), продуктах химического синтеза, биологических материалах. Эта модификация востребована в нефтегазовом секторе и на предприятиях химической промышленности – там, где выполняется большое количество анализов.



Анализатор серы в нефти и нефтепродуктах «СПЕКТРОКАН SE»

Также на стенде можно было увидеть самый продаваемый анализатор содержания хлора и серы «СПЕКТРОКАН CLSW». Это рентгенофлуоресцентный волнодисперсионный анализатор для определения массовой доли хлора и серы в нефти и нефтепродуктах. Он позволяет в том числе определять хлор в реагентах для нефтяной промышленности и водных растворах. Анализатор имеет запатентованную ООО «НПО «СПЕКТРОН» систему загрузки проб с боковым расположением кюветы с образцом, которое позволяет исключить погрешности, вызванные присутствием воды и пузырей воздуха в нефтепродуктах, а также свести к минимуму риск загрязнения нефтепродуктами внутренних узлов анализатора.

В экспозиции производителя можно было увидеть спектрометр, с разработки которого началось НПО «СПЕКТРОН». Тогда основатели компании придумали уникальную рентгенооптическую схему, позволяющую в компактном приборе получить отличные аналитические характеристики.

Павел Петрович Киселев, генеральный директор ООО «НПО «СПЕКТРОН», поделился своим видением ситуации на рынке:

Насколько затронуло «НПО «СПЕКТРОН» введение западными странами санкций в отношении российского сектора высоких технологий?

Четыре года назад мы приняли техническую политику, в которой поставили цель – минимизировать зависимость от зарубежных комплектующих. На тот момент это было нашим внутренним решением. А сейчас оно помогает производить и обслуживать

наши приборы вне зависимости от зарубежных поставщиков.

Далее, на предприятии мы организовали производство детекторов рентгеновского излучения – газонаполненных пропорциональных счетчиков, – и полностью обеспечиваем производственный цикл.

Кроме них, в наших приборах используются отечественные рентгеновские трубки, ресурс которых ранее вызывал вопросы у заказчиков. В результате тесной совместной работы с производителями трубок, эти изделия были доработаны в соответствии с нашими требованиями. Как результат, срок службы этих компонентов оборудования вырос в пять раз.

Мы самостоятельно разрабатываем и производим источники питания с напряжением от 10 кВ до 50 В и мощностью до 250 Вт. Так что подавляющее большинство компонентов нашего прибора производятся нами или нашими партнерами на территории России, что подтверждено заключением Минпромторга России.

А как обстоят дела с поставкой электронных компонентов?

Не буду скрывать, что ситуация с электронными компонентами, особенно в прошлом году, имела для нас высокую важность. В основном, мы ее решили. Электронная промышленность развита в России недостаточно, но поставщиков мы находим, и они закрывают наши потребности.

Изменилась ли конкурентная ситуация на нашем рынке?

ООО «НПО «СПЕКТРОН» на протяжении всей своей истории работает в конкурентной среде. У нас есть в России конкуренты, но мы смотрим шире – на международный рынок, где нам приходится конкурировать с ведущими мировыми производителями. О российском рынке могу сказать, что он изменился. Появились дополнительные потребности у заказчиков, и мы тщательно изучаем их запросы и рассматриваем возможности расширения наших линеек приборов и выхода в ниши, где мы до сих пор не присутствовали. Они могут быть интересны и важны для нашего бизнеса.

Как бы вы оценили ситуацию с кадрами в вашем научно-производственном объединении?

Мы испытываем проблемы с качеством подготовки кадров, но это общая проблема, которая затрагивает

всех. Сложно найти высококвалифицированных специалистов, особенно в нашей отрасли. Но мы открыты, ищем, находим кадры, воспитываем их внутри компании. У нас работают молодые сотрудники, приглашаем на практику студентов вузов.

Китайские производители для вас конкуренты?

Китайцы сделали очень большой скачок за последние несколько лет: выпустили ряд интересных продуктов. Понятно, что они находятся в начале пути, в стадии становления. И это отражается на характеристиках их оборудования.

Все мы развиваемся, и я думаю, что у нас будут успехи, и у них тоже будут. Рынок становится интересным.

ООО «ЭКРОСХИМ»

Инновационно-производственное предприятие «ЭКРОСХИМ» в этом году представило весь спектр своей продукции. На стенде компании демонстрировалось аналитическое оборудование – новая линейка рентгеновских приборов, спектрофотометры ПЭ, лабораторное оборудование серии ES и «ЭКРОС».

Также здесь можно было увидеть проверенные временем и новые расходные материалы: механические дозаторы и диспенсеры, обновленный ассортимент



наконечников для дозаторов, посуда и изделия из пластмассы, государственные стандартные образцы нефтехимии и экотоксикантов (ГСО), стандарт-титры.

Гости выставки интересовались и лабораторной мебелью, которая тоже была представлена в экспозиции «ЭКРОСХИМ», цельнометаллической с разными видами поверхностей, а также первыми моделями новой линейки мебели из полипропилена.

Особенность новинки состоит в отсутствии металлического каркаса. Это позволяет использовать полипропиленовую лабораторную мебель в агрессивных средах.

Анна Германовна Яковлева, начальник отдела продаж компании «ЭКРОСХИМ», рассказала, как ощущает себя компания на рынке:

Как изменился спрос на вашу продукцию в последнее время?

В связи с тем, что зарубежные конкуренты покинули наш рынок, наше оборудование, в особенности сложное аналитическое, пользуется повышенным спросом. Простое лабораторное оборудование, отчасти, поставляют наши китайские друзья.

С какими сложностями вы столкнулись за последний год?

К росту спроса мы оказались готовы. У нас есть большой сервисный центр, методический отдел. Мы сами разрабатываем методики измерений и готовим необходимую заказчикам комплектацию приборов, осуществляем пусконаладку, а затем полноценное сервисное обслуживание.

Но есть и оборотная сторона медали: после введения санкций стало очень сложно ввозить часть комплектующих, которые пока в нашей стране не производятся. Это, прежде всего, электроника и электронные компоненты.

Это основная сложность. Пришлось искать какие-то нестандартные логистические решения. Но с тех пор прошло время, и мы приноровились к новым условиям, подстроились под них и по-прежнему производим и поставляем оборудование.

Расскажите, пожалуйста, о ваших планах.

Планы у нас грандиозные: будем расширять линейки оборудования, обновлять и модернизировать нашу лабораторную мебель. Само собой разумеется, что номенклатура расходных материалов тоже будет дополняться. Так, мы расширим ассортимент



изделий из пластмассы, в частности, пластиковой посуды, и уже подготовили для этого отдельную производственную площадку.

В общем, мы смотрим вперед с оптимизмом.

ООО «ВЗОР»

За последний год произошли существенные изменения на рынке аналитического приборостроения. В условиях санкций, когда европейские производители КИПиА отказались от российского рынка, а международная логистика переживает серьезные затруднения, серьезно увеличилась нагрузка на отечественных производителей аналитических средств измерений.

Импортозамещение в приборостроении стало ключевой задачей для российских производственных предприятий, в том числе и для ООО «ВЗОР».

В сжатые сроки руководством предприятия были приняты важные управленческие решения, а имеющиеся ресурсы и компетенции позволили заводу увеличить объемы выпуска продукции и обеспечить возросшие потребности заказчиков. С учетом требований рынка «ВЗОР» смог предложить достойную альтернативу импортному оборудованию – приборы «МАРК», способные решать большинство задач, стоящих перед российскими лабораториями в области контроля качества водных сред.

Говоря о рыночных реалиях, следует отметить, что приборы «МАРК» практически полностью производятся из российских компонентов, поэтому сложностей с импортом комплектующих, в основном, удалось избежать. Однако некоторые российские поставщики существенно увеличили сроки отгрузки и цены, что вынудило руководство завода оперативно вносить корректировки в график закупок и искать альтернативные решения.

Еще один фактор, влияние которого ощутили на себе практически все серьезные производственные предприятия – это дефицит специалистов технических профессий (от рабочих до инженеров). Для поиска и привлечения новых сотрудников на заводе «ВЗОР» задействуются различные каналы: сайты для работодателей, ярмарки вакансий, социальные сети, «сарафанное радио». Доказало свою эффективность и прямое сотрудничество с профильными учебными заведениями.

Выставка «Аналитика Экспо 2023» обозначила еще один серьезный вызов на ближайшую перспективу: укрепление позиций китайских производителей на российском рынке. На многочисленных выставочных стендах экспонентов из Китая был представлен широкий ассортимент лабораторного оборудования и комплектующих, что говорит об их нарастающей активности и напористости. В приборостроении создан определенный заградительный барьер в виде обязательной сертификации и внесения оборудования в Госреестр СИ РФ, но при умелом подходе выполнить требования по сертификации зарубежным производителям вполне по силам в перспективе нескольких лет.

Некоторые партнеры ООО «ВЗОР» в кулуарах выставки высказывали опасения потерять позиции и доли рынка. У самого предприятия спокойное и взвешенное отношение к этой тенденции. Появление новых конкурентов – отличный импульс для того, чтобы обозначить для себя новые цели для дальнейшего роста и развития.

Одна из таких целей – дальнейшее развитие линейки анализаторов «МАРК». В этом году на выставке «Аналитика Экспо» наше предприятие представило новинку – первый российский анализатор кремния «МАРК-1202». Прибор предназначен для автоматического измерения массовой концентрации кремния в пересчете на диоксид кремния SiO_2 и температуры водных сред в технологических водах на объектах энергетики и водоподготовительных установках.

Приятно отметить, что на основании экспертной оценки функциональных и метрологических характеристик, наш «МАРК-1202» одержал победу



Антон Германович Кутин,
руководитель направления эксплуатационных испытаний
ООО «ВЗОР»

в конкурсе «За обеспечение высокой точности измерений в аналитической химии», который проводился в рамках выставки ФГБУ «Ростет-Москва».

Еще одна перспективная разработка, продемонстрированная ООО «ВЗОР» на выставке, – уникальный анализатор чистоты водорода «МАРК-5010». Прибор предназначен для прецизионного измерения концентрации водорода в диапазоне 95–100% при мониторинге водородного охлаждения генераторов, электролиза в энергетике, а также в других отраслях промышленности, использующих «чистый» водород в технологических процессах.

В целом, на стенде «ВЗОР» был представлен широкий ассортимент лабораторных и промышленных приборов «МАРК» (анализаторы растворенного кислорода, водорода, рН-метры, кондуктометры, анализаторы натрия, газоанализаторы) для тепловой и атомной энергетики, других отраслей промышленности и народного хозяйства.

Все анализаторы «МАРК» отвечают требованиям российской нормативной базы (ГОСТ, ТУ, РД, ПНД Ф и т. д.), что позволяет ООО «ВЗОР» входить в реестр основных поставщиков приборов контроля параметров водной среды аккредитованных лабораторий различного профиля.

ООО «СокТрейд Ко»

Компания «СокТрейд» уже давно производит собственную продукцию, а последние годы расширила ее ассортимент и запустила новые разработки. Проверенные временем приборы и новинки можно было увидеть на ее стенде на выставке «Аналитика Экспо 2023». Один из старейших продуктов производителя – установка для разгонки тяжелых остатков под вакуумом LabDist – анализатор фракционного состава продуктов при пониженном давлении. Лабораторная вакуумная дистилляционная установка для фракционной разгонки мазута, масел и других тяжелых продуктов – фундаментальный инструмент исследования различных технологических процессов и контроля качества нефтепродуктов. Поддержание вакуума в системе осуществляется автоматически. Оператор управляет разгонкой, задавая мощность нагрева, и считывает объем отогнанных фракций по градуировочным делениям на приемном цилиндре.

Для импортозамещения американского прибора EMCEE 1152 разработан кондуктометр для определения удельной электропроводности средних дистиллятов «Фалькон-100» (на фото). Он предназначен для измерения электропроводности светлых углеводородных жидкостей (реактивное и дизельное топливо) в соответствии с ГОСТ 25950, ASTM D 2624. Прибор имеет компактный переносной корпус с цифровым дисплеем, кнопками управления и разъемом для подключения измерительного электрода. Управляется аналоговой электронной схемой в сочетании с аналого-цифровым преобразователем.



Еще одна разработка компании «СокТрейд» – автоматический портативный солемер для определения общего содержания солей в нефти. Измерения проводятся на основе предварительных калибровок прибора, проведенных в соответствии с методами ГОСТ 33703-2015 и ASTM D 3230.

«С 1 января 2023 года вступил в действие новый ГОСТ 21534-2021 на определение содержания хлористых солей в нефти, – рассказывает Евгений Анатольевич Новиков, кандидат химических наук, директор ООО «СокТрейд Ко». – Приложение А в этом методе (соответствующее ASTM D6470) предусматривает использование экстракционного аппарата, отличающегося от традиционного. Мы разработали и изготовили такой аппарат».

По его словам, представленная на стенде компании установка «ДЭНС-3» для определения плотности нефтепродуктов ареометром по ГОСТ 3900, ASTM D1298 аналогична известному аппарату, выпускаемому традиционно компанией Technoglas (Нидерланды). «Наш аппарат – полностью отечественный», – отметил он.

Установка «ДЭНС-3» (на фото) позволяет максимально корректно измерять плотность нефтепродуктов при реальных температурах (например, при 15 °С). Она состоит из трех измерительных цилиндров с двойными стенками, образующими





VI Международная научно-техническая конференция

**«МЕТРОЛОГИЯ
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ»**

5–8 сентября 2023 г.

В период **с 5 по 8 сентября 2023 года**
в парк-отеле «Морозовка» ФГУП «ВНИИФТРИ» Росстандарта проводит
**VI Международную научно-техническую конференцию
«Метрология физико-химических измерений»**

- ✓ На конференции выступят с докладами видные российские и зарубежные эксперты в области измерений в химии и биологии.
- ✓ Мероприятие пройдет на английском и русском языках с синхронным переводом.
- ✓ Конференция предоставит возможность из первых уст услышать новейшие данные о метрологии физико-химических измерений, найти отличную платформу для дискуссий и обмена опытом с коллегами, а также с другими учеными и предпринимателями, имеющими отношение к измерениям в данной сфере.
- ✓ Все участники получают соответствующий Сертификат.

Крайний срок подачи тезисов докладов **25 июня 2023 г.**

Просьба зафиксировать в своем календаре эти даты!

Планируется издание Сборника материалов конференции на русском языке с прошедшими рецензирование трудами участников. Лучшие научные статьи по решению Программного комитета будут направлены для публикации в научно-технический журнал «Измерительная техника».

В рамках конференции предполагается организация мини-выставки средств измерений.

Более подробную информацию можно получить на сайте конференции:
conference.vniiftri.ru

Ждем вас на нашей конференции!

термостатическую рубашку. Через рубашку и общий коллектор непрерывно циркулирует жидкость с постоянной температурой, что обеспечивает точное поддержание заданной температуры в цилиндрах. После измерения проба удаляется через сливной кран в нижней части цилиндра. Прибор позволяет одинаково точно измерять плотность как светлых, так и темных нефтепродуктов. Установка «ДЭНС-3» идеально подходит для измерения плотности мазутов при повышенных температурах и плотности сырой нефти при пониженных температурах.

«Эконикс-Эксперт»

Компания «Эконикс-Эксперт» – ведущий разработчик и производитель профессиональных решений в области аналитических измерений, экологического контроля и образования. За свою 20-летнюю историю разработала и произвела более 25 тысяч приборов: рН-метров, анализаторов жидкости, кондуктометров, фотометров, кулонометров, титраторов Фишера, коррозиметров, а также датчиков и реактивов для них.

Практически все это оборудование внесено в Государственный реестр средств измерений, и их показания имеют юридическую силу.

По словам Николая Конкордиевича Зайцева, ее генерального директора, профессора, доктора

технических наук, некоторые приборы, например, титраторы Фишера в России производит только «Эконикс-Эксперт».

В компании сложился уникальный коллектив. Он объединяет выпускников ведущих российских вузов: Физико-технического института, Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова, сотрудников со степенью кандидата наук по химии и по почвоведению. Команда, объединяющая этих целеустремленных и увлеченных людей, способна в интересах заказчиков решать разнообразные задачи, в том числе высокого уровня сложности.

На стенде компании демонстрировалась новинка – фотометр «Эксперт-003», успешно прошедший государственные испытания и с первого марта этого года внесенный в Государственный реестр средств измерений. Он предназначен для анализа питьевой, природной, сточной воды и воды для плавательных бассейнов.

Николай Конкордиевич Зайцев, генеральный директор компании «Эконикс-Эксперт», раскрыл секреты стабильного положения производителя на постоянно меняющемся рынке:

С какими проблемами столкнулась ваша компания после 24 февраля 2022 года?

Особых трудностей мы не испытываем. Наоборот, те заказчики, которые до этого момента приобретали приборы зарубежных поставщиков, теперь покупают их у нас. Так что количество покупателей нашей продукции в последнее время выросло.

Как вы решаете вопрос с электронными компонентами, другими комплектующими, поставки которых остановлены в связи с санкциями?

Во время пандемии мы испугались и закупили большой объем радиодеталей, из которых собираем наши приборы – на два года вперед, поэтому сейчас довольно уверенно чувствуем себя на рынке.

Каковы ваши планы на ближайшее будущее?

Мы продолжаем опережающие научные разработки и расширяем свое производство. В этом году мы аттестовали методику измерения содержания фтора общего и фтора активного в питьевой и хозяйственной воде, которая стала методикой № 1.

И рассчитываем, что уникальных приборов и передовых измерительных методик станет больше. **α**



Фотометры ЭКСПЕРТ-003



Полноценная альтернатива анализаторам HANNA, HACH, MERK и др. в рамках импортозамещения.

С 2023 года в трех обновленных модификациях № 88395-23 в Госреестре СИ РФ.

Модификация ЭКСПЕРТ-003-1 – традиционная модульная система, состоящая из основного блока (измерительного преобразователя) и подключаемых к нему фотометрических ячеек, в том числе для измерения ХПК.

Модификация ЭКСПЕРТ-003-2 – моноблок с подключаемыми источниками излучения, в котором объединены измерительный преобразователь, фотометрическая ячейка для прямоугольных кювет и магнитная мешалка. Моноблок допускает подключение дополнительных фотоячеек всех видов.

Модификация ЭКСПЕРТ-003-3 – моноблок со встроенной ячейкой для прямоугольных кювет, магнитной мешалкой и подключаемыми источниками излучения, адаптированный для экспресс-анализа с использованием тест-комплектов «СТ-ФОТО». Необходимые градуировки для работы с тест-комплектами сохранены в памяти.

Анализатор растворенного кислорода ЭКСПЕРТ-009



Инновационный анализатор растворенного кислорода, предназначенный для измерения массовой концентрации растворенного кислорода (O_2) и температуры (T) в воде и водных средах, а также биохимического потребления кислорода (БПК).

ДВА ТИПА ДАТЧИКОВ ПОД РАЗНЫЕ ОБЪЕКТЫ: **оптический датчик** не отравляется сероводородом и другими серосодержащими соединениями, практически не требует обслуживания, в нем отсутствует жидкий электролит и мембрана. Подходит для всех типов вод, включая сточные и воды азротенков. **Электрохимический датчик** идеально подходит для определения БПК5 по ПНД Ф 14.1:2:3:4.123-97 и экспрессной оценки с применением биорецепторного элемента по аттестованной методике МУ 09-16/001 (время единичного определения порядка 30 минут вместо 5 суток).

АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ: Встроенный в измерительный преобразователь датчик давления позволяет автоматически рассчитать процент насыщения раствора кислородом воздуха с учетом температурной коррекции и поправки на соленость.

ЛЮБЫЕ ИНТЕРФЕЙСЫ СВЯЗИ: Анализатор имеет интерфейс для передачи данных на ПК, а также централизованную систему с использованием стандартного программного обеспечения приборов серии «Эксперт» или в формате Modbus.

ТРИ КОНФИГУРАЦИИ КОРПУСА ПОД РАЗНЫЕ ЗАДАЧИ:

- Переносной ЭКСПЕРТ-009-1 – для массового измерения кислорода O_2 , температуры и БПК5 в лабораторных и внелабораторных условиях.
- Стационарный ЭКСПЕРТ-009-2 – для установки на стационарной точке контроля, например, в азротенке или аквариуме, с подключением к централизованной системе сбора данных, в том числе Modbus.
- Моноблочный вариант ЭКСПЕРТ-009-3, совмещающий измерительный преобразователь и датчик в едином корпусе – может использоваться для стационарного контроля или применяться в качестве сенсора, интегрируемого в автономные дистанционно управляемые системы разведки и контроля состояния водных объектов.

108811, г. Москва, п. Московский, Киевское шоссе 22-й км, дмвл. 4, стр. 2, блок Г, 13 офисный подъезд, офис 603 Г (БИЗНЕС-ПАРК «РУМЯНЦЕВО»)

ОТДЕЛ ПРОДАЖ:
+7 (499) 600-23-45 доб. 301 ionomer@ionomer.ru

ОПЕРАТИВНОЕ ВЫЯВЛЕНИЕ ХЛОР- И НИТРОАРОМАТИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗИТЕЛЕЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ БЕЗ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ

В лаборатории инструментальных методов и органических реагентов Института геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского (ГЕОХИ) РАН разработан способ экспрессного и высокочувствительного анализа хлор- и нитроароматических соединений, относящихся к приоритетным загрязнителям окружающей среды. В настоящее время хлор- и нитроароматические соединения широко применяются в промышленных процессах, в частности, при производстве пестицидов, красителей, лекарств, пластмасс, взрывчатых веществ и др. Многие из них относятся к приоритетным загрязнителям окружающей среды и способны быстро накапливаться в организме, вызывая различные заболевания и нарушения работы жизненно важных органов. Поэтому необходим постоянный экологический мониторинг таких соединений. Для определения производных ароматических соединений используют, как правило, методы масс-спектрометрии в сочетании с хроматографией, требующие длительной и трудоемкой процедуры пробоподготовки, что определяет актуальность поиска альтернативных высокочувствительных, универсальных и экспрессных методов. Результаты опубликованы в журнале «Масс-спектрометрия»^o.

Разработанный способ определения хлор- и нитроароматических соединений основан на использовании лазерно-индуцированной плазмы для ионизации органических соединений при атмосферном давлении (метод

APLPI). Воздействие плазмы на молекулы воздуха приводит к образованию высокой концентрации первичных ионов и возбужденных молекул, которые затем обеспечивают эффективную ионизацию органических соединений, принадлежащих к различным химическим классам. Для анализа жидкие пробы объемом 2–5 мкл помещали в кювету, которую нагревали индукционным способом (рис.). Десорбированные соединения подавали в зону ионизации в потоке азота, а затем ионизированные молекулы аналита детектировали в масс-спектрометре высокого разрешения. На примере определения 2,4-динитрофенола, 2,5-динитрофенола, 2-нитро-4-хлорфенола, 2,4-дихлорфенола, 2,4-динитротолуола, м-динитробензола и 3,3'-динитродифенила найдены оптимальные условия детектирования и определены коэффициенты чувствительности. В зависимости от химического строения, хлор- и нитроароматические соединения ионизируются с образованием депротонированных молекул и / или молекулярных ионов (анион-радикалов). Показано, что чувствительность зависит от природы заместителей и их положения в ароматическом кольце. Минимальные определяемые массы аналитов лежат в диапазоне 1–30 пг.

Высокая производительность анализа, малый объем пробы, высокая чувствительность, возможность проведения анализа без пробоподготовки и совместимость с серийными масс-спектрометрами делают APLPI перспективным методом для экспрессного определения низких содержаний хлор- и нитроароматических соединений.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Минобрнауки России.

Источник: Пресс-служба ГЕОХИ РАН им. В. И. Вернадского

^o Тимакова С. И., Кравец К. Ю., Бородков А. С., Симановский Я. О., Гречников А. А. Масс-спектрометрия нитроароматических соединений с ионизацией, индуцированной лазерной плазмой при атмосферном давлении. Масс-спектрометрия. 2022;19(4):226–233, <https://doi.org/10.25703/MS.2022.19.21>

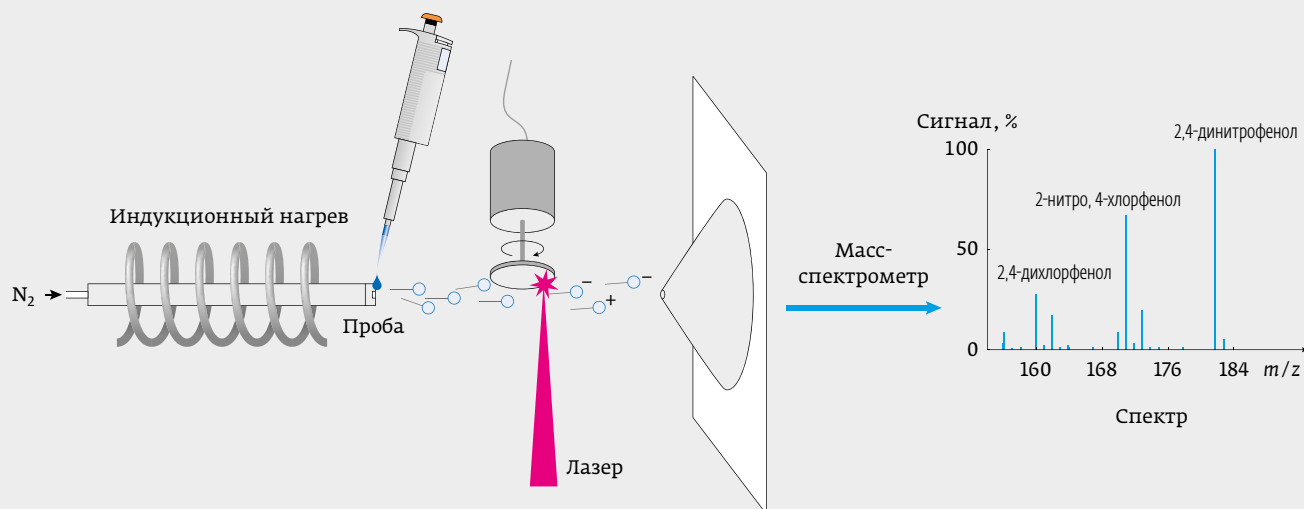


Схема анализа проб на содержание хлор- и нитроароматических соединений

30.10–02.11.2023

www.chemistry-expo.ru



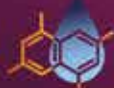
26-я международная
выставка химической
промышленности
и науки

ХИМИЯ

КНИМИА



**Иновации
и современные
материалы**



Нефтегазохимия



Startup ChemZone



**Автоматизация
и цифровизация
производства**



Химмаш. Насосы



Хим-Лаб-Аналит



Зеленая химия



Индустрия пластмасс



**Защита от коррозии
«КОРРУС»**

При поддержке:
• Министерства промышленности и торговли РФ
• Российского Союза химиков
• ОАО «НИИТЭХИМ»
• Российского химического общества им. Д. И. Менделеева
• Химического факультета МГУ им. М. В. Ломоносова
• РХТУ им. Д. И. Менделеева

Под патронажем ТПП РФ

Россия, Москва, ЦВК «ЭКСПОЦЕНТР»

Организатор

12+

Реклама



МИНПРОМТОРГ
РОССИИ



ЭКСПОЦЕНТР

Научные чтения к 85-летию академика Ю. А. Карпова

М. С. Дороница, к. т. н.¹, А. В. Лужкова

«Аналитическая химия в науке, образовании и производстве» – такое название получили научные чтения, приуроченные к 85-летию академика Ю. А. Карпова.

Это важное для химического научного сообщества событие состоялось 17 февраля 2023 года в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСИС» при участии ИОНХ РАН, химического факультета МГУ, Ассоциации аналитических центров «Аналитика», ИМЕТ РАН, Аналитико-сертификационного центра «Ансертэко» и института «Гиредмет».

На мероприятие были приглашены коллеги, соратники и ученики академика Ю. А. Карпова, в том числе заведующий кафедрой аналитической химии МГУ д. х. н. М. А. Проскурнин, заместитель директора ГЕОХИ РАН, чл.-корр. РАН В. П. Колотов, директор ИОНХ РАН, чл.-корр. РАН В. К. Иванов, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, д. т. н. Е. А. Левашов, директор Института стандартных образцов к. т. н. В. В. Степановских и др.

На открытии научных чтений с приветственным словом выступил проректор НИТУ МИСИС д. т. н., профессор М. Р. Филонов. Далее прозвучали доклады академиков РАН Ю. А. Золотова и К. В. Григоровича, д. х. н. В. Б. Барановской, руководителя Испытательного аналитико-сертификационного центра института «Гиредмет» [созданного Ю. А. Карповым. – Прим. ред.] к. х. н. Е. С. Кошель, д. х. н., проф. Ф. И. Лобанова, д. ф.-м. н., проф. М. Н. Филиппова, исполнительного директора Ассоциации



Д. т. н., профессор М. Р. Филонов



Академик РАН Ю. А. Золотов

¹ ИОНХ РАН, ms.semenova@gmail.com.



ЛАБТЕСТ

ЭЛЕМЕНТНЫЙ И МОЛЕКУЛЯРНЫЙ АНАЛИЗ,
СВОЙСТВА МАТЕРИАЛОВ

www.lab-test.ru
info@lab-test.ru
+7495-256-24-84



КАЧЕСТВЕННАЯ
МЕТОДИЧЕСКАЯ
ПОДДЕРЖКА

ОПЕРАТИВНОЕ
ТЕХНИЧЕСКОЕ
ОБСЛУЖИВАНИЕ

БЕСПЛАТНЫЕ
КОНСУЛЬТАЦИИ
СПЕЦИАЛИСТОВ



ПЕРЕДОВОЕ СПЕКТРАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Focused Photonics Inc.

M5000

Искровой атомно-
эмиссионный
спектрометр

SUPEC 7000

Масс-спектрометр
с индуктивно-связанной
плазмой

EXPEC 7350

Масс-спектрометр
с тройным квадруполем
с индуктивно-связанной
плазмой

EXPEC 6500

Атомно-эмиссионный
спектрометр
с индуктивно-связанной
плазмой

ПРОВЕДЕНИЕ ДЕМОНСТРАЦИОННЫХ АНАЛИЗОВ ВАШИХ ОБРАЗЦОВ В НАШЕЙ ЛАБОРАТОРИИ





Altamira Instruments

КАЧЕСТВЕННАЯ
МЕТОДИЧЕСКАЯ
ПОДДЕРЖКА

ОПЕРАТИВНОЕ
ТЕХНИЧЕСКОЕ
ОБСЛУЖИВАНИЕ

БЕСПЛАТНЫЕ
КОНСУЛЬТАЦИИ
СПЕЦИАЛИСТОВ



Анализаторы
физической
и химической
газовой сорбции

AMI 300

Автоматический
анализатор
динамической
хемосорбции



TOP 200

Анализатор удельной
поверхности и разме-
ров микро- и мезопор

Densi 100

Гелиевый пикнометр
для измерения истинной
плотности



Prep J4

Программируемый
дегазатор
с 4 независимыми
портами

ПРОВЕДЕНИЕ ДЕМОНСТРАЦИОННЫХ АНАЛИЗОВ ВАШИХ ОБРАЗЦОВ В НАШЕЙ ЛАБОРАТОРИИ





Академик РАН К. В. Григорович



Д. х. н. В. Б. Барановская

аналитических центров «Аналитика» И. В. Болдырева, директора Аналитико-сертификационного центра «Ансертэко» к. х. н. Т. Ю. Алексеевой. Доклад академика М. Ф. Чурбанова был зачитан организаторами.

Большому кругу участников была предоставлена замечательная возможность рассказать о текущем состоянии тех направлений химической науки, которые были так значимы для Ю. А. Карпова и которым он посвятил всю свою жизнь.

В своих сообщениях ученые вспомнили основные вехи биографии Ю. А. Карпова. Академик РАН Ю. А. Золотов рассказал об основных направлениях научной деятельности ученого, среди которых определение газов в металлах, аналитический контроль в цветной металлургии, развитие методов анализа редких и благородных металлов, обеспечение качества химического анализа, включая метрологию, а также о многих десятилетиях активного взаимодействия академика с Российской академией наук.

Академик РАН К. В. Григорович подчеркнул выдающуюся роль Ю. А. Карпова в развитии методов определения газообразующих примесей, этой темой ученый начал заниматься в самом начале своей научной деятельности в Институте металлургии им. А. А. Байкова.

Академик РАН М. Ф. Чурбанов отметил, что благодаря Ю. А. Карпову создана уникальная коллекция веществ высокой чистоты в ИХВВ РАН.

Д.х.н. В.Б.Барановская рассказала о более чем 50-летней трудовой деятельности Ю. А. Карпова в Государственном научно-исследовательском и проектно-институте редкометаллической промышленности («Гиредмет»). При участии академика в институте развивались такие новые направления российской химической науки, как активационный анализ, масс-спектрометрия, определение газов в металлах, вакуумэкстракционные методы. Под руководством Ю. А. Карпова работали такие известные уче-

ные, как д. х. н., профессор В. В. Недлер, д. ф. - м. н., профессор Л. Н. Филимонов, д. х. н., профессор Б. Я. Каплан и др.

Академик РАН Ю. А. Карпов и его научная школа «Аналитический контроль, сертификация, стандартизация и метрологическое обеспечение производства редких и драгоценных металлов, высокочистых веществ и полупроводниковых материалов» сформулировали новое концептуальное направление – разработка и комбинирование аналитических методов для решения актуальных научных и производственных задач, и получили поддержку Совета по грантам Президента РФ.

Созданный Ю. А. Карповым Испытательный аналитико-сертификационный центр института «Гиредмет» первым был аккредитован в России на соответствие требованиям международной



Участники научных чтений в зале заседаний



Д. ф.-м. н., профессор М. Н. Филиппов



К. х. н. Т. Ю. Алексеева



Д. х. н. П. С. Федотов

системы ИЛАК-АПЛАК. Его нынешний руководитель к. х. н. Е. С. Кошель в своем выступлении отметила неопределимый вклад академика Карпова в развитие химической диагностики в области редкометаллической промышленности и подчеркнула, что сегодня центр неизменно поддерживает свой высокий статус и признание, как в России, так и за рубежом.

О роли Ю. А. Карпова в повышении качества аналитического контроля благородных металлов и о международных связях по этому вопросу сделал доклад д. х. н., профессор Ф. И. Лобанов.

Весом и значим вклад Ю. А. Карпова в подготовку нового поколения научных кадров и развитие химической науки и ее передовых направлений.



К. х. н. В. А. Филичкина

На протяжении многих лет в «Гиредмете» действовал диссертационный совет, эффективность которого, по словам члена этого совета д. ф.-м. н., профессора М. Н. Филиппова, выступившего с докладом на научных чтениях, во многом определялась именно академиком Ю. А. Карповым.

Еще одно направление деятельности Юрия Александровича – создание системы сертификации веществ и материалов по химическому составу. Об этой сфере, о разработке схем сертификации вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы, внедрении методик опробования рассказала директор Аналитико-сертификационного центра «Ансертэко» к. х. н. Т. Ю. Алексеева.

Особое место в деловой программе заняли два доклада сотрудников НИТУ МИСИС – заведующей кафедрой к. х. н. В. А. Филичкиной и заведующего лабораторией д. х. н. П. С. Федотова. Они отметили созидательный характер работы Ю. А. Карпова, который проявлялся во многих аспектах: начиная от разработки методической базы для ставшей впоследствии выпускающей кафедры «Сертификации и аналитического контроля», в том числе экспериментальных учебных программ, направленных на подготовку специалистов по сертификации материалов на основе методов контроля химического состава, структуры и свойств, до создания научной лаборатории «Разделение и концентрирование в химической диагностике функциональных материалов и объектов окружающей среды».

Научные чтения прошли в теплой дружественной атмосфере, были наполнены воспоминаниями и словами благодарности в адрес выдающегося российского химика – академика Юрия Александровича Карпова, сыгравшего важную роль в развитии современной химической науки. **α**

ВАШ ПОСТАВЩИК ЛАБОРАТОРНО-АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ



Компания «Энерголаб» предлагает:

- ◆ аналитические приборы и лабораторное оборудование ведущих производителей, отвечающие международным стандартам качества и безопасности;
- ◆ расходные материалы и запасные части;
- ◆ гарантийное и постгарантийное обслуживание.

Под торговой маркой Sintecon производятся современные аналитические приборы и лабораторное оборудование.



Продукция является лучшей альтернативой западным брендам, отличаясь надежностью, высокой чувствительностью и более выгодной стоимостью.

Мы предлагаем качественную продукцию, которая уже успела зарекомендовать себя на российском рынке.



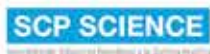
Хромато-масс-спектрометрическая система Sintecon GC/MS M1500.1



УФ-ВИД спектрофотометр экспертного уровня Sintecon CDA-4



Атомно-абсорбционные спектрометры Sintecon AA-8



Спектральное оборудование SİNTECON*

Атомно-абсорбционные спектрометры SİNTECON AA-8

Быстрые, последовательные атомно-абсорбционные спектрометры SİNTECON AA-8 – это высокопроизводительное, автоматизированное оборудование, разработанное в соответствии с требованиями современной лаборатории. Благодаря своей многофункциональности и производительности спектрометры имеют самый широкий спектр применения в горнодобывающей промышленности и металлургии, экологии, нефтехимии, пищевой промышленности, сельском хозяйстве, фармацевтической индустрии, медицине и др.

Спектрометр SİNTECON AA-8F с пламенным атомизатором. Доступны три варианта пламени – ацетилен – воздух, ацетилен – закись азота, пропан – бутан – воздух. Высокий уровень безопасности обеспечивается восемью датчиками и системами контроля.

Спектрометр SİNTECON AA-8G с электротермическим атомизатором. Для получения максимальной производительности и устранения дрейфа положение графитовой печи зафиксировано относительно оптического пути, что обеспечивает точность оптической юстировки. Температура графитовой кюветы с поперечным нагревом контролируется прецизионной системой управления с обратной связью.

Спектрометр SİNTECON AA-8FG оснащен пламенным и электротермическим атомизаторами. Графитовая печь установлена за пламенным атомизатором, быстрое и полностью автоматическое переключение между атомизаторами осуществляется простой командой в ПО AAWin Pro. Прибор не требует дополнительной юстировки благодаря сохранению положений атомизаторов.

Преимущества AA-спектрометров SİNTECON:

- монохроматор Черни – Тернера с большим фокусным расстоянием обеспечивает высокое разрешение и, соответственно, лучшую селективность и высокую чувствительность;



Атомно-абсорбционный спектрометр SİNTECON AA-8F

- автоматизированная турель на восемь ламп с полым катодом. Ток рабочей лампы и лампы прогрева регулируется отдельно для устранения дрейфа;
- две системы коррекции фона;
- программное обеспечение AAWin Pro полностью контролирует AA-спектрометр с дополнительными аксессуарами, обеспечивает получение точных данных и их обработку;
- универсальный, многофункциональный автосамплер для пламенного и электротермического атомизаторов.

Спектрофотометры SİNTECON

Линейка спектрофотометров SİNTECON имеет большой выбор моделей с лучшими характеристиками и функциональностью, которые обеспечивают им самое широкое применение в экологии, фармацевтической промышленности, метрологической аттестации, контроле безопасности пищевых продуктов, материаловедении, биотехнологии и медицине, научных исследованиях.

SİNTECON C-1 и C-1A – компактные спектрофотометры начального уровня, надежные и функциональные они сочетают с себе высокое качество, широкие возможности и экономичность.

Спектрофотометры SİNTECON серии C-1 – это точность и производительность при рутинных измерениях, необходимые для получения надежных результатов. В этих спектрофотометрах есть все опции и аксессуары, необходимые для эффективной работы с низкими затратами.

* На правах рекламы.



УФ-Вид спектрофотометр SINTECON C-2A



УФ-Вид спектрофотометр SINTECON CDA-4

SINTECON C-2, C-2A, C-2D и C-2DS – высокопроизводительные, многофункциональные, сканирующие спектрофотометры с расщепленным лучом и истинно двухлучевые, с фиксированной и переменной спектральной щелью. Инновационная механическая и оптическая конструкция позволяет проводить все типы измерений – фотометрирование, сканирование спектра, количественные определения, анализ ДНК/белков и многое другое.

SINTECON CD-3 – спектрофотометры исследовательского класса с отличными характеристиками:

- высокая стабильность базовой линии – истинно двулучевая оптическая схема в сочетании с эффективной электронной системой управления обеспечивает высокую стабильность и низкий уровень фоновых помех;
- высокое разрешение и точность установки длины волны;
- удобство смены принадлежностей благодаря модульной конструкции кюветного отделения, которая позволяет воспользоваться широким ассортиментом дополнительных принадлежностей и обеспечивает точный анализ образцов различной природы и состава.

SINTECON CDA-4 и CDA-5 – спектрофотометры экспертного уровня с двойным, некопланарным монохроматором Литроу. Спектрофотометры отличаются высочайшими спектральными характеристиками, самым широким фотометрическим диапазоном, многофункциональностью и гибкостью конфигурации, что обеспечивает их применимость для самых требовательных сфер – прецизионных научных исследований жидких и твердых образцов, контроля качества оптических компонентов и многого другого.

Программное обеспечение UV-Win

ПО UV-Win имеет ряд особенностей и преимуществ:

- одновременный просмотр окон с различными измерениями, простое переключение между режимами измерений;
- функция многоволновой фотометрии позволяет измерять поглощение и пропускание образцов при нескольких длинах волн, находить средние значения и производить расчеты на основе полученных пользователем величин;
- многоканальные измерения, опции обработки данных удовлетворяют потребности большинства лабораторий и позволяют выполнить обработку и отображение данных, начиная с расчетов спектров и заканчивая различными преобразованиями (производные 1-4-го порядков, сглаживание, логарифмирование и т. д.);
- простота и широкий функционал при построении градуировочных графиков в режиме количественного анализа;
- кинетические измерения позволяют отслеживать изменения поглощения и пропускания в динамике при 10 различных длинах волн, выполнять обработку и отображение данных, начиная с построения зависимостей и заканчивая различными преобразованиями;
- уникальная, специально разработанная программа для анализа ДНК и белков;
- доступ ко многим функциям измерений и обработки данных, включая трехмерный спектр, хранение методов и данных, экспорт данных в различные форматы, функции администрирования GLP и многое другое.

Источник: www.energolab-ae.com

КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН курсов повышения квалификации и семинаров на 2023 год

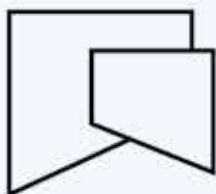
(лицензия № 4014 от 11 ноября 2019 года)

«Правила отбора и подготовки образцов для испытаний в лабораториях: теория, практика, документирование»	10–11 июля СПб/онлайн 26–27 октября СПб/онлайн
«Основы оценивания неопределенности измерений»	11–13 июля онлайн
«Межлабораторные сравнительные испытания (МСИ): теория и практика»	12–13 июля СПб
«Совершенствование деятельности органов по сертификации. Основные несоответствия, выявляемые в ходе процедур аккредитации (подтверждения компетенции)»	19–21 июля Москва/ онлайн 18–20 сентября СПб/ онлайн
«Требования Федерального закона № 412-ФЗ «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» и других нормативных документов в области аккредитации. Требования Критериев аккредитации и стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025 2019. Валидация и верификация методик испытаний, обеспечение достоверности результатов испытаний (с учетом современных требований Росаккредитации и ILAC)»	20–21 июля Москва/ онлайн 25–29 сентября Махачкала 22–24 ноября СПб
«Менеджер по качеству испытательной лаборатории: обеспечение соблюдения Критериев аккредитации и стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, внедрение и улучшение системы менеджмента»	1–4 августа Казань
«Внедрение ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 в деятельность аккредитованной лаборатории: требования к структуре; требования к ресурсам; требования к процессу; требования к системе менеджмента аккредитованной лаборатории. Менеджмент рисков. Изменения в документах СМК лабораторий»	1–4 августа Казань 21–24 августа Пятигорск
Авторский тренинг «Результативное управление персоналом»	5–7 августа СПб
«Практическая реализация требований Критериев аккредитации и стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Создание, внедрение и поддержание функционирования системы менеджмента. Вопросы прохождения подтверждения компетентности аккредитованных испытательных лабораторий»	16–18 августа онлайн 25–27 октября Москва
«Компетентность лаборатории согласно требованиям нового ГОСТ ISO/IEC 17025. Внутрिलाбораторный контроль качества и стабильности результатов. «Верификация и валидация методик (методов) измерений. Система документирования данных в современной аккредитованной лаборатории»	21–24 августа Пятигорск 20–22 сентября СПб/ онлайн
«Обеспечение качества химического анализа и других сложных измерений: терминология, валидация и верификация методов измерений, внутрिलाбораторный контроль качества (с учетом современных требований к аккредитованным лабораториям)»	5–7 сентября, СПб/онлайн
«Коммерческий учет расхода и количества жидких и газообразных сред»	11–15 сентября Сочи
«Внутренний аудит. Практическая реализация требований ГОСТ Р ИСО 19011-2021 «Руководящие указания по проведению аудита систем менеджмента»	11–15 сентября Сочи 22–24 ноября СПб
«Требования ГОСТ ISO/IEC 17025-2019: создание системы управления рисками, анализ со стороны руководства, внутренний аудит»	11–15 сентября Сочи 22–24 ноября СПб
«Анализ со стороны руководства. Риск-ориентированный подход для планирования и внедрения процессов системы менеджмента качества испытательных лабораторий»	11–15 сентября Сочи 22–24 ноября СПб

«Метрологическое обеспечение измерительных систем»	11–15 сентября Сочи
«Метрологическая экспертиза технической документации»	11–15 сентября Сочи
«Практика управления проектами»	18–20 сентября СПб
«Валидация и верификация методик испытаний, обеспечение достоверности результатов испытаний (с учетом современных требований Росаккредитации и ILAC)»	20–22 сентября СПб/ онлайн 22–24 ноября СПб/онлайн
«Повышение энергетической эффективности предприятия, внедрение системы энергоменеджмента ISO 50001:2018»	20–22 сентября СПб/ онлайн
«Внедрение методик в лаборатории с учетом ГОСТ ISO/IEC 17025-2019: выбор, валидация и верификация методик. Прослеживаемость результатов измерений, МСИ. Анализ рисков»	20–22 сентября СПб/ онлайн
«OKR: Управление по целям и ключевым результатам»	21–22 сентября СПб
«Обработка результатов измерений: оценивание характеристик погрешности и неопределенности измерений»	26–28 сентября онлайн
«Метрологическое обеспечение измерений в современной электроэнергетике. (Особенности парка современных средств учета и контроля качества электрической энергии, средств измерений цифровых подстанций и векторных измерений. Методы и средства их испытаний, калибровки и поверки)»	3–6 октября СПб
«Принципы проведения неклинических исследований в соответствии с требованиями надлежащей лабораторной практики GLP»	10–12 октября СПб/онлайн
«Внутренний аудитор системы менеджмента качества по стандарту ГОСТ Р ИСО 19011-2021»	18–20 октября онлайн
«Контроль качества электрической энергии»	25–27 октября СПб/онлайн
«Автоматизированные системы коммерческого учета электрической энергии»	25–27 октября СПб/онлайн
«Калибровка средств измерений в соответствии с требованиями стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025-2019»	8–10 ноября СПб
«Аккредитация метрологической службы юр. лица в области обеспечения единства измерений и признания ее компетентности в проведении работ по поверке средств измерений»	8–10 ноября СПб
«Оценивание неопределенности измерений при выполнении метрологических работ»	8–10 ноября СПб
«Аттестация испытательного оборудования»	8–10 ноября СПб
«Метрологическое обеспечение лабораторий».	8–10 ноября СПб
«Система управления рисками и возможностями в деятельности калибровочной лаборатории»	8–10 ноября СПб
«Метрологическое обеспечение производства»	8–10 ноября СПб
«Метрологический надзор»	8–10 ноября СПб
«Система управления рисками в аккредитованном лице в соответствии с требованиями критериев аккредитации»	15–17 ноября СПб/онлайн
«Менеджер по качеству органа инспекции. Современные требования к органам инспекции в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17020-2012»	20–21 ноября СПб/онлайн
«Метрологическое обеспечение учета газа, нефти и нефтепродуктов»	22–24 ноября СПб

По окончании курсов обучения слушателям выдается удостоверение о повышении квалификации (лицензия № 4014 от 11 ноября 2019 г.).

По Вашему запросу мы вышлем программу по интересующему мероприятию. Возможно проведение любой из предложенных программ в корпоративном формате на предприятии заказчика.



ООО «ЦНТС «ДИАЛОГ»
orgkomitet@cnts-dialog.ru
8 800 25-063-25
(бесплатно по России)

Методы качественного экспресс-анализа лекарственных средств: настоящее и будущее

О. В. Моногарова, к. х. н.¹

УДК 543

Представлен краткий обзор методов, используемых в фармации для качественного экспресс-анализа лекарственных препаратов. Систематизированы методы идентификации действующих веществ в аптечных условиях. Проведено сравнение аналитических возможностей методов, указаны их преимущества и ограничения. Отмечены перспективы развития тест-методов для контроля подлинности лекарственных средств. Особое внимание уделено различным вариантам цветометрии, которые в будущем могут стать одними из основных методов быстрого контроля подлинности лекарственных препаратов и мониторинга их качества.

Ключевые слова: экспресс-анализ, контроль подлинности, тест-методы, лекарственное средство, фармация

Введение

Лекарственное средство (препарат) – вещество или смесь веществ синтетического или природного происхождения в виде определенной лекарственной формы (таблетки, капсулы, растворы, мази и т. п.), применяемые для профилактики, диагностики и лечения заболеваний [1]. Определением качества препаратов и лекарственных средств занимается фармацевтический анализ. В зависимости от поставленных задач он включает различные формы контроля качества лекарств: (1) анализ готовых лекарственных форм и растительного лекарственного сырья, (2) обнаружение токсических веществ, примесей и продуктов разложения в субстанциях и т. п., (3) поэтапный контроль производства лекарственных средств и определение их подлинности в аптечных условиях. В соответствии с требованиями Фармакопеи [2], для решения двух первых задач требуются точные (титриметрия и гравиметрия), высокочувствительные и селективные методы (спектрометрические, хроматографические, электрохимические, биологические). Третью задачу необходимо решать в максимально сжатые сроки, как правило, на местах, например, в аптеках или медицинских

учреждениях. Постоянно возрастающее число производителей лекарственных препаратов, разработка и внедрение в фармацевтическую практику новых лекарственных средств, нарушение условий и сроков хранения продукции, увеличение количества поддельных препаратов приводит к необходимости проведения экспресс-анализа.

Особенности качественного химического экспресс-анализа лекарственных средств

При поэтапном контроле производства, при определении подлинности лекарственных препаратов в аптеках важную роль играет время, затраченное на мониторинг. Экспресс-анализ основан на использовании простых методик при минимальных затратах времени, средств, препаратов и дополнительных реактивов. Применяемые методы должны обладать достаточной точностью, чувствительностью, селективностью при проведении анализа непосредственно в аптеке без изъятия лекарственной формы [3]. Качественный экспресс-анализ осуществляют химическими или физико-химическими методами, как правило, без предварительного отделения действующего вещества при условии, что вспомогательные субстанции и наполнители не мешают

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

идентификации активного компонента. Традиционно идентификацию катионов и анионов проводят с помощью цветных химических реакций на фильтровальной бумаге, в фарфоровых чашках или на предметном стекле. При проверке подлинности препаратов, как правило, выбирают наиболее селективные (лучше, специфические) реакции, часто с образованием флуоресцирующих продуктов или малорастворимых соединений. Иногда качественный анализ выполняют капельным способом (пробирные реакции) с минимальным расходом реагентов (масса пробы – 1–10 мг, объем – 1–5 капель) [3, 4]. В аптечных условиях идентификацию лекарственных веществ в препаратах зачастую проводят микрокристаллоскопически по форме и цвету кристаллов продуктов взаимодействия компонентов с различными реактивами.

При экспресс-анализе мазей, паст, суппозиторий лекарственную форму предварительно обрабатывают подходящим органическим растворителем (чаще всего, спиртом, бензолом, эфиром или хлороформом) для растворения или отделения жировой основы. В ряде случаев лекарственное вещество извлекают растворами кислот или щелочей [5].

При проведении химического качественного анализа лекарств в экспресс-варианте возникают проблемы, связанные с недостаточной селективностью и чувствительностью используемых аналитических реакций. При анализе многокомпонентных лекарственных систем селективность капельных реакций на фильтровальной бумаге повышают за счет различия в скорости диффузии растворенных компонентов препарата. При этом подбирают реагент, образующий с лекарственными веществами смеси окрашенные кольцевые зоны (в зависимости от компонента эти области окрашены по-разному и находятся на разном расстоянии). При обработке цветных участков парами летучих веществ избирательность можно увеличить. Для проведения экспресс-анализа препаратов без предварительного разделения используют реагенты, дающие разные аналитические признаки с лекарственными компонентами: например, с одним веществом реактив образует малорастворимое соединение, а с другим – окрашенное [6]. Если идентификация без разделения невозможна, прибегают к мини-вариантам систематического качественного анализа по кислотно-основной схеме. Довольно часто используют разделение, основанное на различной растворимости лекарственных веществ в воде и некоторых органических растворителях (спирте, бензоле, хлороформе, ацетоне, эфире и т. п.). Однако во всех этих случаях провести экспресс-анализ оказывается весьма

затруднительно, поскольку последовательное разделение веществ в смеси длительный и трудоемкий процесс. Для решения этой проблемы применяют физико-химические методы.

Особенности качественного экспресс-анализа лекарственных средств физико-химическими методами

Наиболее часто для контроля подлинности лекарств в условиях аптеки используют рефрактометрию, поляриметрию, флуориметрию и тонкослойную хроматографию [5–7]. Рефрактометрия – фармакопейный метод контроля подлинности жидких лекарственных субстанций и растворов, основанный на измерении показателя преломления [8, 9]. Как правило, при указанных условиях показатели преломления лежат в пределах от 1,3 до 1,7. Абсолютная погрешность измерения этой величины для лекарственных препаратов не должна превышать $\pm 2 \cdot 10^{-4}$. Поляриметрия – фармакопейный метод контроля чистоты оптически активных веществ для подтверждения подлинности лекарственных препаратов по величине угла оптического вращения плоскости поляризации при прохождении света через раствор аналита [10–12]. Оба метода хорошо подходят для фармацевтического экспресс-анализа различных аптечных препаратов (растворы для инъекций, глазные капли, порошки и т. п.) благодаря простоте техники выполнения, доступности, малым временным затратам и отсутствию необходимости использования больших масс/объемов пробы. Очень часто в аптечных условиях рефрактометрию применяют для идентификации глюкозы [13]. Поляриметрию зачастую используют не только для оценки подлинности, но и чистоты оптически активных фармацевтических препаратов и субстанций. В качестве примера можно привести контроль степени загрязнения оптическими антиподами препарата Леветинола (леветирацетама) и L-карнитина методом поляриметрии [14]. Однако, оба метода обладают невысокой чувствительностью, поэтому оказываются неприменимыми для определения аналитов с содержанием менее 1%. Это обстоятельство затрудняет экспресс-анализ: во многих случаях для его проведения требуется растереть не менее 20 таблеток лекарственного препарата.

С целью повышения чувствительности идентификацию люминесцирующих в оптическом диапазоне лекарственных веществ проводят флуориметрически [15–19], облучая препарат ультрафиолетовым

излучением. В самом простом варианте свечение можно наблюдать, используя УФ-тестер для проверки подлинности банкнот. При внутриаптечном контроле зачастую качественный анализ фармацевтических препаратов проводят по цвету свечения люминофора. Например, кристаллы кофеина и никотината, гиосциамин имеют фиолетовую окраску; папаверина, совкаина, иметина, барбамила, атропина, скополамина – голубую; кодеина, дротаверина, рибофлавина – желтую; резерпина, пиридамола – желто-зеленую [20]. Некоторые лекарственные средства не люминесцируют, но после проведения предварительной реакции с подходящим реагентом их можно определять по флуоресценции продукта-люминофора (например, реакция тетрабората натрия с бензоином; мефенаминовой кислоты с Ce(IV) ; фторида натрия в комплексе алюминия с морином (тушение люминесценции)). Например, некоторые стероиды (дезоксикортикостерон, кортикостерон, альдостерон и т. п.) обладают очень слабой собственной флуоресценцией, однако после обработки концентрированной серной или фосфорной кислотами наблюдается интенсивное свечение.

Для экспресс-идентификации диазолина, дикаина, димедрола, промедола, спазмолитина, эфедрина гидрохлорида в качестве вспомогательных реагентов для проведения люминесцентной реакции применяют сернокислые растворы дихромата калия, молибдата аммония, сульфата церия, хлорамина, нитрита натрия, нингидрина, ванадата

аммония [20]. Для быстрого анализа настоек, экстрактов, отваров флуориметрию сочетают с хроматографическими методами. В этом случае преимущественно проводят разделение компонентов на отдельные зоны методом планарной хроматографии (чаще всего, тонкослойной хроматографии с использованием в качестве неподвижной фазы оксида алюминия или силикагеля), которые впоследствии идентифицируют по окраске люминесцирующих зон в ультрафиолетовом свете. Таким образом проводят качественный экспресс-анализ гликозидов, сапонинов, алкалоидов и т. п. Тонкослойную хроматографию активно применяют при внутриаптечном анализе многокомпонентных лекарственных форм, отдельные зоны на пластинке обрабатывают подходящими селективными или специфическими реагентами и проводят идентификацию [6]. Одним из интересных примеров применения тонкослойной хроматографии для идентификации лекарственного вещества является определение в растительном сырье подофиллотоксина – средства с противовоспалительной, противовирусной и противоопухолевой активностью. В качестве подвижной фазы использовали смесь хлороформ – этанол (23:1). Проявителем служил 50%-ный раствор серной кислоты. Хроматографическую пластинку нагревали в сушильном шкафу в течение 10 мин при температуре 100 °C [21].

Примеры лекарственных веществ, обнаруживаемых традиционными физико-химическими методами, представлены в таблице.

Таблица. Качественный экспресс-анализ лекарственных средств физико-химическими методами

Физико-химический метод анализа	Лекарственное вещество	Преимущества	Недостатки	Ссылки
Рефрактометрия	Бензоат натрия, бромид натрия, сульфат магния, сульфациламид натрия, аскорбиновая кислота, декстроза, глюкоза, амидопирин, новокаин, эфедрин, ванилин, эвкалиптовое и мятное масла	Минимальные затраты лекарственной формы (содержание аналита не менее 5%), простота, доступность, экспрессность	Невысокая точность и низкая чувствительность	[8–10, 13]
Поляриметрия	Адреналина гидротартрат, атропина сульфат, прогестерон, морфин, левомецетин, преднизолон, рибофлавин, аскорбиновая кислота, камфора, винная кислота		Невысокая точность, низкая чувствительность, невысокая селективность, использование значительных количеств вспомогательных реактивов	[2, 11, 14]
Флуориметрия	Витамины, антибиотики, алкалоиды, кодеин, нестероидные противовоспалительные средства, гормональные средства	Высокая чувствительность	Недостаточная селективность и узкий круг определяемых веществ	[15–20]
Планарная хроматография	Сапонины, гликозиды, алкалоиды, дубильные вещества	Достаточная селективность и чувствительность	Невысокая воспроизводимость, низкая эффективность (размывание пятен)	[5–7, 21]

Несмотря на преимущества вышеописанных методов для качественного экспресс-анализа лекарств, проблемы, связанные с их посредственными метрологическими характеристиками, остаются и по сей день. Поэтому традиционные методы постепенно вытесняются альтернативными, которые позволяют проводить быстрый контроль подлинности лекарственных средств с более высокими точностью, чувствительностью и селективностью.

Росздравнадзор планирует внедрение на территории Российской Федерации большого количества экспресс-методов в целях выявления и идентификации недоброкачественных и фальсифицированных лекарственных средств и фармацевтических субстанций. Экспресс-методы должны при значительном снижении затрат на проведение государственного контроля обеспечить увеличение числа контролируемых серий лекарственных средств [22].

Будущее качественного экспресс-анализа лекарств за современными разновидностями тест-методов

Наиболее подходящие варианты для экспресс-анализа лекарственных препаратов – это тест-методы, представляющие собой совокупность способов химического анализа для быстрого обнаружения или определения компонентов в образце с использованием простых приспособлений и методик. Тест-методы позволяют выполнять анализ «на месте» без дорогостоящего оборудования, с визуальной оценкой аналитического сигнала с помощью цветовых шкал. К преимуществам тест-методов следует отнести экспрессность, возможность проведения анализа в режиме реального времени персоналом без специальной подготовки, простоту, доступность и низкую стоимость [23]. В фармацевтическом анализе тест-системы используют для оценки показателей качества лекарственных средств: подлинности, белизны, цветности, а также последующего обнаружения и определения действующих веществ. Аналитический сигнал регистрируют либо визуально (по интенсивности окраски анализируемого раствора, носителя после пропускания через него исследуемой жидкости, по длине окрашенной или обесцвеченной зоны бумажной тест-полоски и т. п.), либо инструментально (флуориметрические, фотометрические, рефрактометрические методы) [6, 24, 25].

Тест-методы с визуальным фиксированием аналитического сигнала, как правило, относятся к предварительным испытаниям лекарственных препаратов

на этапе качественного и полуколичественного анализа. С помощью тест-методов можно проводить быстрый скрининг для выявления фальсифицированных лекарственных средств и внутриаптечный контроль их качества.

Одним из примеров является тест-метод определения подлинности изониазида – действующего вещества противотуберкулезного препарата. Способ основан на образовании окрашенного комплекса изониазида (азотсодержащее органическое соединение) на твердом носителе – силикагеле, модифицированном солью меди [26]. В качестве носителей часто используют тест-пленки. В работе [27] для стрептоцида, аскорбиновой кислоты, новокаина применяют тест-пленки, иммобилизованные ванилином и п-диметиламинобензальдегидом, комплексами железа(III) с дипиридиллом и фенантролином. Сочетание иммунохимических методов с тест-полосками позволило разработать чувствительную систему для экспрессного обнаружения аналгетика морфина иммунохроматографическими тест-полосками [28].

Для быстрого контроля качества лекарств созданы блистерные капельно-таблетные тесты [29]. С блистера снимают защитную герметизирующую фольгу, наносят несколько капель раствора тест-смеси на таблетку и по окраске образующегося соединения судят о наличии нитрат-ионов. Тест-смесь состоит из силикагеля, паранитроанилина, динатриевой соли хромотроповой кислоты, виноградной кислоты, гидрокарбоната калия, порошкообразного цинка и безводной сахарозы. Новый экспресс-тест предназначен для обнаружения дипирона (метамизол натрия) [30]. Авторы работы адаптировали и усовершенствовали известный экспресс-тест идентификации уротропина для обнаружения дипирона. Тест основан на гидролитическом расщеплении аналита в присутствии серной кислоты с выделением формальдегида, который можно обнаружить по реакции с хромотроповой кислотой с образованием окрашенного продукта. Такой простой и недорогой тест-набор можно использовать для быстрой идентификации дипирона в аптеках, а также при проведении мобильного скрининга.

В качестве универсальной подложки для тест-систем на органические лекарственные вещества довольно часто используется индикаторная бумага. Созданы индикаторные бумаги с иммобилизованным нингидрином и п-диметиламинобензальдегидом для тест-обнаружения амоксициллина – полусинтетического аминопенициллина с широким спектром антибактериальной активности [31]. Предложенная тест-система может применяться для оценки

подлинности амоксицилина в фармацевтических формах и лекарственных препаратах. Получены тест-средства на основе иммобилизованного реактива Фелинга для цефелексина – полусинтетического антибиотика, активного в отношении грамположительных и некоторых грамотрицательных бактерий [32]. Тест-система также представляет собой индикаторную бумагу, пропитанную раствором реагента, которая окрашивается в голубой цвет в присутствии цефелексина.

Визуальные тест-системы просты и доступны, подходят для качественного анализа лекарственных форм, содержащих одно действующее вещество. При анализе многокомпонентных фармацевтических препаратов возникает проблема низкой селективности метода. В последнее время активно развивается мультисенсорная цифровая цветометрия, которая основана на использовании нескольких аналитических реакций реагентов с обнаруживаемым или определяемым компонентом с образованием окрашенного продукта [33]. Под молекулярными сенсорами понимают вещества, изменяющие окраску при физико-химическом взаимодействии с аналитом. Предложен перспективный подход к идентификации и определению действующих веществ в лекарственных препаратах с помощью чипа на основе различных молекулярных сенсоров. При проведении нескольких (не более десятка) химических реакций с разными лекарственными веществами наблюдаются небольшие цветовые отличия отклика молекулярного сенсора, что позволяет компенсировать главный недостаток тест-методов – низкую селективность [34–36]. В качестве основы для чипа использовали прозрачные планшеты из полипропилена с плоским дном на 96 ячеек. В строки планшета вносили спиртовые растворы лекарственных веществ, в столбцы – растворы молекулярных сенсоров (метилоранжевый, красный очаровательный, сульфародамин Б и др.). Проводили оптическое сканирование образцов на офисном фотосканере или фотографировали с помощью смартфона, помещенного в специализированное устройство, и выполняли программное преобразование полученного изображения с использованием цветовой модели RGB. В случае разницы светлоты канала образца и интактного раствора, превышающего пороговое значение, данному параметру для вещества присваивали значение 1, в противном случае – 0. Согласно описанной методике, каждому исследуемому веществу присваивали 24-битный код, который может быть преобразован в уникальный штрихкод, позволяющий идентифицировать препараты. Метод предлагается использовать для

предварительного выявления недоброкачественных лекарственных средств (всего идентифицировано 44 препарата), экспресс-идентификации действующих веществ (в первую очередь, нестероидных противовоспалительных средств) в лекарственных препаратах, благодаря созданию уникального штрихкода [34–37].

Цифровой цветометрический анализ с использованием сенсоров позволяет получить большой объем информации об образце, но слишком большое число данных очень сложно интерпретировать и использовать для экспрессной оценки состава фармацевтического образца. Возможен вариант сокращения массива данных до бинарного штрихкода для его лучшей воспроизводимости и уникальности. Однако при формировании штрихкода не учитывается, что данные от разных сенсоров несут разную информационную нагрузку. Для сокращения размерности и уменьшения влияния уровня шума предложено применение хемометрических алгоритмов, в частности, способа главных компонент [37].

Для дискриминации лекарственных веществ при идентификации созданы цветометрические и флуориметрические сенсоры на основе карбоцианина [38]. Разработан простой и быстрый способ получения оптического отклика от широкого спектра низкомолекулярных органических соединений. Предложена цветометрическая и флуориметрическая система с использованием карбоцианиновых красителей. Реакционную смесь в 96-луночном планшете фотографировали в видимом свете (цветометрия) и в ближней ИК-области при возбуждении красным светом (флуориметрия). Продемонстрирована возможность различения девяти лекарственных соединений с помощью метода главных компонент: четырех цефалоспоринов (цефтриаксон, цефазолин, цефтазидим, цефотаксим), трех фенотиазинов (прометазин, промазин, хлорпромазин) и двух пенициллинов. бензилпенициллин, ампициллин) в водном растворе. Предлагаемый подход позволяет просто и быстро распознавать лекарственные вещества различной природы без спектрального оборудования.

Сегодня для оценки белизны порошков и таблетированных лекарственных средств Государственная фармакопея также предлагает использовать цифровую цветометрическую методику с применением офисного планшетного сканера или камеры смартфона [2, 39]. Метод подходит для контроля качества готовой фармацевтической продукции, экспресс-анализа в аптеках, на его основе могут быть изготовлены фармакопейные экспресс-тесты [40]. Напротив, соответствующие тесты проведены для водных

растворов аминокислот, некоторых лекарственных препаратов (эуфиллин, ампициллин, доксициклин, анальгин, салициловая кислота и др.). Разработана методика обнаружения флавоноидов в таблетках, содержащих рутин, с помощью анализа цифровых изображений, полученных на сканере. Методика (исследование структуры и окраски таблеток) дает возможность идентифицировать таблетки с одним действующим веществом от разных производителей, предупреждать фальсификацию без химического анализа [41]. Аналогичный подход может быть применен для оценки цветности жидких лекарственных препаратов. Этот способ также рекомендован Государственной Фармакопеей [2]. Он устраняет субъективность визуальной оценки, ограничивающую использование классических тест-методов.

Для экспресс-анализа препаратов на основе флуоресцирующих лекарственных веществ можно использовать простое недорогое портативное устройство – калибратор мониторов [42, 43]. Прибор можно с успехом применять для быстрого и доступного анализа биологически-активных соединений, например сульфаниламидов – антибактериальных препаратов, широко используемых в медицине и ветеринарии [43].

Для оценки качества лекарственных препаратов в аналитическую практику активно внедряются экспресс-методы, основанные на использовании простых и доступных электрохимических сенсоров. Одним из примеров таких сенсоров является наноккомпозит f-MWCNTs-хитозан-Co. Предложенный датчик демонстрирует высокую селективность по отношению к парацетамолу, с его помощью можно идентифицировать парацетамол в препаратах [44]. Разработаны электрохимические сенсоры для диазепамы, ибупрофена, омепразола, ацетаминофена на основе модифицированных углеродных нанотрубок [45–47]. Пока электрохимические датчики применяют, в основном, для определения действующих веществ в лекарствах, однако многие из предложенных систем можно использовать и для идентификации аналитов в фармацевтических объектах при отсутствии мешающего влияния со стороны электроактивных компонентов [45].

Заключение

Таким образом, сегодня и в ближайшей перспективе наблюдается тенденция к широкому распространению современных разновидностей тест-методов для экспресс-анализа лекарственных средств, выявления фальсифицированной фармацевтической

продукции, внутриаптечному контролю качества препаратов. На данный момент эта группа методов еще недостаточно активно внедрена в фармацевтический анализ, но многочисленные научные исследования с апробацией на лекарственных средствах позволят в самом ближайшем будущем сделать различные варианты цветометрии одними из основных методов быстрого контроля подлинности лекарственных препаратов и мониторинга их качества.

Литература

1. *Лекарственные средства*. Малая медицинская энциклопедия. М.: Медицинская энциклопедия, 1991–1996.
2. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIII издание. 2015.
3. Мельникова Н. Б., Жильцова О. Е., Большакова А. Е. *Методики экспресс-анализа лекарственных средств, изготавливаемых в аптеках*. Учебное пособие. Нижний Новгород: Издательство «ПИМУ», 2018. 108 с.
4. Беликов В. Г. *Фармацевтическая химия*. В двух частях. Ч. 1. *Общая фармацевтическая химия*. М.: Высшая школа, 1993. 432 с.
5. Ермилова Е. В., Кадырова Т. В., Дудко В. В. *Анализ лекарственных средств аптечного и заводского производства*. Учебное пособие. Томск: СибГМУ, 2010. 201 с.
6. Андреева Т. И., Терентьева С. В. *Анализ лекарственных форм аптечного и заводского производства*. Учебное пособие. Томск, 2001. 151 с.
7. Кулешова М. И., Гусева Л. Н., Сивицкая О. К. *Анализ лекарственных форм, изготавливаемых в аптеках*. Пособие, второе издание, переработанное и дополненное. М.: Медицина, 1989. 288 с.
8. Дзидзоева М. И. Использование метода рефрактометрии в фармацевтическом анализе на примере раствора глюкозы. *Тенденции развития науки и образования*. 2023; 93(7): 84–86.
9. Касаткин И. А., Слепова О. А., Слепова Н. В. Применение рефрактометрии во внутриаптечном контроле качества лекарственных средств. *Вестник Пермской государственной фармацевтической академии*. Пермь. 2021; 151–153.
10. Глазырина Ю. А., Сараева С. Ю., Козицына А. Н., Герасимова Е. Л., Матерн А. И. *Оптические методы в фармацевтическом анализе: лабораторный практикум*. Екатеринбург, 2015. 96 с.
11. Карлов В. А., Булычев А. Г. Определение оптической чистоты лекарственных средств методом поляриметрии. *Молодой ученый*. 2022; 21(416): 119–123.
12. Прохода Е. Ф., Голубицкий Г. Б., Воинов А. П., Иванов В. В., Корнеева Н. В. Аналитический контроль в акционерном обществе «ФАРМСТАНДАРТ-ЛЕКСРЕДСТВА». *Журнал аналитической химии*. 2014; 69(10): 1119–1120.
13. Быконя Д. И., Исаева Р. Г., Кулешова Е. С. Анализ жидких лекарственных форм методом рефрактометрии, содержащих одно лекарственное вещество (на примере глюкозы). *Инновация в современной науке*. 2019; 140–142.
14. Болотникова А. А., Утемурадова К., Тишина Е. А. Поляриметрический метод в фармацевтическом анализе. *Экология и здоровье человека*. 2022; 7–12.
15. Зюзькова Ю. Г., Прокопьев В. Э., Удуд В. В., Воробьева Л. Г., Каркищенко Н. Н. Возможности флуоресцентного (спектрального) экспресс-анализа твердых лекарственных форм. *Биомедицина*. 2012; 4: 38–44.
16. Рязанова А. П. Флуориметрическое определение фолиевой кислоты в лекарственных препаратах. *Бюллетень медицинских интернет-конференций*. 2019; 9(2): 81.
17. Немихин В. В., Качин С. В., Кутяков В. А., Сагалаков С. А. Исследования спектроскопических свойств кодеина для его определения в лекарственных препаратах и биологических объектах методами люминесценции и спектрометрии диффузного отражения. *Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований*. 2019; 11: 126–130.

18. Горелик В. С., Пятыхшев А. Ю. Применение фотOLUMИнесцентного анализа для контроля фармацевтических препаратов. *Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Сер. Естественные науки.* 2012; 2: 12-15.
19. Андреев А. И., Кокин С. М., Пауткина А. В., Харитонов Ю. Н. Люминесцентный анализ как один из инструментов спектрометрического контроля качества. *Качество и жизнь.* 2022; 1(33):46-51.
20. Илларионова Е. А., Сыроватский И. П. Метод флуориметрии. Применение в фармацевтическом анализе. Учебное пособие. Иркутск: ИГМУ, 2017. 41 с.
21. Мурадханов Р. Р., Мезенова Т. Д., Дмитриев А. Б., Коновалов Д. А., Меликова Д. Н. Определение подофиллотоксина методом планарной хроматографии. *Разработка, исследование и маркетинг новой фармацевтической продукции.* 2011; 66:428-230.
22. Косенко В. В. Деятельность Росздравнадзора по обеспечению качества лекарственных средств. *Вестник Росздравнадзора.* 2009; 3:4-13.
23. Черноусова О. В., Рудаков О. Б. Цифровые изображения в аналитической химии для количественного и качественного анализа. *Химия, физика и механика материалов.* 2019; 2(21):55-125.
24. Жерносек А. К., Аваряскина И. В. Использование тест-методов в фармацевтическом анализе (обзор литературы). *Вестник фармации.* 2009; 44(2): 102-107.
25. Кондаков С. Э., Мельников М. Я., Федоренко К. Г., Прокопцева О. С. Методологические подходы к созданию лекарственных препаратов. Быстрый скрининг с использованием универсальных биосенсоров на этапе разработки лекарственных средств. *Российский химический журнал.* 2010; 54(6):60-69.
26. Зрелова Л. В., Беляева Е. И., Марченко Д. Ю., Иванова Е. А., Санджиева Е. А., Дедов А. Г. Тест-методы определения изоиазида. *Сборник тезисов докладов VII Международной конференции Российского химического общества имени Д.И. Менделеева,* 2015. С. 56.
27. Loginova L. P. Test-films for test-determinations on the base of reagents, immobilized gelatinous gel. *Talanta.* 2008; 77(2): 915-923.
28. Хан О. Ю., Гнып К. С., Еремин С. А. Экспрессное определение анальгетика морфина методом поляризационного флуоресцентного иммуноанализа и иммунохроматографическими тест-полосками. *Вестник медицинского стоматологического института.* 2013; 27(4): 14-18.
29. Князев Д. А., Иванов М. М., Самохвалов С. Г., Золотов В. А., Маркина В. М., Князев В. Д. Блистерные капельно-таблетные тесты на нитраты и нитриты. *Журнал аналитической химии.* 2002; 57(1):85-92.
30. Pezza L., Tubino M., Melios C. B., Pezza L. R. Rapid spot test analysis for the detection of dipyrone in pharmaceutical preparations. *Analytical Sciences.* 2000; 16(3):313-315.
31. Марахаева А. В., Косырева И. В. Тест-определение амоксициллина в лекарственных препаратах. *Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: химия, биология, экология.* 2019; 19(2):146-151.
32. Тумская А. В., Косырева И. В. Экспресс-определение цефалексина. *Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: химия, биология, экология.* 2021; 21(3):260-266.
33. Моногарова О. В., Осолок К. В., Апяри В. В. Цветометрия в химическом анализе. *Журнал аналитической химии.* 2018; 73(11): 857-867.
34. Monogarova O. V., Chaplenko A. A., Oskolok K. V. Multisensory digital colorimetry to identify and determination of active substances in drugs. *Sensors and Actuators, B: Chemical.* 2019; 299.
35. Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В. Мультисенсорный цветометрический анализ препаратов дидрогестерона, троксерутина и адематюнина с использованием штрих-кодов. *Фармация и фармакология.* 2021; 9(1):64-72.
36. Моногарова О. В., Чапленко А. А., Осолок К. В. Идентификация и определение левометицина в лекарственных препаратах методом мультисенсорной цифровой цветометрии. *Вестник Московского университета. Серия 2: Химия.* 2020; 60(1):3-10.
37. Чапленко А. А., Моногарова О. В., Осолок К. В. Идентификация нестероидных противовоспалительных средств методом цифровой цветометрии с применением способа главных компонент. *Разработка и регистрация лекарственных средств.* 2020; 9(1):55-59.
38. Shik A. V., Stepanova I. A., Doroshenko I. A., Podrugina T. A., Beklemishev M. K. Carbocyanine-based fluorescent and colorimetric sensor array for the discrimination of medicinal compounds. *Chemosensors.* 2022; 10(2): 88-103.
39. Амелин В. Г., Шаока З. А. Ч., Большаков Д. С., Третьяков А. В. Цифровая цветометрия индикаторных тест-систем с использованием смартфона и хемометрического анализа при определении хинолонов в лекарственных препаратах. *Журнал прикладной спектроскопии.* 2022; 89(1): 84-93.
40. Байдичева О. В., Рудакова Л. В., Рудаков О. Б. Применение цифровых технологий в цветных тестах биологически активных веществ. *Бутлеровские сообщения.* 2008; 13(2):50-61.
41. Бузук Г. Н., Кузьмичева Н. А. Цветометрический и денситометрический методы анализа в стандартизации таблеток «Аскорутин» и «Рутаскорбин». *Вестник фармации.* 2011; 3(53):12-18.
42. Gorbunova M. V., Safronova A. S., Vasileva A. A., Spitsyna K. S., Apyri V. V., Dmitrienko S. G. Sulfonamide drugs: Lost cost spectrofluorimetric determination using a computer monitor calibrator for detection. *Talanta.* 2023; 124383.
43. Горбунова М. В., Терентьев Т. А., Апяри В. В., Дмитриенко С. Г., Золотов Ю. А. Калибратор мониторов как альтернатива спектрофлуориметру. Определение хинина в напитках и лекарственных препаратах. *Журнал аналитической химии.* 2023; 78(3): 223-230.
44. Akhtera S., Basirulina W., Aliasa Y., Johanb M., Bagherid S., Shalauddinb M., Ladane M., Anuar M. Enhanced amperometric detection of paracetamol by immobilized cobalt ion on functionalized MWCNTs-Chitosan thin film. *Analytical Biochemistry.* 2018; 551:29-36.
45. Shaw L., Dennany L. Applications of electrochemical sensors: Forensic drug analysis. *Current opinion in electrochemistry.* 2017; 3:23-28.
46. Шумянцева В. В., Булко Т. В., Королева П. И. Методы анализа лекарственных препаратов. *Biomedical Chemistry: Research and Methods.* 2019; 2(4):1-7.
47. Rahimi-Nasrabadi M., Khoshroo A., Mazloun-Ardakani M. Electrochemical determination of diazepam in real samples based on fullerene-functionalized carbon nanotubes/ionic liquid nanocomposite. *Sensors and Actuators, B: Chemical.* 2017; 240:125-131.

References

1. Medicines. Small medical encyclopedia. M.: Medicinskaya Encyclopedia publ. 1991-1996. (in Russ.)
2. The State Pharmacopoeia of the Russian Federation. XIII edition. 2015. (in Russ.)
3. Melnikova N. B., Zhiltsova O. E., Bolshakova A. E. *Methods for express analysis of drugs manufactured in pharmacies. Tutorial.* Nizhny Novgorod: Izdatelstvo PIMU publ. 2018. 108 p. (in Russ.)
4. Belikov V. G. *Pharmaceutical chemistry. In two parts. Part 1. General pharmaceutical chemistry.* Moscow, Vysshaya shkola publ. 1993. 432 p. (in Russ.)
5. Ermilova E. V., Kadyrova T. V., Dudko V. V. *Analysis of medicines of pharmacy and factory production. Tutorial.* Tomsk, SibGMU. 2010. 201 p. (in Russ.)
6. Andreeva T. I., Terentieva S. V. *Analysis of dosage forms of pharmacy and factory production. Tutorial.* Tomsk. 2001. 151 p. (in Russ.)
7. Kuleshova M. I., Guseva L. N., Sivitskaya O. K. *Analysis of dosage forms manufactured in pharmacies. Manual, second edition, revised and enlarged.* Moscow, Medicina publ. 1989. 288 p. (in Russ.)
8. Dzdiozova M. I. The use of the refractometry method in pharmaceutical analysis using the example of a glucose solution. *Tendencii razvitiya nauki i obrazovaniya = Trends in the development of science and education.* 2023; 93(7): 84-86. (in Russ.)
9. Kasatkin I. A., Slepova O. A., Slepova N. V. The use of refractometry in intra-pharmacy quality control of medicines. *Vestnik Permskoj gosudarstvennoj farmacevticheskoj akademii = Bulletin of the Perm State Pharmaceutical Academy.* Perm'. 2021; 151-153. (in Russ.)
10. Glazyrina Yu. A., Saraeva S. Yu., Kozitsyna A. N., Gerasimova E. L., Matern A. I. *Optical methods in pharmaceutical analysis: laboratory workshop.* Ekaterinburg. 2015. 96 p. (in Russ.)

11. Karlov V. A., Bulychev A. G. Determination of the optical purity of drugs by polarimetry. *Molodoy uchyonyj = Young scientist*. 2022; 21(416): 119–123. (in Russ.).
12. Prokhoda E. F., Golubitskiy G. B., Voinov A. P., Ivanov V. V., Korneeva N. V. Analytical control in the joint-stock company "PHARMSTANDART-LEKSREDSTVA". *Journal of Analytical Chemistry*. 2014; 69(10): 1119–1120. (in Russ.).
13. Bykonya D. I., Isaeva R. G., Kuleshova E. S. Analysis of liquid dosage forms containing one medicinal substance (using glucose as an example) by refractometry. *Innovatsiya v sovremennoi nauke = Innovation in modern science*. 2019; 140–142. (in Russ.).
14. Bolotnikova A. A., Utemuradova K., Tishina E. A. Polarimetric method in pharmaceutical analysis. *Ekologiya i zdorov'e cheloveka = Ecology and human health*. 2022; 7–12. (in Russ.).
15. Zyuzkova Yu. G., Prokopiev V. E., Udut V. V., Borobieva L. G., Karkishchenko N. N. Possibilities of fluorescent (spectral) express analysis of solid dosage forms. *Biomedicina = Biomedicine*. 2012; 4: 38–44. (in Russ.).
16. Ryazanova A. P. Fluorimetric determination of folic acid in drugs. *Byulleten' medicinskikh internet-konferencii = Bulletin of medical internet conferences*. 2019; 9(2): 81. (in Russ.).
17. Nemikhin V. V., Kachin S. V., Kutyakov V. A., Sagalakov S. A. Studies of the spectroscopic properties of codeine for its determination in drugs and biological objects by luminescence and diffuse reflection spectrometry methods. *International Journal of Applied and Basic Research*. 2019; 11: 126–130. (in Russ.).
18. Gorelik V. S., Pyatyshev A. Yu. Application of photoluminescent analysis for the control of pharmaceuticals. *Vestnik MGTU im. N. E. Baumana. Ser. Estestvennye nauki = Bulletin of N. E. Bauman MSTU. Ser. Natural Sciences*. 2012; 2: 12–15. (in Russ.).
19. Andreev A. I., Kokin S. M., Pautkina A. V., Kharitonov Yu. N. Luminescent analysis as one of the tools of spectrometric quality control. *Kachestvo i zhizn' = Quality and life*. 2022; 1(33):46–51. (in Russ.).
20. Illarionova E. A., Syrovatskiy I. P. Fluorimetry method. *Application in pharmaceutical analysis. Tutorial*. Irkutsk, IGMU publ. 2017. 41 p. (in Russ.).
21. Muradkhanov R. R., Mezenova T. D., Dmitriev A. B., Kononov D. A., Melikova D. N. Determination of podophyllotoxin by planar chromatography. *Razrabotka, issledovanie i marketing novoi farmaceuticheskoi produktsii = Development, research and marketing of new pharmaceutical products*. 2011; 66:428–230. (in Russ.).
22. Kosenko V. V. Activities of Roszdravnadzor to ensure the quality of drugs. *Vestnik Roszdravnadzora = Bulletin of Roszdravnadzor*. 2009; 3:4–13. (in Russ.).
23. Chernousova O. V., Rudakov O. B. Digital imaging in analytical chemistry for quantitative and qualitative analysis. *Khimiya, fizika i mekhanika materialov = Chemistry, physics and mechanics of materials*. 2019; 2(21):55–125. (in Russ.).
24. Zhernosek A. K., Avaryaskina I. V. Use of test methods in pharmaceutical analysis (literature review). *Vestnik farmatsii = Bulletin of Pharmacy*. 2009; 44(2): 102–107. (in Russ.).
25. Kondakov S. E., Melnikov M. Ya., Fedorenko K. G., Prokoptseva O. S. Methodological approaches to the creation of drugs. Rapid screening using universal biosensors at the stage of drug development. *Rossiyskii khimicheskii zhurnal = Russian Chemical Journal*. 2010; 54(6):60–69. (in Russ.).
26. Zrelova L. V., Belyaeva E. I., Marchenko D. Yu., Ivanova E. A., Sandzhieva E. A., Dedov A. G. Test methods for the determination of isoniazid. *Sbornik tezisev dokladov VII Mezhdunarodnoi konferentsii Rossiyskogo khimicheskogo obshchestva imeni D. I. Mendeleeva*, 2015. P. 56. (in Russ.).
27. Loginova L. P. Test-films for test-determinations on the base of reagents, immobilized gelatinous gel. *Talanta*. 2008; 77(2): 915–923.
28. Khan O. Yu., Gnyp K. S., Eremin S. A. Rapid determination of the analgesic morphine by polarization fluorescent immunoassay and immunochromatographic test strips. *Vestnik medicinskogo stomatologicheskogo institute = Bulletin of the Medical Dental Institute*. 2013; 27(4): 14–18. (in Russ.).
29. Knyazev D. A., Ivanov M. M., Samokhvalov S. G., Zolotov V. A., Markina V. M., Knyazev V. D. Blister drip-tablet tests for nitrates and nitrites. *Journal of Analytical Chemistry*. 2002; 57(1):85–92. (in Russ.).
30. Pezza L., Tubino M., Melios C. B., Pezza L. R. Rapid spot test analysis for the detection of dipyrone in pharmaceutical preparations. *Analytical Sciences*. 2000; 16(3):313–315.
31. Marakaeva A. V., Kosyreva I. V. Test determination of amoxicillin in drugs. *Izvestiya Saratovskogo universiteta. Novaya seriya. Seriya: khimiya, biologiya, ekologiya = News of the Saratov University. New episode. Series: chemistry, biology, ecology*. 2019; 19(2):146–151. (in Russ.).
32. Tumskaya A. V., Kosyreva I. V. Express determination of cephalexin. *Izvestiya Saratovskogo universiteta. Novaya seriya. Seriya: khimiya, biologiya, ekologiya = News of the Saratov University. New episode. Series: chemistry, biology, ecology*. 2021; 21(3):260–266. (in Russ.).
33. Monogarova O. V., Oskolok K. V., Apyari V. V. Colorimetry in chemical analysis. *Journal of Analytical Chemistry*. 2018; 73(11): 857–867. (in Russ.).
34. Monogarova O. V., Chaplenko A. A., Oskolok K. V. Multisensory digital colorimetry to identify and determination of active substances in drugs. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. 2019; 299.
35. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V. Multisensor colorimetric analysis of dydrogesterone, troxerutin and ademethionine preparations using barcodes. *Farmatsiya i farmakologiya = Pharmacy and pharmacology*. 2021; 9(1):64–72. (in Russ.).
36. Monogarova O. V., Chaplenko A. A., Oskolok K. V. Identification and determination of chloramphenicol in medicinal products by multisensor digital colorimetry. *Vestnik Moskovskogo universiteta. Seriya 2: Khimiya = Moscow University Chemistry Bulletin. Series 2: Chemistry*. 2020; 60(1):3–10. (in Russ.).
37. Chaplenko A. A., Monogarova O. V., Oskolok K. V. Identification of non-steroidal anti-inflammatory drugs by digital colorimetry using the method of principal components. *Razrabotka i registratsiya lekarstvennykh sredstv = Development and registration of medicines*. 2020; 9(1):55–59. (in Russ.).
38. Shik A. V., Stepanova I. A., Doroshenko I. A., Podrugina T. A., Beklemishev M. K. Carbocyanine-based fluorescent and colorimetric sensor array for the discrimination of medicinal compounds. *Chemosensors*. 2022; 10(2): 88–103.
39. Amelin V. G., Shaoka Z. A. Ch., Bolshakov D. S., Tretyakov A. V. Digital colorimetry of indicator test systems using a smartphone and chemometric analysis in the determination of quinolones in drugs. *Journal of Applied Spectroscopy*. 2022; 89(1): 84–93. (in Russ.).
40. Baydicheva O. V., Rudakova L. V., Rudakov O. B. Application of digital technologies in color tests of biologically active substances. *Butlerovskie soobshcheniya = Butlerov messages*. 2008; 13(2):50–61. (in Russ.).
41. Buzuk G. N., Kuzmicheva N. A. Colorimetric and densitometric methods of analysis in the standardization of Ascorutin and Rutascorbin tablets. *Vestnik farmatsii – Bulletin of Pharmacy*. 2011; 3(53):12–18. (in Russ.).
42. Gorbunova M. V., Safronova A. S., Vasileva A. A., Spitsyna K. S., Apyri V. V., Dmitrienko S. G. Sulfonamide drugs: Lost cost spectrofluorimetric determination using a computer monitor calibrator for detection. *Talanta*. 2023; 124383.
43. Gorbunova M. V., Terntev T. A., Apyari V. V., Dmitrienko S. G., Zolotov Yu. A. Monitor calibrator as an alternative to spectrofluorimeter: determination of quinine in beverages and medicinal preparations. *Journal of Analytical Chemistry*. 2023; 78(3): 223–230. (in Russ.).
44. Akhtera S., Basirilina W., Aliasa Y., Johanb M., Bagherid S., Shalauddinb M., Ladane M., Anuar M. Enhanced amperometric detection of paracetamol by immobilized cobalt ion on functionalized MWCNTs-Chitosan thin film. *Analytical Biochemistry*. 2018; 551:29–36.
45. Shaw L., Dennany L. Applications of electrochemical sensors: Forensic drug analysis. *Current opinion in electrochemistry*. 2017; 3:23–28.
46. Shumyantseva V. V., Bulko T. V., Koroleva P. I. Methods for the analysis of drugs. *Biomedical Chemistry: Research and Methods*. 2019; 2(4):1–7.
47. Rahimi-Nasrabadi M., Khoshroo A., Mazloum-Ardakani M. Electrochemical determination of diazepam in real samples based on fullerene-functionalized carbon nanotubes/ionic liquid nanocomposite. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. 2017; 240:125–131.

Статья поступила в редакцию 05.05.2023
Принята к публикации 13.06.2023

Исследование образования газов в диэлектрических жидкостях

М. Н. Лютикова, к. х. н.^{1, 2}, А. В. Ридель, к. т. н.¹, С. И. Сотников³

УДК 621.315.615:543.544.3

Контроль образования газов в жидких диэлектриках в процессе их эксплуатации в высоковольтных трансформаторах имеет огромное практическое значение в диагностике состояния внутренней изоляции маслонаполненного оборудования. По составу газовой смеси и динамике роста концентраций определенных газов можно получить ценную информацию о появлении и возможном характере дефекта внутри оборудования. Имеющиеся методики определения газов предназначены для мониторинга состояния электрооборудования, наполненного трансформаторным маслом, изготовленным на основе нефти. Между тем мировая электроэнергетика постепенно переходит на такие альтернативные жидкости, как натуральные и синтетические сложные эфиры, а также смеси этих эфиров с трансформаторным маслом. Сложноэфирные диэлектрические жидкости обладают высокой биоразлагаемостью, огнестойкостью, повышенной растворимостью воды без снижения электроизоляционных свойств. Они безопасны для окружающей среды и относятся к возобновляемым ресурсам. Их применение в высоковольтном оборудовании требует разработки методик контроля. В работе приведены результаты исследования образования газов под влиянием электрических разрядов в синтетической сложноэфирной жидкости, а также смесях трансформаторного масла с содержанием эфира от 5% до 30% по объему. Растворенные в жидкостях газы определяли на газовом хроматографе по новой методике, которая, в отличие от стандартной, позволяет определять не только водород – H_2 , метан – CH_4 , ацетилен – C_2H_2 , этилен – C_2H_4 , этан – C_2H_6 , оксид углерода – CO , диоксид углерода – CO_2 , кислород – O_2 , азот – N_2 , но и газы состава C_3 (пропан – C_3H_8 , пропилен – C_3H_6 , пропин – C_3H_4) и C_4 (н-бутан – C_4H_{10} , бутен-1 – C_4H_8).

Ключевые слова: изоляционное минеральное масло, сложноэфирная диэлектрическая жидкость, эфиромасляные смеси, газовая хроматография, образование горючих газов, сумма углеводородных газов

Введение

В действующем высоковольтном трансформаторе основным фактором, определяющим износ изоляции под напряжением, является напряженность электрического поля. При высокой напряженности

в изоляции в местах с пониженной электрической прочностью возникают частичные разряды (ЧР). Известно, что из всех видов диэлектриков (твердых, жидких и газообразных) газы обладают самой низкой диэлектрической проницаемостью и малым пробивным напряжением. Поэтому слабыми местами в бумажно-масляной изоляции являются пузырьки газов [1–3].

От действия ЧР страдает, прежде всего, жидкая изоляция. Частичные разряды инициируют образование радикалов и химические реакции с их участием. Длительное воздействие ЧР ведет

¹ Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия.

² m.lyutikova@mail.ru.

³ Филиал ПАО «Россети» – Ямало-Ненецкое ПМЭС, Ноябрьск, Россия.

к загрязнению изоляционной жидкости с увеличением проводимости и диэлектрических потерь за счет образования шлама и так называемого X-воска. Увеличение интенсивности ЧР приводит к образованию газовой фазы за счет быстрого выделения газообразных продуктов разложения жидкого диэлектрика. Появление газовых пузырей (которые не успели раствориться в жидкости) под действием ЧР или других более интенсивных электрических разрядов приводит к снижению напряженности и переходу ЧР в критическую форму [4-8]. Поскольку образование газов в изоляционной жидкости под воздействием ЧР представляет определенную опасность для нормальной эксплуатации высоковольтного оборудования, изучению этого процесса следует уделить особое внимание.

На сегодняшний день, жидким диэлектриком, который массово используется в качестве изоляционной и теплоотводящей среды в электрооборудовании остается трансформаторное масло. За 130 лет применения масла специалистами разработано огромное число методик измерения показателей и диагностирования состояния изоляции по номенклатуре

и значениям этих показателей [9-12]. Однако мировая электроэнергетика, преследуя экологические цели, все больше двигается в сторону применения таких альтернативных жидкостей, как биоразлагаемые натуральные и синтетические эфиры, а также смеси на их основе [13].

В отличие от трансформаторного масла, имеется ограниченное число публикаций о газообразовании, протекающем под влиянием разрядных процессов, в сложноэфирных жидкостях, в том числе синтетических сложных эфирах [14, 15]. Данные об этих процессах в эфиромасляных смесях вообще отсутствуют. Поэтому исследование образования газов в сложноэфирной диэлектрической жидкости и эфиромасляных смесях под воздействием разрядов является весьма актуальным.

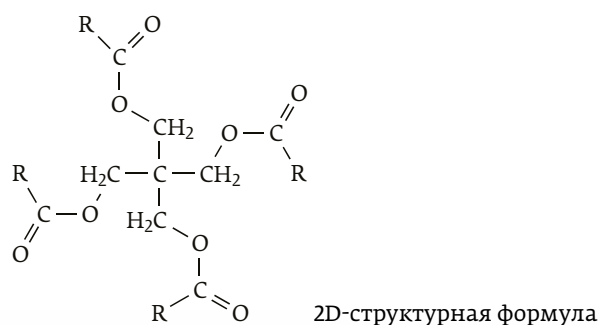
Целью настоящего исследования является определение состава газовой смеси, образующейся под влиянием разрядных процессов, в синтетической сложноэфирной жидкости и эфиромасляных смесях, с применением методики, основанной на газохроматографическом разделении и количественном определении смеси газов: водород - H_2 , метан - CH_4 , ацетилен - C_2H_2 , этилен - C_2H_4 , этан - C_2H_6 , оксид углерода - CO , диоксид углерода - CO_2 , кислород - O_2 , азот - N_2 , пропан - C_3H_8 , пропилен - C_3H_6 , пропин - C_3H_4 , н-бутан - C_4H_{10} , бутен-1 - C_4H_8 [16].

Объекты и методика проведения исследования

Объекты анализа

На хроматографический анализ растворенных газов (ХАРГ) поступили пробы изоляционных жидкостей (масло ТКп, синтетический сложный эфир Midel 7131, а также их смеси) до и после воздействия разрядных процессов.

В отличие от других марок масел, широко применяемых в электрооборудовании - ГК (парафиновое), ВГ (парафиновое), Nuro 11GX (нафтенное) и др., масло ТКп обладает повышенным содержанием ароматических углеводородов (более 15%). В силу этого масло ТКп характеризуется повышенной способностью образовывать осадки при длительном его окислении, что является крайне нежелательным явлением для надежной работы электрооборудования. Синтетический эфир Midel 7131 представляет собой сложный эфир четырехатомного спирта - пентаэритрита и карбоновых кислот (рис. 1) [17, 18]. Точный химический состав синтетического эфира является коммерческой тайной и не распространяется разработчиками компании M&I Materials Ltd. (Великобритания). Известно лишь, что число атомов углерода



$$R = C5 \div C22$$

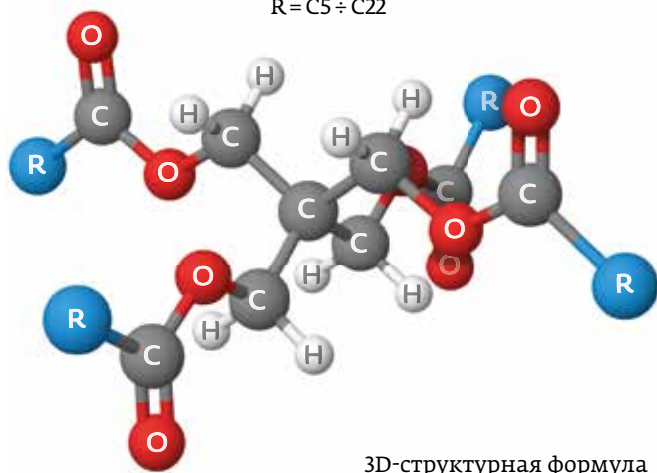


Рис. 1. Пример химической структуры молекулы синтетического эфира (пентаэритрита и карбоновых кислот)

в карбоксильном радикале может составлять от C_5 до C_{22} , а структура этих радикалов может быть, как линейной, так и изомерной. Кроме того, все четыре сложноэфирные связи пентаэритрита содержат одни и те же жирные кислоты. Средняя молекулярная масса сложного эфира – порядка 678 г/моль [17, 18].

Как показали, предыдущие исследования [19, 20], добавление синтетического эфира к маслу ТКп приводит к улучшению его некоторых эксплуатационных характеристик: растворимость воды, температура вспышки, стабильность против окисления, пробивное напряжение. При добавлении эфира к маслу (в количестве более 10% по объему) значительно снижается вероятность образования хлопьевидного осадка, а также уменьшается коррозионная активность масла ТКп. Все это способствует надежной и продолжительной работе изоляционной системы любого высоковольтного трансформатора.

Подготовка проб

Трансформаторное масло марки ТКп перед приготовлением смесей подвергалось очистке от воды (фильтрование через кассету с силикагелем марки КСКГ и цеолитом марки NaA), механических примесей (фильтрование через бумажный фильтр с размером пор 5–8 мкм), растворенных газов (вакуумирование). Контроль содержания воды, механических примесей, растворенных газов осуществляли по методикам [16, 21, 22]. Посредством перечисленных методов очистки масла были достигнуты минимальные значения показателей, в частности, содержание воды составило $W = 3$ г/т, класс промышленной чистоты – КПЧ=4. Синтетическая сложноэфирная жидкость Midel 7131 поставляется в герметичных канистрах под вакуумом. Содержание воды в эфирной жидкости не превысило 10 г/т. Значения концентраций диагностируемых газов, как в масле, так и сложноэфирной

жидкости были близки к пределам обнаружения определяемых в диэлектрических жидкостях газов (H_2 – не выше 5 ppm; CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6 – не выше 1 ppm; CO , CO_2 – не выше 20 ppm; O_2 , N_2 – не выше 500 ppm; C_3H_8 , C_3H_6 , C_3H_4 , C_4H_{10} , C_4H_8 – не выше 10 ppm).

После подготовки масла ТКп производилось его смешивание с синтетической сложноэфирной жидкостью Midel 7131 в определенном объемном соотношении (табл. 1).

Объяснение выбора приготовленных смесей следующее. В работах [19, 20] было показано, что смеси трансформаторного масла с содержанием синтетического эфира 10, 20 и 30% являются наиболее подходящими для применения в качестве изолирующей и теплоотводящей среды для высоковольтного оборудования. Измеренные показатели (плотность, вязкость, тангенс угла диэлектрических потерь, относительная диэлектрическая проницаемость и др.) этих смесей соответствуют требованиям, предъявляемым к изоляционному маслу на нефтяной основе, что снижает необходимость кардинальной модификации электрооборудования.

Условия воздействия на жидкости разрядами высокой энергии

Моделирование разрядов высокой энергии проводилось в ячейке стандартного пробойника с герметичной крышкой. Пробы масла, сложного эфира или их смесей помещались в ячейку с грибовидными электродами из латуни. Перед применением ячейки проводили полировку латунных электродов тонкой абразивной шкуркой, затем электроды и саму ячейку промывали последовательно гексаном и ацетоном [24]. Расстояние между электродами $(2,50 \pm 0,05)$ мм. Скорость нарастания напряжения – 2 кВ в секунду. В автоматическом режиме выполнялось 48 пробоев с пятиминутным перерывом между пробоями (8 серий по 6 последовательных пробоев в каждой). После каждого пробоя производилось перемешивание жидкости внутри ячейки с помощью магнитного якоря.

Определение газов, растворенных в изоляционных жидкостях

После проведения нескольких серий пробоев изоляционные жидкости отбирали в пробоотборные устройства Elchrom (рис. 2). Для определения газов, растворенных в масле и эфиромасляных смесях, применяли расширенную методику (14 компонентов: водород – H_2 , метан – CH_4 , ацетилен – C_2H_2 , этилен – C_2H_4 , этан – C_2H_6 , оксид углерода – CO , диоксид углерода – CO_2 , кислород – O_2 , азот – N_2 , пропан – C_3H_8 , пропилен – C_3H_6 , пропин – C_3H_4 , C_4 (н-бутан – C_4H_{10} , бутен-1 – C_4H_8) [16])

Таблица 1. Описание образцов диэлектрических жидкостей

Доля минерального масла (ТКп) и синтетического эфира (СЭ) в смеси по объему, %		Обозначение
ТКп	СЭ	
100	0	ТКп
95	5	ТКп(95):СЭ(5)
90	10	ТКп(90):СЭ(10)
80	20	ТКп(80):СЭ(20)
70	30	ТКп(70):СЭ(30)
0	100	СЭ

взамен стандартной, которая позволяет проводить количественное определение только первых девяти газов [23]. Предлагаемая методика [16] отличается от методики [23] тем, что в качестве насадочной колонки, на которой происходит разделение газов CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6 , C_2H_2 , C_3H_6 , C_3H_8 , C_3H_4 , C_4H_8 , C_4H_{10} , CO , CO_2 , используется колонка с полимерным сорбентом *HayeSep N*, удлиненная хроматографическая колонка с адсорбентом *HayeSep Q*. Кроме того, разделение компонентов газовой фазы проводится в программируемом режиме с регулированием скорости подъема температуры термостата колонок [16].

Отбор проб масла производился в стеклянные шприцы *Elchrom* емкостью 20 см^3 . Извлечение газов из масла выполнялось методом анализа равновесного пара (АРП), который заключается в извлечении инертным газом растворенных в масле газовых компонентов до их равновесного распределения между диэлектрической жидкостью и газовой фазой в герметичном проботборнике *Elchrom* при комнатной температуре и атмосферном давлении. В качестве газа-экстрагента и газа-носителя использовался аргон с содержанием основного вещества не менее 99,9995%. Соотношение изоляционной жидкости и газа-экстрагента составляло 1 : 1, а именно, 10 см^3 масла и 10 см^3 аргона. Ввод аргона в надмасляное пространство осуществлялся с помощью специального крана дозатора, оборудованного регулятором давления. Для наполнения аргоном шприц с жидкостью устанавливался канюлей вверх и присоединялся к трубопроводу с инертным газом. При заполнении его аргоном, шток поршня придерживался рукой, чтобы исключить его самопроизвольное опускание и зафиксировать шток в нужном положении. Необходимое давление газа-носителя при заполнении шприца аргоном составляет $0,5 \text{ кг/см}^2$. С целью достижения равновесного распределения газовых компонентов между жидкой и газовой фазами, шприц с диэлектрической жидкостью устанавливался в орбитальный шейкер *OS-20*. Извлечение проводилось в течение 7 мин со скоростью перемешивания 100 об/мин. Режимы перемешивания были установлены ранее дополнительными экспериментами, путем построения графической зависимости сигнала детектора (пламенно-ионизационного) наиболее растворимого в диэлектрической жидкости газа (бутан C_4H_{10}) от времени контакта фаз.

Хроматографирование газовой фазы, взятой из надмаслянного пространства, проводили в нескольких насадочных колонках: 1) длиной 1 м с адсорбентом *HayeSep Q* последовательно соединенной с 3 м колонкой *HayeSep N* (колонка М 3 м × 2 мм *HayeSep N 80/100 mesh*); 2) с молекулярными ситами

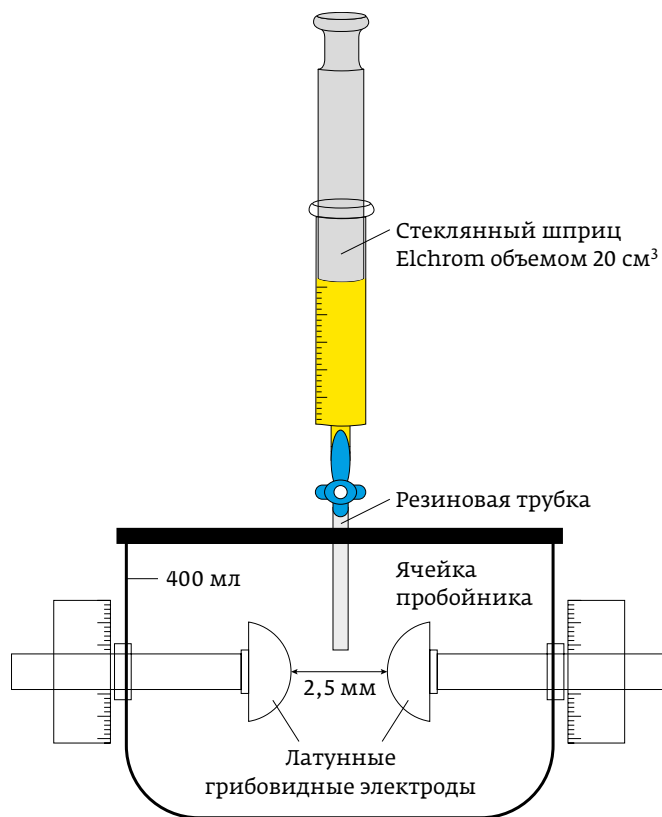
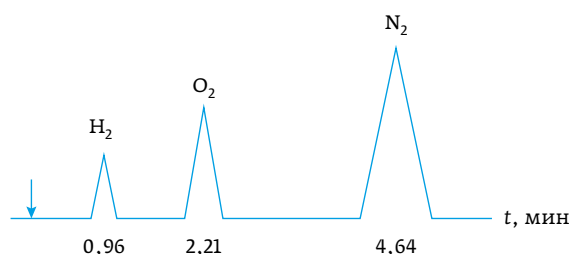
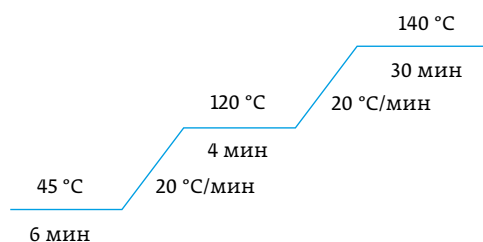


Рис. 2. Отбор жидкого диэлектрика на хроматографический анализ

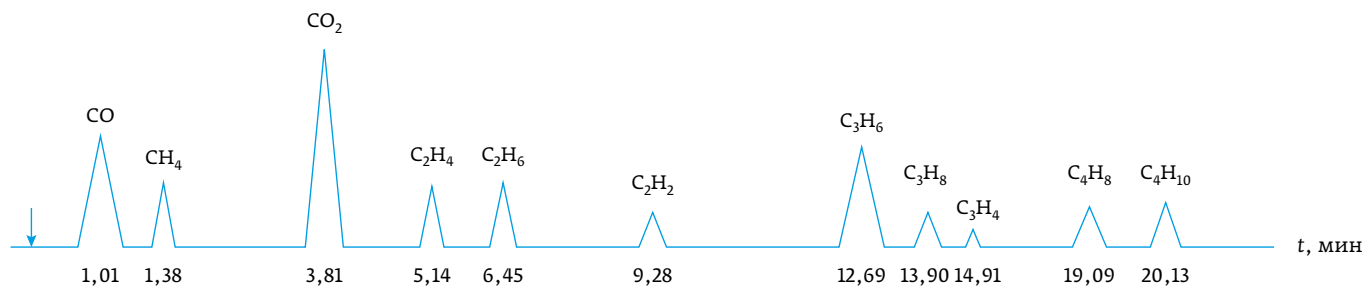
СаА длиной 2 м (колонка М 2 м × 3 мм СаА 0,2/0,4 мм). Детектирование паро-газовой фазы, разделяемой на двух первых последовательно соединенных колонках, проводили на пламенно-ионизационном детекторе (ПИД), а разделяемой на колонке с молекулярными ситами СаА – с помощью детектора по теплопроводности (ДТП). Хроматографирование газовой фазы осуществлялось параллельно на двух детекторах. При анализе использовался программируемый режим работы термостата колонок (рис. 3). Длительность анализа составляла 40 мин: на первых 20 мин происходит детектирование целевых газовых компонентов, последующие 20 мин необходимы для контроля чистоты колонок после анализа. Количественный расчет концентрации индивидуальных газов проводился методом абсолютной градуировки, построенной с использованием аттестованной смеси газов (водород – H_2 , кислород – O_2 , азот – N_2 , метан – CH_4 , ацетилен – C_2H_2 , этилен – C_2H_4 , этан – C_2H_6 , пропилен – C_3H_6 , пропан – C_3H_8 , метилацетилен – C_3H_4 , бутен-1 – C_4H_8 , н-бутан – C_4H_{10} , окись углерода – CO , двуокись углерода – CO_2), растворенных в аргоне. Порядок выхода компонентов на хроматограмме приведен на рис. 3.



ДТП



Режим работы термостата колонок



ПИД

Рис. 3. Хроматограмма газов, идентифицируемых в равновесной парогазовой фазе над диэлектрической жидкостью (стилизованно)

Результаты исследований и их обсуждение

На диаграммах (рис. 4–7) отражены результаты по хроматографическому определению газов, растворенных в изоляционных жидкостях после электрического воздействия в разрезе: содержание водорода H₂ (рис. 4); сумма углеводородных газов (метан CH₄, этан C₂H₆, этилен C₂H₄, ацетилен C₂H₂, пропан C₃H₈, пропилен C₃H₆, метилацетилен C₃H₄, н-бутан C₄H₁₀, бутен-1 C₄H₈) (рис. 5); концентрация оксида углерода CO (рис. 6); концентрация диоксида углерода CO₂ (рис. 7).

Воздействие разрядных процессов в модельных условиях, приводит к образованию небольшого количества водорода во всех жидкостях – масло, эфир и их смеси (от 4,9 ррпм до 8,3 ррпм). В наибольшем количестве генерируются углеводородные газы (от 57 до 139 ррпм). В трансформаторном масле во время разрядных процессов в больших количествах синтезируются оксид (131 ррпм) и диоксид углерода (1490 ррпм). В целом тенденция газообразования следующая: с увеличением доли синтетического эфира в смеси с трансформаторным маслом под влиянием разрядных процессов

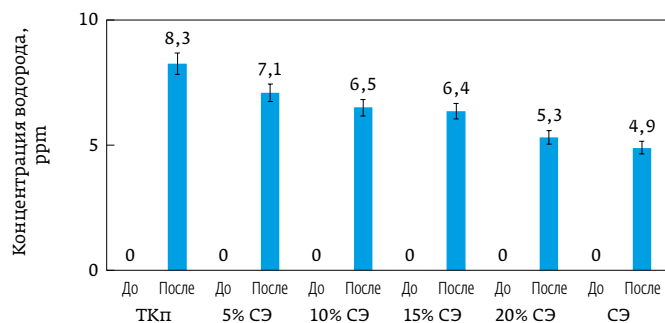


Рис. 4. Образование водорода (H₂) в жидкостях до и после разрядных процессов

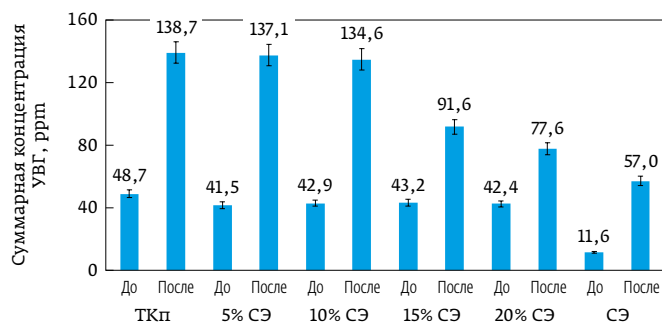


Рис. 5. Образование углеводородных газов (УВГ) в жидкостях до и после разрядных процессов

РЕШЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

целевой скрининг органических соединений в пищевых продуктах и продовольственном сырье

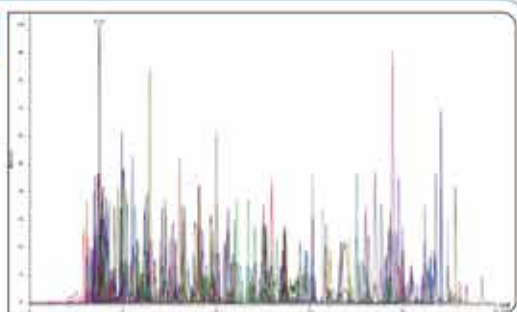
Тандемный хромато-масс-спектрометр жидкостной HELICON® 5210 (LC-MSMS)

- Антибиотики и ветеринарные препараты
- Пестициды и сельскохозяйственные препараты
- Микотоксины



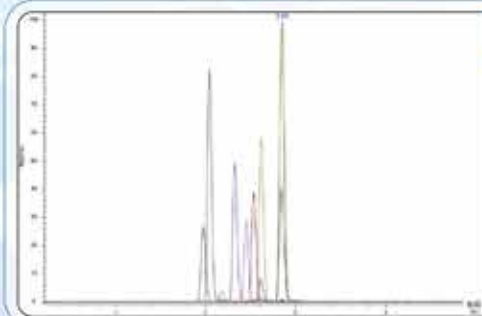
Пример хроматограммы

Более 330
контролируемых субстанций
в овощах за один анализ - 25 минут



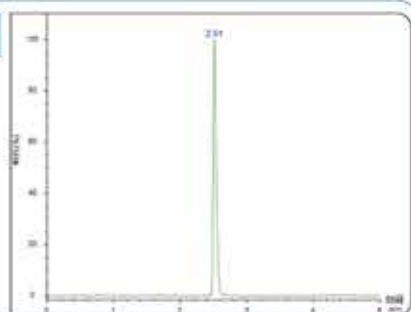
Пример хроматограммы

Анализ сульфонамидов
в концентрации 1 нг/мл за 5 минут



Пример хроматограммы

Охратоксин А
в концентрации 1 нг/мл за 5 минут



Единый телефон
8 800 770 71 21
бесплатный звонок по России



ООО «Компания Хеликон», г. Москва,
Новомещерский проезд, д. 9, стр. 1
Адрес центрального отдела продаж
в г. Москве: Кутузовский проспект, д. 88



РЕШЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

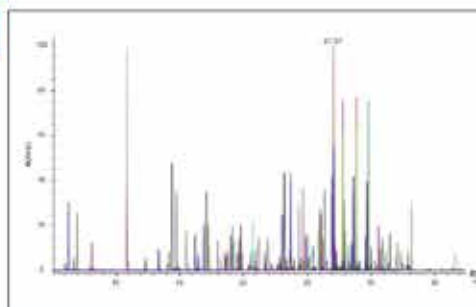
целевой скрининг органических соединений в пищевых продуктах и продовольственном сырье

Тандемный хромато-масс-спектрометр газовый HELICON® 5231 (GC-MSMS)



Пример хроматограммы

Определение остатков 208 сельскохозяйственных препаратов в овощах



Готовые наборы для метода QuEChERS

Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe - Быстрый, Простой, Дешевый, Эффективный, Точный и Безопасный - универсальный метод пробоподготовки, который позволяет извлечь из образцов остаточные количества органических соединений различных классов всего за несколько простых этапов:

- Гомогенизация
- Экстракция
- Центрифугирование
- Очистка экстракта



Соответствует международным стандартам AOAC2007.01 и EN 15662:2008.

ОТДЕЛЫ ПРОДАЖ:

В СИБИРСКОМ РЕГИОНЕ:
630090, г. Новосибирск,
ул. Николаева, д. 9/1,
2-й подъезд, 2-й этаж.
Тел.: +7 [383] 207-84-89
novosibirsk@helicon.ru

В СЕВЕРО-ЗАПАДНОМ РЕГИОНЕ:
194356, г. Санкт-Петербург,
ул. Асафьева, д. 3, корп. 1, литера А, пом.15-Н
Тел.: +7 [812] 244-85-52
spb@helicon.ru

В ПРИВОЛЖСКОМ РЕГИОНЕ:
420021, г. Казань,
ул. Право-Буланная, д. 35/2
Тел.: +7 [843] 202-33-37
volga@helicon.ru

В ЮЖНОМ РЕГИОНЕ:
344116, г. Ростов-на-Дону,
2-я улица Володарского, д. 76/23а
Тел.: +7 [863] 209-88-89
rostov@helicon.ru

НА ДАЛЬНЕМ ВОСТОКЕ:
690021, г. Владивосток,
ул. Запорожская, д. 77, 3-й этаж, офис 341
Тел.: +7 [914] 720-55-63
vdiavostok@helicon.ru

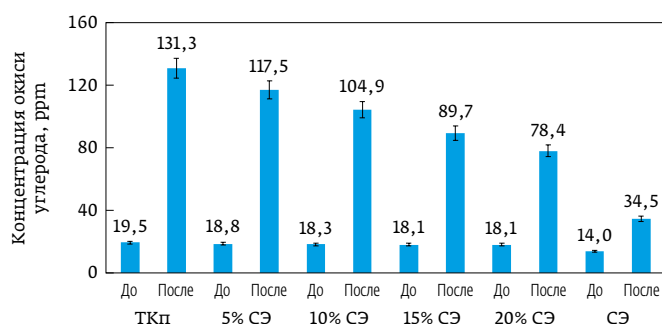


Рис. 6. Образование оксида углерода (CO) в жидкостях до и после разрядных процессов

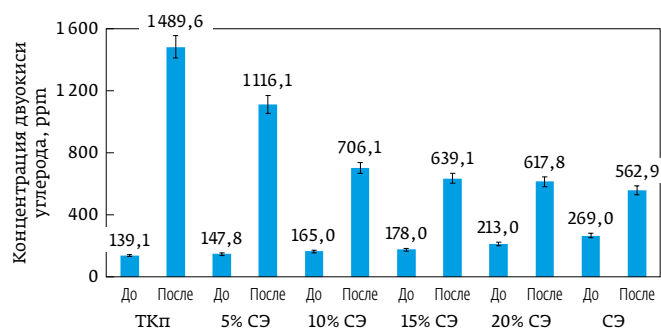


Рис. 7. Образование диоксида углерода (CO₂) в жидкостях до и после разрядных процессов

образование газов заметно снижается. Так, общее содержание газов (водород H₂, метан CH₄, этан C₂H₆, этилен C₂H₄, ацетилен C₂H₂, пропан C₃H₈, пропилен C₃H₆, метилацетилен C₃H₄, бутан C₄H₁₀, бутен C₄H₈, оксид углерода CO, диоксид углерода CO₂) в трансформаторном масле после воздействия разрядов составило 1768 ppm. В смесях с объемной долей эфира 20% (827 ppm) и 30% (779 ppm) общее количество газов под влиянием разрядов образовалось почти на 50% меньше, чем в масле. Вероятнее всего, это связано с тем, что основными компонентами диэлектрической жидкости Midel 7131 являются эфиры пентаэритрита и жирных карбоновых кислот от C₅ до C₂₂. Молекулы синтетического эфира имеют пространственно-затрудненную структуру. Такой тип структуры молекул за счет образования внутри- и межмолекулярных водородных связей обеспечивает эфиру уникальные свойства – высокую термическую стабильность и низкую испаряемость [25].

В целом, результаты, приведенные в настоящей работе, получены в условиях физического моделирования разрядных процессов, действовавших определенное время на жидкости, и дают некоторое представление о разложении жидкостей под воздействием электрических разрядов. Кроме того, в эксплуатации силовых трансформаторов отбор проб масла на физико-химический анализ производится через специальные штуцеры, расположенные в нижней или верхней части бака. Поэтому с практической точки зрения интересным будет изучение качественного и количественного состава газов, выделяющихся в эксплуатационных трансформаторах, заполненных смесями жидких диэлектриков (масла и синтетического сложного эфира). Следовательно, работы в данном направлении будут продолжены.

Заключение

С помощью предложенной методики хроматографического определения газов проведено исследование образования газов после воздействия разрядов в трансформаторном масле и синтетической сложноэфирной диэлектрической жидкости Midel 7131, а также их смесях с объемной долей сложноэфирной жидкости от 5 до 30%. Установлено, что после воздействия разрядных процессов генерируются газы, такие как водород, углеводороды состава C₁, C₂, C₃ и C₄, оксид и диоксид углерода. При этом в наибольшем количестве они образуются в самом трансформаторном масле. С увеличением доли синтетического эфира в смеси с трансформаторным маслом под влиянием разрядных процессов образование газов снижается на 22–55% по сравнению с чистым трансформаторным маслом.

Методика, опробованная в данном эксперименте, базируется на традиционной газовой хроматографии и позволяет без особых технических и финансовых затрат проводить определение большего количества газов (в дополнение к H₂, CH₄, C₂H₂, C₂H₄, C₂H₆, CO, CO₂, O₂, N₂, проводить количественное определение углеводородных газов состава C₃ и C₄), растворенных в диэлектрических жидкостях, а значит понимать разложение жидкого диэлектрика на начальных этапах возникновения дефекта внутри дорогостоящего высоковольтного трансформатора. Внедрение расширенной газохроматографической методики (определения содержания 14 газовых компонентов в диэлектрической жидкости вместо 9) в ежедневную лабораторную практику электросетевых лабораторий имеет большое практическое значение для превентивной диагностики высоковольтного оборудования, имеющего изоляционную систему «жидкий диэлектрик – целлюлоза».

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 22-79-10198).

Литература / References

1. Korobeinikov S. M., Ovsyannikov A. G., Ridel A. V., Karpov D. I., Lyutikova M. N., Kuznetsova Yu. A., Yassiniski V. B. Study of partial discharges in liquids. *Journal of Electrostatics*. 2020. 103: Article 103412.
2. Korobeinikov S. M., Ridel A. V., Karpov D. I., Meredova M. B., Ovsyannikov A. G. Partial discharges in free helium bubbles in transformer oil. *ICHVE 2018-2018 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application*. 2019. Paper 8642061.
3. Korobeinikov S., Ridel A., Lyutikova M. Experimental studies of partial discharges in bubbles exposed to X-ray radiation. *IEEE 22nd International Conference of Young Professionals in Electron Devices and Materials*. EDM 2021. 2021:251-254.
4. Son E. E., Tyufityaev A. S., Gadzhiev M. Kh., Kulikov Y. M., Panov V. A., Akimov P. L. Electrical Breakdown Voltage of Transformer Oil with Gas Bubbles. *High Temperature*. 2014. 52(5):770-773.
5. Гаджиев М. Х., Тюфтяев А. С., Акимов П. Л., Саргсян М. А., Демиров Н. А. Исследование электрического пробоя двухфазной смеси трансформаторного масла с пузырьками газа. *Прикладная Физика*. 2016. 5:10-15.
Gadzhiev M. Kh., Tyufityaev A. S., Akimov P. L., Sargsyan M. A., Demirov N. A. Investigation of electrical breakdown of a two-phase mixture of transformer oil with gas bubbles. *Applied Physics*. 2016. 5:10-15.
6. Korobeinikov S. M., Ridel A. V., Karpov D. I., Ovsyannikov A. G. Mechanism of partial discharges in free helium bubbles in transformer oil. *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 2019. 26(5):1605-1611.
7. Ридель А. В. Исследование электрофизических процессов в жидкой электрической изоляции с микровключениями: дисс. ... канд. технич. наук: 05.14.12. Новосибирск, 2021. 136 с.
Ridel A. V. Research of electrophysical processes in liquid electrical insulation with microinclusions: diss. ... cand. tech. Sciences: 05.14.12. Novosibirsk, 2021. 136 p.
8. Коробейников С. М., Ридель А. В. Сравнение коэффициентов газообразования при частичных разрядах в системе «острие-плоскость» в рапсовом и трансформаторном маслах. *Прикладная физика*. 2018. 6:25-28.
Korobeinikov S. M., Ridel A. V. Comparison of gas generation coefficients for partial discharges in the "point-plane" system in rapeseed and transformer oils. *Applied Physics*. 2018. 6:25-28.
9. РД 153-34.0-46.302-00. Методические указания по диагностике развивающихся дефектов трансформаторного оборудования по результатам хроматографического анализа газов, растворенных в масле. РАО «ЕЭС РОССИИ», М.: Технонорматив, 2011. 30 с.
RD 153-34.0-46.302-00. Guidelines for the diagnosis of developing defects in transformer equipment based on the results of chromatographic analysis of gases dissolved in oil. RAO UES of RUSSIA. Moscow. Tekhnormativ Publ., 2011. 30 p.
10. СТО 34.01-23-003-2019. Методические указания по техническому диагностированию развивающихся дефектов маслонаполненного высоковольтного электрооборудования по результатам анализа газов, растворенных в минеральном трансформаторном масле. ПАО «Россети». М., 2019. 63 с.
STO 34.01-23-003-2019. Guidelines for the technical diagnosis of developing defects in oil-filled high-voltage electrical equipment based on the results of the analysis of gases dissolved in mineral transformer oil. PJSC Rosseti, Moscow, 2019. 63 p.
11. IEEE Standard C57.104-2008 IEEE Guide for the Interpretation of Gases Generated in Oil-Immersed Transformers, 2009. 36 p.
12. Chen W., Peng S., Li J. Canonical correlation between partial discharges and gas formation in transformer oil paper insulation. *Energies*. 2012. 5:1081-1097.
13. Rozga P., Beroual A., Przybylek P., Jaroszewski M., Strzelecki K. A Review on Synthetic Ester Liquids for Transformer Applications. *Energies*. 2020. 13. Article 6429.
14. Loisselle L., Mohan Rao U., Fofana I. Gassing Tendency of Fresh and Aged Mineral Oil and Ester Fluids under Electrical and Thermal Fault Conditions. *Energies*. 2020. 13. Article 3472.
15. Przybylek P., Gielniak J. Concentration analysis of gases formed in mineral oil, natural ester and synthetic ester by discharges of high energy. *Eksploracja Niezawodnos-Maintenance Rel.* 2018. 20(3):435-442.
16. Патент РФ № RU2751460C1. Способ хроматографического анализа газов, растворенных в трансформаторном масле. Коробейников С. М., Лютикова М. Н., Ридель А. В. Заявка № 2020140031 от 07.12.2020. Опубликовано 14.07.2021 Бюл. № 20.
RF patent No. RU2751460C1. Method for chromatographic analysis of gases dissolved in transformer oil. Korobeinikov S. M., Lyutikova M. N., Ridel A. V. Application No. 2020140031 dated 12.07.2020. Posted on 14.07.2021 Bull. No. 20.
17. CIRGE Brochure 436. Experiences in Service with New Insulating Liquids. Working Group A2.35. 2010. 95 p.
18. MIDEЛ 7131. Синтетическая диэлектрическая трансформаторная жидкость. [Электронный ресурс]. Режим доступа: <https://www.midel.com/app/uploads/2018/05/MIDEL-7131-Product-Brochure.pdf> (Дата обращения: 14.02.2023).
MIDEL 7131. Synthetic dielectric transformer liquid.
19. Lyutikova M., Korobeinikov S., Kononov A. Evaluation of the Properties of Mixture of Aromatic Mineral Oil and Synthetic Ester for High-Voltage Equipment. *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 2021. 28(4):1282-1290.
20. Lyutikova M., Kononov A., Korobeinikov S. Changing of the insulating characteristics of mixtures (mineral oil and synthetic ester) during prolonged exposure of elevated temperature. *49th session CIGRE*. 2022. Paper D1-10607.
21. ГОСТ Р МЭК 60814-2013. Жидкости изоляционные. Бумага и прессованный картон, пропитанные маслом. Определение содержания воды автоматическим кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру. М.: Стандартиформ, 2014. 20 с.
GOST R IEC 60814-2013. Insulating liquids. Paper and pressed cardboard impregnated with oil. Determination of water content by automatic coulometric Karl Fischer titration. Moscow. Standartinform Publ., 2014. 20 p.
22. ГОСТ 17216-2001. Чистота промышленная. Классы чистоты жидкостей. М.: Стандартиформ, 2008. 11 с.
GOST 17216-2001. Industrial cleanliness. Liquid purity classes. Moscow. Standartinform Publ., 2008. 11 p.
23. РД 34.46.303-98. Методические указания по подготовке и проведению хроматографического анализа газов, растворенных в масле силовых трансформаторов. М.: РАО «ЕЭС России», 1998. 31 с.
RD 34.46.303-98. Guidelines for the preparation and conduct of chromatographic analysis of gases dissolved in oil of power transformers. Moscow. RAO UES of Russia, 1998. 31 p.
24. ГОСТ Р МЭК 60156-2013. Жидкости изоляционные. Определение напряжения пробоя на промышленной частоте. М.: Стандартиформ, 2014. 12 с.
GOST R IEC 60156-2013. Insulating liquids. Determination of breakdown voltage at industrial frequency. Moscow. Standartinform Publ., 2014. 12 p.
25. Тонконогов Б. П., Попова К. А., Хурумова А. Ф. Перспективы применения сложных эфиров отечественного производства в качестве основ масел для авиационной техники. Труды РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина. 2015. 1(278):109-120.
Tonkonogov B. P., Popova K. A., Khurumova A. F. Prospects for the use of domestically produced esters as the bases of oils for aviation equipment. Proceedings of the Russian State University of Oil and Gas named I. M. Gubkin. 2015. 1(278):109-120.

Статья поступила в редакцию 26.05.2023
Принята к публикации 08.06.2023



**ПРИГЛАШАЕМ
К УЧАСТИЮ**

Место проведения:
площадка у ТЦ «Мой Порт»,
ул. Кирова, 146, мобильный павильон

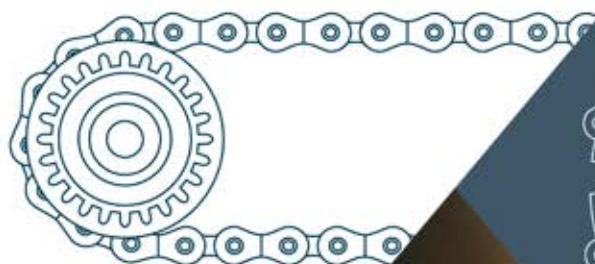
ПРОМЫШЛЕННЫЙ ФОРУМ 19-21 СЕНТЯБРЯ

БОЛЕЕ 28 ЛЕТ ВЫСТАВКАМ • 7000 ПОСЕТИТЕЛЕЙ-СПЕЦИАЛИСТОВ

Ижевск' 2023

ТЕМАТИКА:

- Металлообрабатывающее оборудование. Инструмент.Metalлопродукция
- Комплектующие изделия и материалы
- Оборудование для термообработки
- Электрические машины и оборудование
- Подъемно-транспортное и складское оборудование
- Литейное оборудование
- Сварочное оборудование
- Контрольно-измерительные приборы и средства автоматизации процессов
- Добыча, переработка, сбыт нефти и газа
- Техника и технологии для добычи нефти и газа, нефтепереработки и нефтехимии. Транспортировка и хранение нефти, нефтепродуктов и газа
- Нефтегазопромысловая геология и геофизика
- Энергетическое и электротехническое оборудование
- Охрана труда, безопасность на производстве. СИЗ
- Ресурсосберегающие технологии
- Сырье, химические материалы, применяемые в нефтегазовой и нефтехимической промышленности
- Средства пожарной безопасности, системы охраны, промышленной безопасности



18+



Оптимизация условий инверсии сахарозы и оценка ускоренного феррицианидного метода определения общего сахара

А. Г. Чернобровина, к. т. н.^{1, 2}, Н. Е. Куликова, к. т. н.¹,
Н. Н. Роева, д. х. н.¹, О. Ю. Попова¹

УДК 543.635

Содержание сахара в сырье и пищевых продуктах в значительной мере определяет их полноценность и качество. Поэтому большое внимание уделяется методам контроля содержания этого важного ингредиента. Предложена экспрессная методика определения общего сахара: выбран способ гидролиза сахарозы, уточнены условия (оптимальная температура, время, объем соляной кислоты) полного гидролиза сахарозы без разложения продуктов реакции, а также без гидролиза лактозы, мальтозы и декстрозы. Проведено сравнение двух методик с разными условиями гидролиза: стандартного метода (Бертрана) по ГОСТ 5903-89 (гидролиз сахарозы проводили при температуре 67 °С) и ускоренного феррицианидного метода, включающего гидролиз сахарозы при температуре 100 °С.

Получены достоверные данные при значительном (в 5 раз) сокращении времени гидролиза сахарозы, а следовательно, и длительности всего анализа по сравнению со стандартным способом определения сахара. Ускоренную методику по определению редуцирующих веществ (РВ) и общего сахара в продуктах хлебопекарного и кондитерского производства можно считать приоритетной среди химических методов исследования и рекомендовать ее для поточного аналитического контроля.

Ключевые слова: гидролиз сахарозы, мальтоза, лактоза, метод Бертрана, общий сахар, редуцирующие вещества

Введение

С появлением сахарозы разнообразные кондитерские изделия стали доступными для самых широких слоев населения [1]. В технологиях всех отраслей пищевой промышленности большое значение имеет контроль содержания сахара в сырье, полуфабрикатах и готовых изделиях, так как он в значительной мере определяет их качество и полноценность.

В зависимости от использования в различных методах основных свойств сахаров, а именно их восстанавливающей способности, оптических свойств, способности давать окрашенные растворы с теми или иными соединениями, все методы определения сахаров могут быть разделены на три группы: химические, физические и физико-химические.

Наиболее распространенными являются методы определения сахаров [2-4] при помощи фелинговой жидкости, в которой для связывания двухвалентной меди в комплексное соединение применяют щелочной раствор сегнетовой соли. Фелингову жидкость

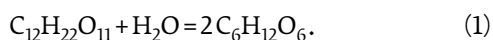
¹ ФГБОУ ВО «Российский биотехнологический университет»,
Москва, Россия.

² ag_61@list.ru.

готовят по методу Бертрана ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 4%) или по методу Сокслета ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 6,925%). Процесс окисления сахаров фелинговой жидкостью сложен и предполагает получение большого числа продуктов окисления, обладающих различной восстанавливающей способностью. То есть при окислении отсутствует полная пропорциональность между количеством окисляющегося сахара и образовавшимся оксидом одновалентной меди [3, 5]. Поэтому при определении сахаров пользуются специальными таблицами, построенными по эмпирическим данным. При изменении качества реактивов необходимо эти таблицы корректировать. Таким образом, методы, при которых определяется титр реактива по раствору химически чистого сахара, имеют преимущества.

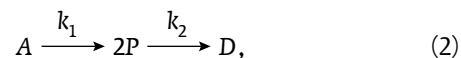
Распространены методы с применением в качестве окислителя трехвалентного железа (гексацианоферратный метод) [2, 6]. Реакция окисления сахаров гексацианоферратом протекает также не стехиометрично, как и реакция окисления сахаров щелочным раствором меди. На окисляющее действие гексацианоферрата калия (III) влияет концентрация щелочи, продолжительность нагревания, индивидуальные способности сахара к окислению и других сопутствующих сахару мешающих компонентов исследуемого раствора. Эти методы имеют значительное преимущество над меднощелочными, так как при проведении анализов не образуется осадка, и конец реакции окисления отличается большей четкостью.

Определению общего сахара всеми методами (кроме метода, где берут в качестве окислителя $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) предшествует гидролиз сахарозы, протекающий по реакции (1):



При этом необходимо, чтобы сахароза гидролизовалась полностью, а полученные продукты гидролиза не подвергались разрушению, и во избежание искажения результатов анализа не должны гидролизироваться мальтоза и лактоза. Достаточно точно установлено, что распад углеводов, и в первую очередь сахаров (сахарозы, фруктозы, глюкозы и др.), является каталитическим процессом [7-10]. В качестве катализаторов могут выступать ионы водорода, гидроксиды, металлов [9, 10] и ферменты (например, фермент сахараза). Применив к реакции разложения сахарозы принципы последовательных мономолекулярных реакций и теорию кислотно-основного катализа, профессор А. Р. Сапронов осуществил важный научный и практический этап в исследовании

равновесия в системе "сахароза – вода" [9], рассмотрев систему:



где A – сахароза;

2P – инвертный сахар;

D – продукты распада;

k_1, k_2 – константы скорости разложения сахарозы и смеси моносахаров соответственно.

При рассмотрении системы (2) необходимо учесть тот факт, что при разложении сахарозы образуется инвертный сахар, состоящий из глюкозы и фруктозы, деградация которых приводит к образованию конечных продуктов реакции, включая красящие и другие вещества. В связи с этим разложение сахарозы следует рассматривать как необратимую параллельно-последовательную реакцию [10].

Многие авторы [2-6, 11] при определении сахара в исследуемых объектах проводят гидролиз сахарозы, используя разные условия и методики, некоторые из них представлены в табл. 1.

Наличие фона определяет выбор различных условий гидролиза (более жесткие или мягкие) с целью не допустить гидролиза других ди- и полисахаридов, например мальтозы, или лактозы, что завышает содержание контролируемой сахарозы в объекте (табл. 1).

Ряд методов при этом правильно оценивает содержание сахара в объекте лишь при отсутствии других соединений-восстановителей, отличных от редуцирующих сахаров (например, дихроматный метод) [4, 6].

Все методы гидролиза предусматривают значительные затраты времени для их проведения, поэтому необходим ускоренный метод.

Цель настоящего исследования – выбор методики гидролиза сахарозы на фоне различных сопутствующих компонентов объекта (мальтозы, декстрозы, лактозы) и оценка ускоренного феррицианидного метода определения общего сахара.

Экспериментальная часть

Применяемые реактивы

Основной реактив 10,0 г калия железосинеродистого [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$] (ГОСТ 4206-75) растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, отдельно растворяют 88,0 г КОН (ГОСТ 24363-80). Оба полученных раствора сливают в мерную колбу на 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой. Гидроксид калия КОН – 2,0 н раствор. Соляная кислота (ГОСТ 3118-77) – 1,0 н раствор. Стандартный

Таблица 1. Методы гидролиза сахарозы, применяемые в пищевой промышленности

Метод определения сахара	Внесение кислоты (соляной), по методике			Условия гидролиза		Производство
	Концентрация, %	V, см ³ (на 100 см ³)	Концентрация, моль/л	Время, мин	Температура, °С	
Перманганатный (метод Бертрана)	38	7,5	0,78	5	68–70	Спиртовое
	38	10	0,68	8	68–70	Консервное
	20	10	0,55	8	70	Хлебопекарное
	38	10	1,06	8	68–70	Виноделие
ГОСТ 5672-2022 кондитерские производства	38	5	0,52	5	67–70	Мучные кондитерские изделия
Метод, уточненный Смирновым	25	10	0,685	180	Кипящая баня	Крахмало-паточное
Йодометрические методы (метод Шорля)	38	4	0,417	100	67–70	Кондитерское
	38	10	1,06	10	67–68	В объектах с мальтозой
	38	5	0,52	5	67–70	Хлебопекарное
Метод медноцитратный Дуффа	38	7,5	0,78	5	68–70	Спиртовое
	21,5	12,5	0,8	10	70	Сгущенное молоко
	38	10	1,06	8	67–70	При содержании сахара до 10%
	38	4	0,417	5	67–70	Кондитерское
Метод Брукса	38	19	1,06	8	68–70	Консервы
ГОСТ 5903-89 в кондитерском производстве	38	10	1,06	5	67–70	Кондитерские изделия
Метод Офнера	8	60	1,28	5	67–69	Спиртовое и ликеро-водочное производство
	38	7,5	0,78	5	68–70	Спиртовое
Метод титрования сахаром щелочного раствора меди (Метод Лейна и Эйнона)	38	7,5	1,06	5	68–70	Спиртовое
	25	10	0,685	180	Кипящая баня	Крахмало-паточное
	38	10	1,06	8	67–70	Консервное
Метод Сакслета	38	10	1,06	8	67–70	Консервное
Метод Аболова и Батырова	38	10	1,06	8	67–70	Консервное
Эбулиостатический метод	38	10	1,06	5	67–70	Кондитерское производство
Метод ускоренного гидролиза	38	13	0,321	5	67–70	Кондитерское

раствор глюкозы 1 мг/дм³ (ГОСТ 6038-79). Метиловый синий РТУ 6-89-6045-69 1%-ный водный раствор. Фелинг I – 40 г CuSO₄·5H₂O в 1 дм³. Фелинг II – 200 г сегнетовой соли (калий-натрий винно-кислый) и 150 г KOH в 1 дм³. Раствор серноокислого окисного железа Fe₂(SO₄)₃; серная кислота концентрированная, 1,81 г/см³. Титрованный раствор 0,02 моль/дм³ марганцово-кислого калия (KMnO₄). 20%-ный раствор HCl. 15%-ный раствор ZnSO₄. 10% и 0,5%-ный раствор NaOH (ГОСТ 24363-80).

Методика проведения исследования

Ускоренный феррицианидный метод для объектов кондитерского производства разработан и включен в государственные стандарты [12, 13]. Согласно методу определения общего содержания сахара проводят гидролиз сахарозы при температуре кипения непосредственно в реакционной колбе. В данном исследовании изучены оптимальные условия проведения гидролиза сахарозы (объем вносимой соляной кислоты, продолжительность гидролиза). При этом полноту гидролиза сахарозы исследовали при внесении 1 н HCl (от 1 до 7 см³) и продолжительности реакции (от 0 до 60 с).

Для проведения гидролиза отбирали по 10 см³ пробы, содержащей 5 мг/см³ химически чистой сахарозы, переносили в конические колбы на 100 см³ и последовательно приливали различные объемы 1 н соляной кислоты (табл. 2). Затем доводили общий объем до 25 см³ дистиллированной водой. Раствор нагревали до кипения на электроплитке за 3 мин и кипятили 30-60 с. Далее быстро охлаждали до 40-50 °С и проводили нейтрализацию

соляной кислоты 2 н раствором KOH. После этого определяли степень гидролиза сахарозы стандартным для большинства пищевых продуктов методом Бертрана [8, 10], рассчитывая ее по формуле (3):

$$Y = \frac{a \cdot v_1 \cdot 100 \cdot 0,95}{v_2 \cdot q} = 1,9 \cdot a, \tag{3}$$

где *a* – количество инвертного сахара, найденное по таблице, мг;
*v*₁ – объем мерной колбы, в которой растворена навеска сахарозы, см³ (1000 см³);
*v*₂ – объем раствора сахарозы, см³ (10 см³);
q – навеска сахарозы, мг (5000 мг).

Для обоснования оптимальных параметров гидролиза запланирована матрица эксперимента, представленная в табл. 2. Значения факторов обозначены:

- x*₀ – аддитивная постоянная;
- x*₁ – объем раствора соляной кислоты, введенный в реакционную колбу, см³;
- x*₂ – продолжительность гидролиза, с;
- x*₁ и *x*₂ – значение уровней факторов в безразмерном выражении равны +1, 0, -1 (для упрощения (+, 0, -));
- y*_{1i}, *y*_{2i}, *y*_{3i} – степень гидролиза сахарозы, найденная в результате анализа;
- y*_i – среднее значение, %;
- x*_{2i} *x*_{1i} – значение *j*-го фактора в *i*-ом опыте;
- x*₁¹, *x*₁² – выходные переменные с скорректированными значениями уровня из двух результатов измерений.

На основании математической обработки практических результатов анализа получено регрессионное

Таблица 2. Матрица планирования эксперимента (гидролиз сахарозы при температуре 100 °С)

Значения факторов						Значения факторов в матрице эксперимента									
В натуральном выражении		В безразмерном выражении													
<i>x</i> ₁	<i>x</i> ₂	<i>x</i> ₀	<i>x</i> ₁	<i>x</i> ₂	<i>x</i> ₁ <i>x</i> ₂	<i>x</i> ₁ ¹	<i>x</i> ₂ ¹	<i>y</i> _{1i}	<i>y</i> _{2i}	<i>y</i> _{3i}	<i>y</i> _i	<i>x</i> ₁ <i>y</i> _i	<i>x</i> _{2i} <i>y</i> _i	<i>x</i> _{1i} <i>x</i> _{2i} <i>y</i> _i	
1	0	+	-	-	+	1/3	1/3	72,1	72,0	72,3	72,1	-72,4	-72,4	72,4	
1	30	+	-	0	0	1/3	-2/3	82,6	83,1	82,1	82,6	-82,6	0	0	
1	60	+	-	+	-	1/3	1/3	91,5	92,0	92,0	92,2	-91,9	91,9	91,9	
4	0	+	0	-	0	-2/3	1/3	92,5	92,7	92,3	92,5	0	-92,5	0	
4	30	+	0	0	0	-2/3	-2/3	99,8	99,1	99,9	99,4	0	0	0	
4	60	+	0	+	0	-2/3	1/3	100,9	100,2	100,1	100,4	0	100,4	0	
7	0	+	+	-	-	1/3	1/3	99,1	98,6	98,7	98,6	98,8	-98,8	-98,8	
7	30	+	+	0	0	1/3	-2/3	96,0	96,2	96,1	96,1	96,1	0	0	
7	60	+	+	+	+	1/3	1/3	93,0	93,1	93,2	93,1	93,1	93,1	93,1	

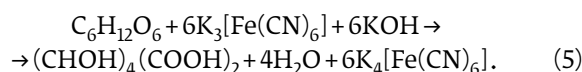
уравнение (4), описывающее зависимость Y от исследуемых факторов x_1 и x_2 :

$$Y = 99,4 + 6,9x_1 + 8,6x_2 - 6,3x_1x_2 - 8,4x_1^2 - 1,3x_2^2. \quad (4)$$

По данным, представленным в табл. 2, установлено, что при введении в реакционную колбу 1,0 см³ 1 н соляной кислоты не достигается 100% степень гидролиза сахарозы; при введении в реакционную колбу 4,0 см³ полнота гидролиза достигается при продолжительности кипячения 30 и 60 с. При нагревании раствора только до кипячения ($x_2 = 0$) сахароза полностью не гидролизует. При введении в реакционную колбу 7,0 см³ 1 н раствора HCl сахароза гидролизует полностью при температуре раствора меньше 100 °С. При большей продолжительности гидролиза сахароза, очевидно, разлагается, образуя продукты гидролиза с большим количеством карбонильных групп. Это свидетельствует о том, что гидролиз сахарозы без разложения продуктов гидролиза можно проводить в интервале изменения первого фактора от 3,0 до 6,0 см³ и второго фактора от 30 до 60 с за исключением 3,0 см³ и продолжительности 30 с, когда полнота гидролиза не достигается. Уточнение оптимальных условий гидролиза сахарозы, с целью определения граничных условий полного гидролиза сахарозы без деградации продуктов реакции дало следующие результаты: полнота гидролиза при введении 4,0; 5,0 и 6,0 см³ 1 н соляной кислоты достигается при продолжительности кипячения 30 с и в том числе 3,0 см³ при кипячении 60 с.

Следовательно, сахароза гидролизует полностью без разложения продуктов гидролиза при введении 1 н соляной кислоты от 4–6 см³ на 10 см³ раствора, при продолжительности кипения 30–60 с. В пищевых объектах, кроме сахарозы, могут присутствовать также лактоза, мальтоза и декстрины, которые при определении общего сахара не должны гидролизироваться, поэтому уточняли условия, исключающие возможность такого гидролиза.

Для исследования были взяты модельные растворы, содержащие лактозу и мальтозу, а также патоку, качество которой контролировалось по ГОСТ 33917-2016 [14]. Содержание общего сахара и редуцирующих веществ определяли феррицианидным методом. Метод основан на восстановлении избыточного гексацианоферрата (III) калия стандартным раствором инвертного сахара или глюкозы (5) в присутствии метиленового синего до полного обесцвечивания:



Метод может быть применен для определения редуцирующих веществ и общего сахара во всех видах пищевого сырья, полуфабрикатов и продуктов питания.

Массу навесок всех объектов рассчитывали по формуле (6) [12, 13]:

$$m = a \cdot V / p, \quad (6)$$

где V – объем мерной колбы, см³;

p – предполагаемое содержание редуцирующих веществ в объекте исследования, %;

a – оптимальная концентрация редуцирующих веществ в водной вытяжке на 100 см³, г (для используемого раствора феррицианида 0,16 г).

Масса навесок исследуемых объектов составила: 2,7 – для патоки; 1,23 – для мальтозы и лактозы.

В ряд конических колб вместимостью 100 см³ вносили пипеткой по 10 см³ исходного раствора содержащего лактозу, мальтозу и патоку. Затем в этот раствор приливали по 4 см³ 1 н раствора HCl, доводили до кипения и кипятили 0; 0,5; 1,0; 2,0 мин, затем быстро охлаждали. После этого вносили 2 см³ 2 н раствора KOH, 25 см³ гексацианоферрата калия (пипеткой), доводили до кипения и кипятили 1 мин. В конце кипячения добавляли 3–4 капли раствора метиленового синего и титровали стандартным раствором глюкозы до обесцвечивания.

Результаты и обсуждение

Данные исследований представлены в табл. 3. Средние значения и величины доверительных интервалов определяли по результатам анализа шести параллельных образцов ($P = 0,95$).

Из данных, представленных в табл. 3, видно, что массовая доля общего сахара во всех модельных образцах незначительно увеличивается (на 0,5%) при кипячении в течение 30 с. При увеличении времени кипячения до 1 мин происходит увеличение общего содержания сахара (до 2%) за счет гидролиза дисахаридов лактозы и мальтозы, а также декстринов, содержащихся в патоке. В связи с этим был проведен гидролиз исследуемых растворов мальтозы, лактозы и декстринов с уменьшением вводимого объема соляной кислоты до 3 см³ и проведены повторные исследования определения общего сахара в модельных образцах при тех же условиях. В результате исследований были получены абсолютные результаты анализа, которые соответствуют данным, представленным в табл. 3, при кипячении 0 мин.

Проверку титриметрического метода определения общего сахара с использованием

Таблица 3. Массовая доля редуцирующих веществ (РВ) и общего сахара в исследуемых образцах

Время кипячения (гидролиза), мин	Лактоза		Мальтоза		Патока	
	РВ, %	общий сахар, % сахарозы	РВ, %	общий сахар, % сахарозы	РВ, %	общий сахар, % сахарозы
0	64,0±0,08	63,9±0,11	61,1±0,06	61,2±0,07	38,0±0,05	38,1±0,11
0,5	64,1±0,11	64,3±0,14	61,2±0,08	61,6±0,12	38,2±0,07	38,7±0,18
1,0	64,2±0,09	65,4±0,11	62,3±0,07	63,0±0,17	38,3±0,09	39,4±0,21
2,0	64,2±0,09	65,4±0,10	62,3±0,09	63,0±0,13	38,3±0,11	39,4±0,18

гексацианоферрата (III) калия, включающим гидролиз сахарозы при температуре 100 °С, проводили в лабораторных условиях. Массовую долю общего сахара в кондитерских изделиях определяли стандартным методом Бертрана (гидролиз сахарозы при температуре 67 °С) и ускоренным (феррицианидным) методом.

Содержание общего сахара в объекте исследования, в % масс. (x) в пересчете на сахарозу рассчитывали по формуле (7), (ГОСТ 5903-89):

$$x = \frac{(n - \rho) \cdot 0,95 \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

где n – объем стандартного раствора глюкозы, израсходованный на восстановление 10 см³ раствора основного реактива (холостой опыт), см³; ρ – объем стандартного раствора глюкозы, израсходованный на дотитрование пробы, см³; m – навеска объекта исследования, мг.

Результаты исследований по содержанию сахара в анализируемых объектах и величины доверительных интервалов (табл. 4) получены путем анализа шести параллельных проб (P=0,95).

Результаты анализа, полученные двумя методами: ускоренным феррицианидным и классическим (по ГОСТ), показывают, что различия в содержании общего сахара для одних и тех же вытяжек объектов кондитерского производства не наблюдаются.

Оценку правильности результатов определения общего сахара, полученных с использованием гексацианоферратного (титриметрического) метода, проводили методом добавок (введено найдено), который заключался

в том, что к определенному объему водной вытяжки объекта с точно известным содержанием общего сахара отмеряли точный объем стандартного раствора сахарозы. Соотношение этих растворов варьировали так, чтобы в реакционную колбу всегда вводить стабильное для данного метода количество общего сахара. Таким образом, в мерные колбы на 100 см³ вносили 50 см³ пробы, состоящей из разных соотношений объемов сахарозы и водной вытяжки исследуемого объекта (табл. 5). Доводили растворы до метки дистиллированной водой. Проводили гидролиз сахарозы при температуре 100 °С (методика проведения гидролиза описана выше). После гидролиза в колбу, содержащую гидролизат объекта, вносили 10 см³ основного реактива гексацианоферрата калия. Полученный раствор доводили до кипения и кипятили 1 мин, прибавляли три капли индикатора – метиленового синего, и, не прекращая кипячение, титровали стандартным раствором глюкозы до исчезновения синей окраски. Содержание

Таблица 4. Содержание массовой доли сахара в кондитерских изделиях

№ п/п	Объект исследования	Массовая доля общего сахара, % сахарозы	
		стандартный метод	ускоренный метод
1	Конфеты «Вечерний звон»	42,0±0,18	42,0±0,14
2	Конфеты «Осенний вальс»	43,0±0,22	43,0±0,18
3	Конфеты «Мишка косолапый»	53,1±0,24	53,1±0,21
4	Конфеты «Огни Москвы»	50,0±0,22	49,8±0,18
5	Конфеты «Замоскворечье»	54,3±0,17	54,5±0,13
6	Шоколад «Аленка»	41,6±0,19	41,6±0,17
7	Шоколад «Бабаевский»	46,5±0,21	46,4±0,14
8	Шоколад «Вдохновенье»	46,1±0,22	46,0±0,19

Таблица 5. Содержание сахарозы в кондитерских изделиях и полуфабрикатах (введено – найдено)

Сахароза		Введено в колбу на 100 см ³					Найдено			
№ п/п колбы	мг в пробе	см ³	Объект (вытяжка)				Общий сахар		Сахароза введенная	
			мг в пробе	Общий сахар, мг	Объем вытяжки, см ³	Объем на дотитрование пробы, см ³	мг	%	мг	%
Шоколад «Аленка»										
1	16	50	—	—	—	0,4	16,1	100,5	16,1	100,5
2	12,8	40	0,066	3,64	10	0,7	16,19	85,2	12,75	99,5
3	9,6	30	0,128	7,2	20	1,3	16,58	75,4	9,7	101
4	6,4	20	0,192	10,8	30	2,2	16,65	64,04	6,35	99,3
5	3,2	10	0,256	14,4	40	2,4	16,95	58,4	10,1	101
6	0	0	0,52	18,1	50	2,5	17,2	53,9	0	0
Вафли фруктовые										
1	16	50	—	—	—	0,8	15,9	99,4	15,9	99,4
2	12,8	40	0,064	3,22	10	0,7	15,78	82,1	12,72	99,5
3	9,6	30	0,128	6,44	20	0,6	16,66	70,0	9,54	99,5
4	6,4	20	0,192	9,67	30	0,5	15,38	60,0	6,3	98,4
5	3,2	10	0,256	12,9	40	0,45	15,34	54,4	3,15	98,4
6	0	0	0,32	16,1	50	0,4	15,3	47,8	0	0
Конфета «Ну-ка отними!»										
1	16	50	—	—	—	0,9	16	100	16	100
2	12,8	40	0,05	3,7	10	1,1	16,38	91	12,86	100,5
3	9,6	30	0,12	7,4	20	1,2	16,5	82,5	9,45	98,5
4	6,4	20	0,174	11,1	30	1,3	16,9	71,1	6,3	98,5
5	3,2	10	0,232	14,8	40	1,4	17,2	65,0	3,1	98,0
6	0	0	0,288	18,5	50	1,6	17,6	61,1	0	0
Печенье сдобное «Ягодное»										
1	16	50	—	—	—	0,5	16,00	100	16	100
2	12,8	40	0,16	3,33	10	0,6	16,24	56,6	12,7	99,2
3	9,6	30	0,32	7,45	20	0,7	16,69	40,0	9,61	100
4	6,4	20	0,48	11,15	30	0,8	16,90	31,1	6,3	98,5
5	3,2	10	0,64	14,96	40	1,0	17,30	25,1	3,1	98,0
6	0	0	0,8	18,6	50	1,2	17,70	22,1	0	0
Патока кукурузная										
1	16	50	—	—	—	0,4	16,1	100,5	16,1	100,5
2	12,8	40	0,06	6,32	10	0,7	18,4	87,7	12,1	100,5
3	9,6	30	0,12	9,47	20	1,4	17,3	76,7	12,1	100,5
4	6,4	20	0,18	12,6	30	2,3	16,6	59,3	6,4	98,0
5	3,2	10	0,24	15,8	40	2,6	15,8	56,1	4,0	100
6	0	0	0,30	19,0	50	2,6	15,8	52,7	0	0

общего сахара (в %) рассчитывали по формуле (8), (ГОСТ 5903-89):

$$x = \frac{1,6(n-p) \cdot 0,95 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m}, \quad (8)$$

где n – объем стандартного раствора глюкозы, израсходованный на восстановление 10 см³ раствора основного реактива (холостой опыт), см³; p – объем стандартного раствора глюкозы, израсходованный на дотитрование пробы, мл; m – навеска объекта исследования, мг; V_1 – объем мерной колбы, используемой для приготовления водной вытяжки, см³; V_2 – объем водной вытяжки, взятой на анализ, см³.

Для снижения погрешности каждый эксперимент повторяли три раза, с отбраковкой статистически недостоверных данных. Результаты анализа приведены в табл. 5.

Представленные в таблице результаты показывают, что процент обнаружения сахарозы, вводимой с учетом исходного содержания сахара в пробе, достаточно высок. Полученная погрешность определений не превышает 2%. Эти данные указывают на то, что ускоренный феррицианидный метод анализа позволяет определить сахар в образцах хлеба, кондитерских изделий и полуфабрикатов с достаточной достоверностью, при этом следует отметить, что и компоненты фона исследуемых объектов не искажают результаты определения содержания сахарозы, то есть при выбранных параметрах гидролиза сахарозы отсутствует гидролиз мальтозы, лактозы, декстринов.

Для оценки точности результатов анализа, полученных методом титрования стандартным раствором глюкозы в присутствии метиленового синего, была проведена статистическая обработка результатов определения сахарозы (%) в объектах хлебопекарного и кондитерского производства. Для расчета

метрологических характеристик получили результаты анализа пяти параллельных образцов из отдельных навесок для каждого объекта. И затем рассчитывали значения стандартного отклонения повторяемости S_r и доверительного интервала $\pm\Delta$ (при $P=0,95$, $f=4$, $t(P, f)=2,78$), который с заданной доверительной вероятностью показывает, в каких пределах находится истинное значение определяемой величины. Данные исследований объектов кондитерского и хлебопекарного производства, выполненных титриметрическим (феррицианидным) методом, с метрологическими характеристиками представлены в табл. 6.

Результаты исследований, приведенные в табл. 4–6, убедительно доказывают, что применение ускоренного феррицианидного метода позволяет получить сходимые результаты, при этом значительно (в 5 раз, по сравнению со стандартным методом определения сахара по ГОСТ 5903-89) сокращается время проведения анализа за счет уменьшения длительности гидролиза сахарозы.

Заключение

В результате проведенных исследований подтверждены оптимальные условия гидролиза сахарозы в реакционной колбе (на 10 см³ пробы необходимо добавлять 4 см³ 1 н раствора HCl, температура – 100 °С, длительность кипячения – 60 с) при этом может наблюдаться незначительный рост редуцирующих веществ (около 2% при кипячении в течение 60 с) за счет гидролиза лактозы и мальтозы. Кроме того, установлено, что при уменьшении объема 1 н раствора HCl до 3 см³ на 10 см³ пробы и кипячении в течение 1 мин лактоза, мальтоза и декстрины не гидролизуются, а поэтому результаты определений не искажаются.

Результаты определения общего сахара в одних и тех же объектах, полученные двумя методами (ускоренным и по ГОСТ), подтверждают возможность применения ускоренного феррицианидного метода и получения с его помощью достоверных данных.

Результаты определения введенной сахарозы в вытяжку, содержащую исследуемую пробу продуктов хлебопекарного и кондитерского производства, и метрологическая обработка результатов анализа позволили дать оценку точности ускоренного феррицианидного метода, включающего выбранные условия гидролиза сахарозы. Таким образом, можно рекомендовать применение ускоренного феррицианидного метода, отличающегося достаточной простотой и высокой сходимостью результатов, для определения редуцирующих веществ и общего сахара во всех видах пищевого сырья, полуфабрикатов и продуктов питания.

Таблица 6. Метрологическая оценка результатов содержания общего сахара (% сахарозы) в объектах кондитерского производства

Объект исследования	Среднее содержание сахарозы, % масс.	Метрологические характеристики, % масс.	
		S_r	$\pm\Delta$
Конфеты «Ну-ка отними!»	60,20	0,045	0,12
Шоколад «Аленка»	51,02	0,094	0,24
Печенье Юбилейное	22,15	0,057	0,15

Литература

1. Тужилкин В. И., Штерман С. В., Бодин А. Б. О роли сахара в современном мире. Часть II. Пищевая промышленность. 2012. 8:68–71.
2. Богданова В. В. Определение массовой доли общего сахара ускоренным фотоэлектроколориметрическим методом с раствором бихромата калия. Наука молодых. Сборник трудов межвузовской научно-практической конференции, Орел. Издательство Картуш (Москва). 2021. 50–54.
3. Церен-Убушиева Д. В., Дербетова Н. Б. Перманганатометрическое определение сахарозы в растительном материале по Бертрону. Актуальные проблемы химии и методики преподавания химии. 2012. 160–163.
4. Кульнева Н. Г. Использование современных методов при оценке качества сахаров. Проблемы и перспективы научно-инновационного обеспечения агропромышленного комплекса регионов. 2022. 356.
5. Вешняков В. А., Хабаров Ю. Г., Камакина Н. Д. Сравнение методов определения редуцирующих веществ: метод Бертрона, эбулиостатический и фотометрический методы. Химия растительного сырья. 2008. 4: 47–50.
6. Карабанова А. Г., Мицуля Т. П. Сравнительная характеристика методов определения инвертированного сахара в меде. Безопасность городской среды. Материалы VIII Международной научно-практической конференции. 2018. 54–59.
7. Гончарук В. В. и др. Катализ. Механизмы гомогенного и гетерогенного катализа, кластерные подходы. Киев: Наук. Думка, 2002. 541 с.
8. Чесноков Н. В. и др. Изучение реакции кислотно-каталитического гидролиза сахарозы. Журнал Сибирского федерального университета. Химия. 2012. 5.3: 311–319.
9. Сапронов А. Р., Колчева Р. А. Красящие вещества и их влияние на качество сахара. Сахар. 1974.
10. Мишук Р. Ц. Кинетика разложения сахарозы в концентрированном растворе. Сахар. 2017. 5:24–28.
11. Атабаева З. Сравнительная характеристика методов определения сахара в булочных и мучных кондитерских изделиях. Innovations in Technology and Science Education. 2023. 2(6): 49–52.
12. ГОСТ 5903-89. Изделия кондитерские. Методы определения сахара. М.: Стандартинформ, 2012. 25 с.
13. ГОСТ 5672-2022. Изделия хлебобулочные. Методы определения массовой доли сахара. М.: Стандартинформ, 2022. 24 с.
14. ГОСТ 33917-2016. Патока крахмальная. Общие технические условия. М.: Стандартинформ, 2017. 52 с.

References

1. Tuzhilkin V. I., Shterman S. V., Bodin A. B. About the role of sugar in the modern world. Chast' II. Pishhevaya promyshlennost' = Food industry. 2012. 8: 68–71.
2. Bogdanova V. V. Determination of the mass fraction of total sugar by accelerated photoelectrocolorimetric method with a solution of potassium bichromate. Nauka molodyx = Science of the Young. Proceedings of the interuniversity scientific-practical conference, Orel. Kartush Publ. (Moscow). 2021. 50–54.
3. Ceren-Ubushieva D. V., Derbetova N. B. Permanganatometric determination of sucrose in plant material by Bertrand. Aktual'ny'e problemy' khimii i metodiki prepodavaniya khimii = Actual problems of chemistry and methods of teaching chemistry. 2012. 160–163.
4. Kul'neva N. G. The use of modern methods in assessing the quality of sugars. Problemy' i perspektivy' nauchno-innovacionnogo obespecheniya agropro = Problems and prospects of scientific and innovative support of agro-industrial. 2022. 356.
5. Veshnyakov V. A., Xabarov Yu. G., Kamakina N. D. Comparison of methods for determining reducing substances: Bertrand method, ebullioscopic and photometric methods. Khimiya rastitel'nogo syrya = Chemistry of Plant Raw Material. 2008. 4: 47–50.
6. Karabanova A. G., Micyulya T. P. Comparative characteristics of methods for determining inverted sugar in honey. Bezopasnost' gorodskoj sredy' = Safety of the urban environment. Materials of the VIII International Scientific and Practical Conference. 2018. 54–59.
7. Goncharuk V. V. i dr. Kataliz. Catalysis. Mechanisms of homogeneous and heterogeneous catalysis, cluster approaches. Kiev: Nauk. Dumka Publ., 2002. 541.
8. Chesnokov N. V. i dr. The study of the reaction of acid-catalytic hydrolysis of sucrose. Zhurnal Sibirskogo federal' nogo universiteta. Khimiya = Journal of the Siberian Federal University. Chemistry. 2012. 5.3: 311–319.
9. Sapronov A. R., Kolcheva R. A. Coloring substances and their effect on the quality of sugar. Sahar = Sugar. 1974.
10. Mishhuk R. Cz. Kinetics of decomposition of sucrose in a concentrated solution. Sahar = Sugar. 2017. 5:24–28.
11. Atabaeva Zebo. Comparative characteristics of methods for determining sugar in bakery and flour confectionery products. Innovations in Technology and Science Education. 2023. 2(6): 49–52.
12. GOST 5903-89. Confectionery. Methods for determination of sugar. M.: Standartinform Publ., 2012. 25 p.
13. GOST 5672-2022. Bakery products. Methods for determination of sugar content. M.: Standartinform Publ., 2022. 24 p.
14. GOST 33917-2016. Starch syrup. General specifications. M.: Standartinform Publ., 2017. 52 p.

Статья поступила в редакцию 06.03.2023

Принята к публикации 06.06.2023



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



1090 руб.

АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

коллективная монография

под ред. Карнова Ю.А., Барановской В.Б., Житенко Л.П.

М.: ТЕХНОСФЕРА, 2019. – 400 с. ISBN 978-5-94836-554-1

Благородные (драгоценные) металлы относятся к важнейшим видам современных материалов. Они являются валютными ценностями, широко применяются в ювелирном деле, в электронной, химической, машиностроительной промышленности, в медицине и многих других областях человеческой деятельности. Функциональные свойства этих материалов неразрывно связаны с их химическим составом, который устанавливают с помощью аналитического контроля. В настоящей монографии рассмотрены современные методы анализа (атомно-спектральные, рентгеноспектральные, физико-химические и другие), методы пробирного концентрирования, методики аналитического контроля конкретных объектов, стандарты на методы анализа и проблемы развития аналитической химии благородных металлов. Эта информация представляет интерес для работников аналитических лабораторий, научно-исследовательских организаций и многочисленных потребителей материалов и изделий, содержащих благородные металлы.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

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

3-6 ОКТЯБРЯ 2023



XII ПЕТЕРБУРГСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГАЗОВЫЙ ФОРУМ

ГЕНЕРАЛЬНЫЙ ПАРТНЕР



ГЕНЕРАЛЬНЫЙ СПОНСОР



ПАРТНЕРЫ



КОНГРЕССНО-ВЫСТАВОЧНЫЙ ЦЕНТР
ЭКСПОФОРУМ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГ, ПЕТЕРБУРГСКОЕ ШОССЕ, 64/1
+7 (812) 240 40 40 (ДОБ. 2626), GF@EXPOFORUM.RU

18+



@GASFORUMSPB

ПОДПИСЫВАЙТЕСЬ
НА НАШ TELEGRAM-КАНАЛ
И ЧИТАЙТЕ НОВОСТИ
РАНЬШЕ ВСЕХ!

GAS-FORUM.RU

Определение Т-2-токсина методом газо-жидкостной хроматографии с детектором ЭЗД после дериватизации трифторуксусным ангидридом

И. А. Филенко, к. т. н.¹

УДК 543.544.3

Содержание микотоксинов в пищевой продукции зерновой природы – один из показателей ее безопасности. В статье описано определение Т-2-токсина в современных лабораторных условиях на отечественном оборудовании. Предложена формула расчета, не требующая сравнения площадей пиков. Установлен более широкий диапазон определяемых концентраций Т-2-токсина. Проведена статистическая обработка результатов и рассчитаны метрологические характеристики.

Ключевые слова: Т-2-токсин, газовая хроматография, ЭЗД-детектор, дериватизация

Введение

Т-2-токсин (рис. 1) – один из наиболее токсичных представителей группы трихотеценовых микотоксинов, синтезируемых плесневыми грибами рода *Fusarium* [1]. Он оказывает разрушающее действие на кровеносную, иммунную, нервную системы, пищеварительный тракт, кожу [2]. Содержание Т-2-токсина в зерне, продуктах питания зерновой природы, кормах, комбикормовом сырье регламентировано в соответствующих нормативных документах.

Наиболее распространенными способами определения Т-2-токсина являются хроматографические методы. Помимо них, получили развитие иммуноферментные методы [3, 4], однако отмечается их меньшая точность в сравнении с хроматографией [5].

Для методов ВЭЖХ и УВЭЖХ (HPLC, UPLC) предложены различные способы дериватизации

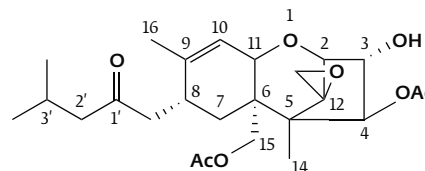


Рис. 1. Т-2-токсин

и детектирования аналита, позволяющие достичь низких пределов обнаружения и воспроизводимости результатов [6, 7]. Так, в [6] приводится предел обнаружения 0,005 мг/кг, степень извлечения аналита 80–99% и стандартное отклонение менее 6%.

Наиболее современным и усовершенствованным методом определения микотоксинов, включая Т-2, признается ВЭЖХ с масс-спектрометрическим детектированием. Вместе с этим, разнообразие анализируемых матриц, химическое родство Т-2-токсина и его метаболитов требуют дальнейшего освоения, валидации и верификации метода [8]. Однако несмотря на то, что в России

¹ ФГБУН Всероссийский институт научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН), Москва, Россия. technologistf@mail.ru.

принят стандарт на определение Т-2-токсина методом хромато-масс-спектрометрии [9], его нельзя назвать распространенным в рядовых химико-аналитических лабораториях ввиду сложности и высокой стоимости соответствующего оборудования.

В испытательных лабораториях санитарно-гигиенического профиля для этих целей чаще применяют метод газовой хроматографии с детектором электронного захвата (ГХ-ЭЗД, GC-ECD). Между тем, количество исследований, посвященных ГХ-методам определения Т-2, сравнительно невелико, а имеющиеся – демонстрируют различные подходы к определению [10]. Так, для дериватизации Т-2-токсина применяются ангидриды трифторуксусной (ТФАА) и пентафторпропановой (PFPA) кислот, N-гептафторбутирил имидазол (НВFI) [11–14]. В исследованиях используют различные капиллярные колонки и режимы хроматографирования: температурные градиенты, газы-носители и их скорости.

В России нормативными документами для определения Т-2-токсина методом ГХ-ЭЗД являются МУ 3184-84 [15] и ГОСТ 33682-2015 [16]. Оба документа устарели морально и технически. Сравнение текстов позволяет сделать вывод, что в технической части ГОСТ, несмотря на свою сравнительную новизну, является калькой МУ, применяемых с 1984 года. Так, для обработки хроматограмм «площадь пика определяют умножением высоты пика на ширину пика на половине его высоты» [15, 16], что давно вышло из практики с внедрением интеграторов. В качестве оборудования приводятся набивные колонки, которые в лабораторной практике применяются все реже. Расчет результата осуществляется по формуле, предусматривающей дополнительное последовательное введение стандарта и вычисление отношения площадей пиков. Весьма скудно представлены метрологические характеристики метода – в МУ приводится значение (точнее, диапазон значений) относительного стандартного отклонения, в ГОСТ отсутствуют и эти сведения. В качестве градуировочных стандартов рекомендованы две точки 0,2 и 0,5 мкл раствора ТФА-производного стандарта Т-2-токсина, что соответствует 5 и 12,5 нг Т-2-токсина. Для предела обнаружения приводится значение 0,05 мг/кг, в то время как современное оборудование позволяет достичь гораздо лучшей чувствительности. Помимо этого, современные требования к аккредитованным лабораториям (ГОСТ 17025-2019, п. 7.6) предписывают вычисление неопределенности результатов измерений, а в опубликованных на данный момент работах они не приводятся.

Настоящая статья посвящена попытке устранения этих недочетов и усовершенствованию методики определения массовой концентрации Т-2-токсина в пищевой продукции методом газо-жидкостной хроматографии с капиллярной колонкой и ЭЗД-детектированием с акцентом на использование, где это возможно, оборудования и реагентов российского производства.

Объекты и методы исследования

В качестве объекта исследования отбирали пробы пищевой продукции зерновой природы, не содержащей Т-2-токсин. В пробы вводилась рассчитанная стандартная добавка Т-2. Методику газохроматографического определения Т-2 разрабатывали на основе стандартизированных методик (МУ 3184-84, ГОСТ 33682-2015) [15, 16]. Для дериватизации Т-2-токсина использован трифторуксусный ангидрид (ТФА, ТФАА). По методу «введено-найдено» определена степень извлечения аналита.

Экстракцию из отобранной пробы и очистку экстракта проводили в соответствии с ГОСТ 33682-2015 [16], п. 5.1, 5.2.

Для получения ТФА-производного использовали приготовленный экстракт и, параллельно, стандарт Т-2-токсина. В мерную пробирку на 5 мл добавляли 50 мкл стандартного раствора Т-2-токсина в бензоле, 250 мкл бензола, 50 мг свежепрокаленного карбоната натрия и 50 мкл трифторуксусного ангидрида. Пробирку закрывали стеклянной притертой пробкой и перемешивали при температуре 20÷25 °С в течение 30 мин на лабораторном вортексе (Multi Speed Vortex MSV-3500) при RPM=500. Содержимое пробирок разбавляли бензолом до 1 мл и фильтровали через химическую воронку с кусочком ваты в другую пробирку на 5 мл, карбонат натрия на фильтре промывали 0,5 мл бензола. Объединенные бензольные фильтраты упаривали досуха в слабой струе азота (ОСЧ). Остаток растворяли в 200 мкл бензола и анализировали.

Анализ Т-2-токсина в бензольных экстрактах проводили с помощью газового хроматографа «Кристаллюкс-4000М» (ООО «НПФ «Мета-Хром», г. Йошкар-Ола). Параметры хроматографирования: капиллярная колонка (Restek, Rtx-5, Crossbond 5% diphenyl / 95% dimethyl polysiloxane, 60 м × 0,25 мм × 0,25 мкм), газ-носитель – азот ОСЧ, давление на входе в колонку 3 атм, температура испарителя 240 °С, температура детектора 260 °С, деление потока 1:10, температура термостата колонки: 1 мин 190 °С, подъем до 200 °С со скоростью 10 °С/мин. Время анализа 45 мин.

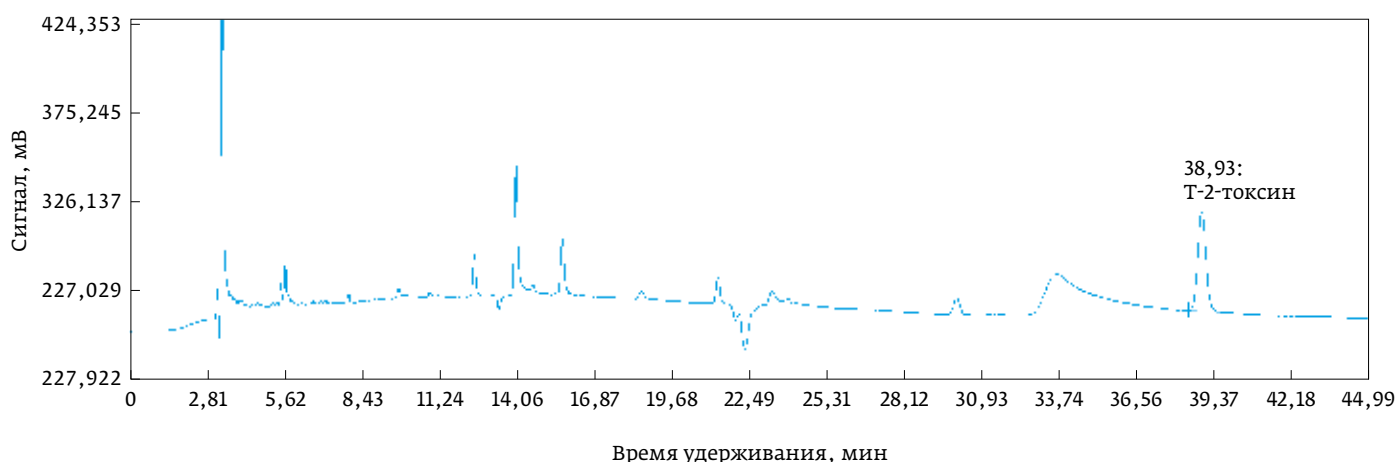


Рис. 2. Хроматографический пик Т-2-токсина (38,93 мин)

Реактивы: трифторуксусный ангидрид (ТФАА) $\geq 99\%$, для газовой хроматографии, Sigma-Aldrich 106232; бензол, квалификация «ХЧ для хроматографии», АО «ВЕКТОН»; стандартный образец состава раствора Т-2-токсина в бензоле (Т-2-100) ГСО 7942-2001, ФГБНУ «ВНИИВСГЭ».

Градуировочная зависимость построена по пяти точкам: 0,1; 0,5; 2,0; 10; 25 мг/л. Полученный массив точек аппроксимирован линейной зависимостью с RSD 2,94%. $R^2 = 0,9952$. Обработку пиков вели по площади.

Расчет содержания Т-2-токсина проводили по формуле

$$C = \frac{V_1 V_3 C_x}{V_2 m} \text{ [млн}^{-1}\text{]}, \quad (1)$$

где V_1 – объем экстрагирующего растворителя, мл (100 мл); V_2 – объем фильтрата, взятый для анализа, мл (70 мл); V_3 – объем бензольного раствора ТФА-производного, мл (0,2 мл); C_x – показания прибора, мг/л; m – навеска пробы, г (20 г).

Таблица 1. Степень извлечения Т-2-токсина из модельных объектов

Объект исследования	Введено, мг/кг	Найдено, мг/кг	Степень извлечения, %
Мука пшеничная	1,0	0,90	90
Хлеб ржаной	1,0	0,95	95
Булка из пшеничной муки	1,0	0,94	94

Результаты исследований и их обсуждение

Время удерживания (Retention time) в условиях эксперимента составило 38,9 мин. На рис. 2 приведен пример хроматограммы.

В результате построения градуировочной зависимости по большему количеству точек расширены границы определяемых содержаний.

Содержание Т-2-токсина в сырье, вычисленное по (1) и соответствующее предельным точкам калибровочной зависимости, определяется в диапазоне $[0,0014 \div 0,35]$ млн⁻¹ (мг/кг), что значительно шире, чем регламентировано МУ 3184-84 $(0,05 \div 0,1 \text{ мг/кг})$ [15].

Степень извлечения Т-2-токсина в условиях эксперимента составляла 90–95%. В табл. 1 приведены степени извлечения Т-2-токсина для различных модельных объектов.

Таблица 2. Показатели точности анализа, %

Предел повторяемости, r_d	10
Предел внутрилабораторной прецизионности, R_d	16
Границы интервала, в котором погрешность анализа находится с вероятностью $P = 0,95$, Δ_d	11

Таблица 3. Значения неопределенности измерений, %

Относительная суммарная неопределенность, u_c	5,8
Относительная расширенная неопределенность, U	12
Коэффициент охвата, k , для уровня доверия 0,95	2

ООО «Промышленные Экологические Лаборатории»

- Имеем большой опыт оснащения лабораторий
- Соблюдаем все требования
- Проводим аудит ресурсов на соответствие ГОСТ 17025-2019
- Помогаем готовить проекты и технико-экономические обоснования

**ПОЗВОНИТЕ НАМ!
с нами оснастить лабораторию
УДОБНО и ВЫГОДНО!**

ПРОМОКОД А-2023-1

ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ



ЛАБОРАТОРНАЯ МЕБЕЛЬ

- Шкафы вытяжные
- Ламинарные боксы
- Шкафы для хранения
- Столы лабораторные
- Шкафы и тумбы для хранения ЛВЖ
- Мебель для персонала

ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

- Спектрофотометры
- Ротационные испарители
- Сушильные шкафы
- Инкубаторы
- Лабораторные мешалки и шейкеры
- Дистилляторы и системы очистки воды



УСТАНОВКИ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ДЕКОНТАМИНАЦИИ СТОКОВ

- Для обеззараживания отходов, зараженных патогенами I-IV группы ПБА.
- Централизованные и локальные установки
- Установки, совмещенные с лабораторными мойками.
- Для размещения в лабораториях, вивариях, инфекционных отделениях и палатах медицинских учреждений (или м/о).
- Проектирование, изготовления, монтаж «под ключ».

ОДНОКАНАЛЬНЫЕ ДОЗАТОРЫ MicroPette Plus

ДОСТОИНСТВА ДОЗАТОРОВ:

- Номер в госреестре 85773-22. Каждый дозатор проверяется перед отгрузкой
- Модели постоянного и переменного объема дозирования от 0,1 мкл до 5 мл
- Полностью автоклавируется
- Легкий вес и эргономичный дизайн
- Плавный и легкий механизм дозирования
- Конструкция помогает избежать перенапряжения кисти руки
- Удобный индикатор объема дозирования
- Инструмент для обслуживания и калибровки входит в комплект поставки



(812) 309-29-40



info@pe-lab.ru

ПРОМЫШЛЕННЫЕ
ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ
ЛАБОРАТОРИИ
www.pe-lab.ru

DUAB

Проведено сопоставление времени выхода и формы пика в зависимости от температурных режимов. Установлено, что высокая начальная температура режима хроматографирования (190 °С) сокращает время анализа, не оказывая влияния на форму и площадь пика определяемого вещества.

В табл. 2 приведены результаты статистической обработки двадцати параллельных определений с изменяемыми параметрами – время, оператор при $n=2$, $P=0,95$. Для оценки однородности дисперсий и наличия выбросов результаты анализировали по критериям Кохрена и Граббса. Обработку результатов проводили по РМГ 61-2010 [17] в условиях внутривлабораторной прецизионности.

В работе также рассчитаны значения неопределенности измерений [18, 19] (табл. 3).

Заключение

Проведенные исследования позволили актуализировать данные по определению Т-2-токсина с помощью газо-жидкостной хроматографии с ЭЗД-детектором – наиболее применяемым в рутинных анализах методом. Для выбранных параметров процесса установлено время удерживания Т-2-токсина и рассчитаны метрологические характеристики. Расширен по сравнению с действующими методиками диапазон измерения содержания Т-2-токсина в сырье и оценена степень его извлечения во время пробоподготовки.

Литература / References

- Awuchi C. G., Ondari E. N., Ogbonna C. U., Upadhyay A. K., Baran K., Okpala C. O. R., Korzeniowska M., Guiné R. P. F. Mycotoxins affecting animals, foods, humans, and plants: types, occurrence, toxicities, action mechanisms, prevention, and detoxification strategies – a revisit. *Foods*. 2021. 10(6): 1279.
- Kalantari H., Mousavi M. Review on T-2 toxin. *Jundishapur Journal of Natural Pharmaceutical Products*. 2010. 5(1): 26–38.
- ГОСТ 34108-2017. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение содержания микотоксинов прямым твердофазным конкурентным иммуноферментным методом. М.: Стандартинформ, 2020. 20 с.
GOST 34108-2017. Feed, compound feed, feed raw materials. Determination of mycotoxin content by direct solid-phase competitive enzyme immunoassay. М.: Standartinform Publ., 2020. 20 p.
- Мишина Н. Н., Семенов Э. И., Папуниди К. Х. Применение конъюгата Т-2 токсина с полилизинном для обнаружения Т-2 токсина в конкурентном ИФА. *Ветеринарный врач*. 2017. 4: 33–40.
Mishina N. N., Semyonov E. I., Papunidi K. H. Application of a T-2 toxin conjugate with polylysine for the detection of T-2 toxin in a competitive EIA. *Veterinarnyj vrach = Veterinarian*. 2017. 4: 33–40.
- Adunphatcharaphon S. et al. The evolution of multiplex detection of mycotoxins using immunoassay platform technologies. *Journal of Hazardous Materials*. 2022. P. 128706.
- Pascale M., Panzarini G., Visconti A. Determination of HT-2 and T-2 toxins in oats and wheat by ultra-performance liquid chromatography with photodiode array detection. *Talanta*. 2012. 89: 231–236.
- Pascale M., Haidukowski M., Visconti A. Determination of T-2 toxin in cereal grains by liquid chromatography with fluorescence detection after immunoaffinity column clean-up and derivatization with 1-anthrolylnitrile. *Journal of Chromatography A*. 2003. 989(2): 257–264.
- Гогина Н. Н. Содержание Т-2 и HT-2 микотоксинов в кормах и их влияние на переваримость питательных веществ у мясных кур: дис. канд. с.-х. наук: 06.02.08 ФНЦ «ВНИТИП» РАН, Сергиев Посад, 2020. 166 с.
Gogina N. N. The content of T-2 and HT-2 mycotoxins in feed and their effect on the digestibility of nutrients in meat chickens: dissertation of the Candidate of Agricultural Sciences 06.02.08 FNC VNITIP RAN, Sergiev Posad. 2020. 166 p.
- ГОСТ 34140-2017. Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Метод определения микотоксинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием. М.: Стандартинформ, 2020. 20 с.
GOST 34140-2017 Food products, feed, food raw materials. Method for the determination of mycotoxins using high-performance liquid chromatography with mass spectrometric detection. М.: Standartinform Publ., 2020. 20 p.
- Krska R. et al. Determination of T-2 and HT-2 toxins in food and feed: An update. *World Mycotoxin Journal*. 2014. 7(2): 131–142.
- Kotal F. et al. Determination of trichothecenes in cereals. *Journal of Chromatography A*. 1999. 830(1): 219–225.
- Majerus P., Hain J., Scheer M. T-2 and HT-2 toxin analysis in cereals and cereal products following IAC cleanup and determination via GC-ECD after derivatization. *Mycotoxin Research*. 2008. 24(1): 24–30.
- Cohen H., Lapointe M. Capillary gas chromatographic determination of T-2 toxin, HT-2 toxin, and diacetoxyscirpenol in cereal grains. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*. 1984. 67(6): 1105–1107.
- Kong W. et al. Validation of a gas chromatography-electron capture detection of T-2 and HT-2 toxins in Chinese herbal medicines and related products after immunoaffinity column clean-up and pre-column derivatization. *Food chemistry*. 2012. 132(1): 574–581.
- МУ 3184-84. Методические указания по обнаружению, идентификации и определению содержания Т-2 токсина в пищевых продуктах и продовольственном сырье. М., 1984. 12 с.
MU 3184-84. Guidelines for the detection, identification and determination of the T-2 toxin content in food products and food raw materials. Moscow, 1984. 12 p.
- ГОСТ 33682-2015. Продукты пищевые. Определение Т-2 токсина хроматографическим методом. Минск, 2015. 8 с.
GOST 33682-2015. Food products. Determination of T-2 toxin by chromatographic method. Minsk, 2015. 8 p.
- РМГ 61-2010. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2012. 62 с.
RMG 61-2010. State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation. М.: Standartinform Publ., 2012. 62 p.
- ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартинформ, 2018. 104 с.
GOST 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. М.: Standartinform Publ., 2018. 104 p.
- Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК СГ 4. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Третье издание. 2012. 165 с.
EURACHEM/CITAC Manual CG 4. Quantitative description of uncertainty in analytical measurements. Third edition. 2012. 165 p.

Статья поступила в редакцию 15.05.2023

Принята к публикации 01.06.2023

Оценка качества гидрохимической информации с учетом метрологических требований

Р. А. Белоусов¹, А. А. Назарова, к. х. н.¹, О. М. Розенталь, д. т. н.²

УДК 543.3+543.08

Проанализировано влияние точности измерений на корректность заключений о соответствии качества вод установленным требованиям. Показано, что нормы погрешности составляют 30% в среднем по распространенным загрязняющим веществам, свойственным питьевым водам и 40% – по веществам, свойственным природным водам. При этом риск ложных заключений о соответствии / несоответствии воды метрологическим требованиям достигает 20–50% в диапазоне от 0,9–1,2 ПДК до 0,6–3,3 ПДК при нормах погрешности измерений, характерных для распространенных загрязняющих веществ. Сделан вывод о необходимости оптимального выбора методик и средств измерений опасных веществ, гарантирующего допустимый риск ложных заключений.

Ключевые слова: показатель качества вод, погрешность измерений, норма погрешности, приписанная характеристика погрешности, заключение о соответствии/несоответствии

Введение

Масштабность водного фонда России на протяжении многих десятилетий создавала иллюзию его неиссякаемости и возобновляемости. В действительности же этот огромный природный ресурс исчерпывается, причем происходит это намного быстрее, чем предполагалось. И в ближайшие десятилетия последствия этого могут быть катастрофическими. Иными словами, прогрессирующее снижение качества природных и питьевых вод привело к пониманию необходимости рационального водопользования, прежде всего в наиболее освоенных районах страны, где сосредоточена основная часть населения и производственного потенциала [1]. В этой связи в настоящее время актуализируется потребность в информации о качестве вод и динамике его изменения. Соответственно, для снижения риска ошибочных управленческих решений, необходимо применять более сложные методы, чем используемые в России в настоящее время [2]. В частности, необходима безошибочная

оценка соответствия/несоответствия содержания загрязняющих веществ установленной предельно допустимой концентрации (ПДК), что требует корректного учета погрешности результатов измерений.

Точность измерений

Аттестованными методиками измерений предусмотрено установление границ ($\pm\Delta$) приписанной погрешности, в которых искомая величина находится с заданной доверительной вероятностью P [3]. Условием обеспечения единства измерений является требование о том, чтобы Δ не превышала установленной нормы погрешности Δ_H [4–6] в заданном диапазоне концентраций C загрязняющего воду вещества.

Анализ показывает, что нормы относительной погрешности $\delta_H = \Delta_H / C$ при $C \approx \text{ПДК}$ для распространенных в природной и питьевой воде веществ увеличиваются при снижении ПДК, преимущественно в диапазоне 20–80% и увеличиваются при снижении ПДК (рис. 1).

Полученная зависимость легко объяснима: чем токсичнее вещество, тем меньше ПДК (ОДУ) и тем более чувствительный метод должен быть использован.

¹ ФГБУ «Гидрохимический институт», r.belousov@gidrohim.com.

² Институт водных проблем РАН.

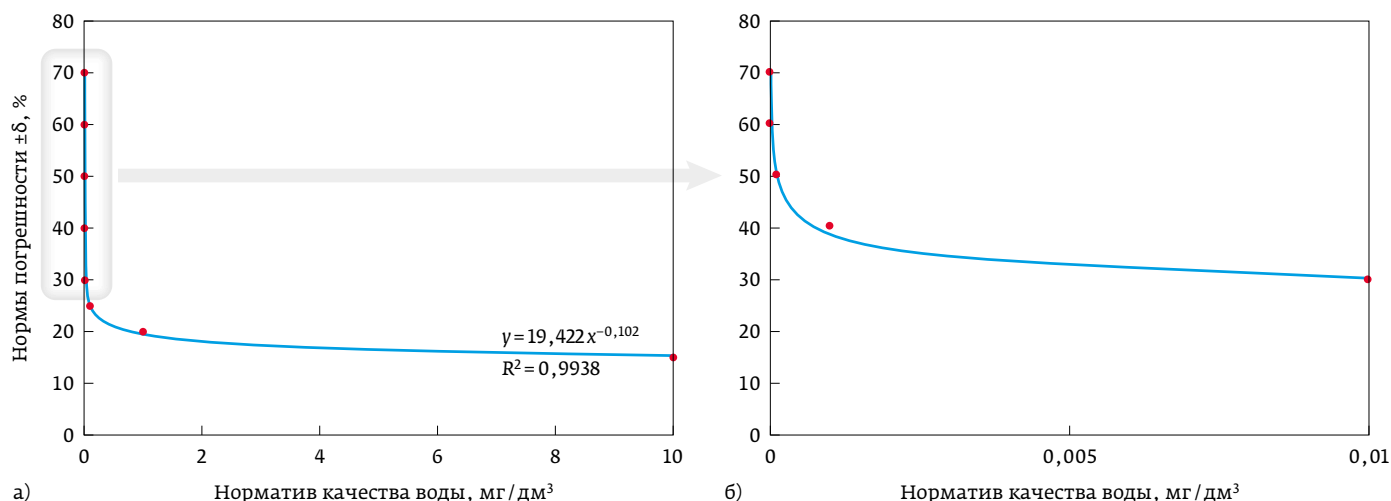


Рис. 1. Зависимость нормы погрешности от норматива качества воды (а). Увеличенная часть рис. 1а (б)

Это приводит к многостадийной пробоподготовке и, следовательно, к высокой погрешности (неопределенности) метода. Так, например, в питьевой воде ОДУ γ -ГХЦГ составляет 4 мкг/дм³ [7], процедура анализа представляет собой сложный многостадийный процесс [8], что повышает погрешность измерения. Погрешность измерения этого вещества по аттестованной методике $\delta=30\%$ [8], а норма погрешности $\delta_n=50\%$ [4] при принятой здесь и далее доверительной вероятности $P=0,95$. Следовательно, если измеренная концентрация $C_0=0,0005$ мг/дм³, то истинная концентрация γ -ГХЦГ находится в пределах 0,00035–0,00065 мг/дм³ – величин, разность между которыми составляет 60% C_0 .

С другой стороны, даже для хрома (ПДК которого в питьевой воде значительно выше – 0,05 мг/дм³ [7]), указанная разность будет составлять 24% от измеренной концентрации. Погрешность измерения по аттестованной методике в диапазоне 20–150 мкг/дм³ путем фотометрического измерения составляет 6 мкг/дм³ [9]. Таким образом, при измеренной концентрации 0,05 мг/дм³, истинная концентрация находится в пределах 0,044–0,056 мг/дм³, чем и определяется величина вышеприведенной разности.

Описанные примеры показывают, насколько важен учет погрешности при формулировании выводов о пригодности воды установленным требованиям. Проиллюстрировать зависимость значений нормы погрешности измерений в зависимости от ПДК можно при помощи рис. 2 и 3. Как видно, распределения характеризуются хорошо выраженной одномодальностью, причем, для 95% веществ ПДК в питьевой воде заданы в пределах 0,001–10 мг/дм³

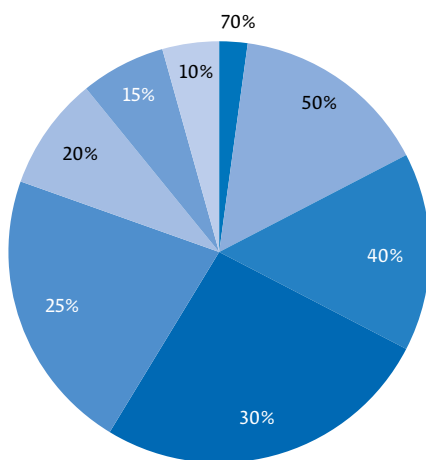


Рис. 2. Распределение значений нормы погрешности измерений в зависимости от ПДК загрязняющих веществ в питьевой воде. Нормы погрешности указаны в виде цифровой подписи на диаграмме, весь круг соответствует 100% контролируемых показателей

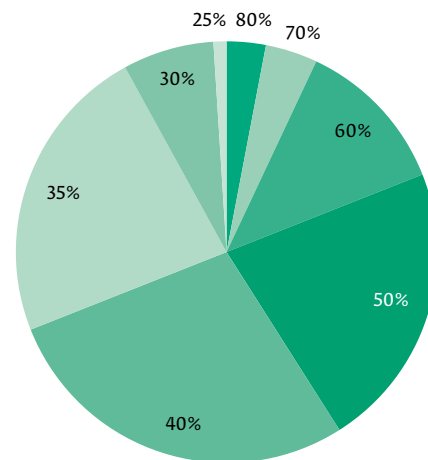


Рис. 3. Распределение значений нормы погрешности измерений в зависимости от ПДК загрязняющих веществ в природной воде. Нормы погрешности указаны в виде цифровой подписи на диаграмме, весь круг соответствует 100% контролируемых показателей

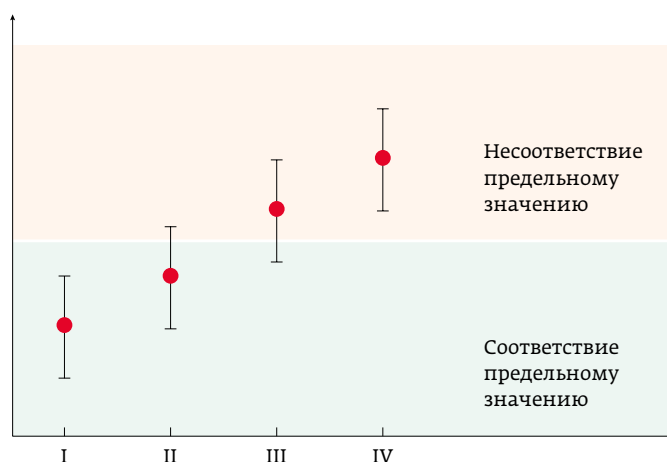


Рис. 4. Варианты результатов испытаний по сравнению с ПДК

при $\delta_n = (0,2-0,4)$ ПДК, и для 73% веществ ПДК в природной воде заданы в пределах $0,001-1$ мг/дм³ при $\delta_n = (0,3-0,5)$ ПДК. В среднем погрешность измерений при оценке качества питьевой воды составляет $0,3$ ПДК, а природной – $0,4$ ПДК.

Вероятность ошибочных выводов о качестве вод

Сегодня распространена практика принятия решения о качестве воды без учета погрешности/неопределенности метода измерения. То есть, если измеренная концентрация меньше, либо равна ПДК ($C \leq \text{ПДК}$), то вода пригодна для использования, если больше ($C > \text{ПДК}$), то – нет [4]. При этом, в документах на методики контроля качества вод результаты измерений указывают в виде: $C \pm \Delta$, P [8, 10]. Если мы обратимся к мировому опыту, то, согласно [11] у нас могут возникнуть четыре варианта развития событий (рис. 4).

Отличные от нуля вероятности α ложного признания несоответствия воды установленным требованиям (измеренная концентрация больше ПДК, а истинная – не больше) и β ложного признания соответствия (измеренная концентрация не больше ПДК, а истинная – больше) существуют при любых значениях C , однако, в ситуациях I и IV они незначительны. Так, например, в ситуации I: $\beta \leq (1-P)/2 = 0,025$, поскольку $P = 0,95$. Очевидно, что малые значения β характерны либо для методик с низкой погрешностью, либо в ситуации, когда измеренная концентрация контролируемого параметра намного меньше ПДК (см. табл. 1 [12]).

Пример 1. Концентрация железа в питьевой воде, измеренная по методике [10], составляет $0,15$ мг/дм³.

Таблица 1. Максимальные значения результатов измерений, для которых $\beta \leq 2,5\%$ при указанных значениях приписанной характеристики погрешности

$\pm \delta, \%$	10	20	30	40	50	60	70
d , доли ПДК	0,91	0,83	0,77	0,71	0,67	0,63	0,59

ПДК железа, согласно [7] равна $0,3$ мг/дм³. Следовательно, делается вывод о соответствии воды установленным требованиям по данному показателю. Насколько достоверно это заключение?

Решение: Сначала рассчитываем концентрацию железа в долях ПДК:

$$C/\text{ПДК} = \frac{0,15 \text{ мг/дм}^3}{3 \text{ мг/дм}^3} = 0,5.$$

В диапазоне концентраций $0,04-0,25$ мг/дм³ $\delta = 20\%$ [10]. Следовательно, результат измерений не превышает максимального по табл. 1, то есть $\beta \leq 2,5\%$.

Заключение: вывод достоверен, вероятность ошибки минимальна.

При варианте II мы также приходим к выводу о соответствии, но с повышенным значением величины β , равной при принятом здесь и далее предположении о нормальном распределении концентрации $1 - F\left(\frac{\text{ПДК} - C}{\sigma}\right)$, где $F(x)$ – функция нормального

распределения, $\sigma = \frac{\Delta}{z_p}$ – среднеквадратическое отклонение, $z_p = 1,96$ – квантиль при $P = 0,95$. Из табл. 2 видно, что искомая вероятность увеличивается практически до 50% – значения, при котором правильные и ложные заключения о соответствии могут быть равновероятны, при $\delta > 40\%$ и $c > 0,85$.

Пример 2. Какова будет вероятность ошибочного вывода о соответствии концентрации никеля в природной воде (рыбохозяйственного значения) установленным требованиям, если его измеренная концентрация $C = 0,009$ мг/дм³? Измерения проводили методом ААС с электротермической атомизацией.

Решение:

- Согласно [13] ПДК никеля в природной воде равна $0,01$ мг/дм³.
- Рассчитываем концентрацию никеля в долях ПДК:

$$\frac{C}{\text{ПДК}} = \frac{0,009 \text{ мг/дм}^3}{0,01 \text{ мг/дм}^3} = 0,9.$$

- В соответствии с [10] $\delta = 30\%$ в диапазоне концентраций от $0,001$ до $0,05$ мг/дм³.
- Согласно табл. 2 получаем $\beta = 23\%$.

Таблица 2. Вероятность ошибочного вывода (β , %)

С/ПДК	Границы погрешности $\pm\delta$, при $P=0,95$							
	10	20	30	40	50	60	70	80
	β , %							
0,5							<2,5	<2,5
0,6					<2,5	<2,5	3	5
0,65			<2,5	<2,5		4	6	9
0,7		<2,5			5	8	12	15
0,75	<2,5			5	9	13	17	21
0,8			5	11	16	21	24	27
0,85		4	12	19	24	28	31	33
0,9		13	23	29	32	36	38	39
0,95	15	30	36	40	42	43	44	45

Заключение: вероятность ложного признания воды соответствующей установленным требованиям по содержанию никеля составляет 23%.

В ситуации III делают заключение о несоответствии, поскольку $C > \text{ПДК}$. Однако, если мы проанализируем табл. 1 в [6], то придем к выводу, что величина α увеличивается практически до 50% – значение, при котором правильные и ложные заключения могут быть равновероятны, если $\delta > 40\%$ и $c < 1,2$.

Пример 3. Определить вероятность ошибки при заключении о несоответствии концентрации никеля в природной воде (рыбохозяйственного значения) установленным требованиям, если его измеренная концентрация $C = 0,0104 \text{ мг/дм}^3$.

Решение:

$$d = \frac{0,0104 \text{ мг/дм}^3}{0,01 \text{ мг/дм}^3} = 1,04,$$

поэтому, согласно [6], при ранее приведенной погрешности измерений: $\alpha = 40\%$.

Заключение: вероятность ошибки при заключении о несоответствии концентрации никеля в природной воде установленным требованиям составляет 40%.

В ситуации IV вероятность ложного признания несоответствия не превышает $(1-P)/2 = 2,5\%$. Это характерно либо при малой погрешности измерений, что свойственно малоопасным загрязняющим веществам, либо при концентрации опасных веществ, сильно превышающей ПДК (табл. 3 [15]), тогда как на практике важны случаи близости этой величины к ПДК.

Пример 4. В результате измерений установлено, что концентрация никеля в природной воде

Таблица 3. Минимальные значения результатов измерений, для которых $\alpha \leq 2,5\%$ при типичных значениях приписанной характеристики погрешности

$\pm\delta$, %	10	20	30	40	50	60	70
d , доли ПДК	1,11	1,25	1,43	1,67	2,00	1,50	3,33

(рыбохозяйственного значения) равна $C = 0,02 \text{ мг/дм}^3$. Так как это значение выше ПДК, то делается вывод о несоответствии. Какова вероятность ошибки?

Решение:

$$d = \frac{0,02 \text{ мг/дм}^3}{0,01 \text{ мг/дм}^3} = 2,$$

что, согласно табл. 4, больше минимального значения при $\delta = 30\%$. Поэтому $\alpha \leq 2,5\%$, и решение надежно.

Заключение: вывод достоверен, вероятность ошибки минимальна.

Достоверные и сомнительные области при оценке результатов измерений

Достоверные и сомнительные области при оценке результатов измерений условно можно определить как:

- достоверная область – значения результатов измерений с учетом погрешности/неопределенности метода находятся далеко от значения ПДК;
- сомнительная область – значения результатов измерений находятся близко к ПДК и учет влияния погрешности/неопределенности метода может повлиять на вывод о соответствии/несоответствии воды по контролируемому показателю.

Соответственно, в рассмотренных выше случаях, значения I и IV, находятся в достоверной области оценки результатов измерений, а II и III – в сомнительной. Нижняя граница, разделяющая область возможных значений концентрации на подобластях 1 и 2, где реализуются ситуации I и II, будет равна: $d = 1(1 + 0,01\delta)$. Это значит, что верхняя граница, разделяющая подобласти 3 и 4, где реализуются ситуации III и IV, находится из условия $d = 1(1 - 0,01\delta)$. Граничная концентрация, разделяющая достоверную и сомнительные области при оценке результатов измерений находится в пределах: $d = 1(1 + 0,01\delta)$, что видно из рис. 5 [12], построенного для случая $P = 0,95$. Здесь ширина подобластей 2 и 3 по-разному

Таблица 4. Границы подобластей концентраций бария и соответствующие вероятности ошибок β (подобласти 1 и 2) и α (подобласти 3 и 4)

Подобласть	Диапазон значений, мг/дм ³	Вероятности ошибок, %
1	0,51–0,608	≤2,5
2	0,608–0,7	2,5–50
3	0,7–0,82	50–2,5
4	0,82–50	≤2,5

увеличивается с ростом приписанной характеристики относительной погрешности: при $\pm\delta = \pm 5\%$ первая 2 ограничена значениями (0,95–1) ПДК, а вторая – (1–1,05) ПДК, тогда как при $\pm\delta = \pm 70\%$ – они ограничены значениями (0,59–1) ПДК и (1–3,33) ПДК, соответственно.

Пример 5. Определить границы, в пределах которых выводы о качестве вод попадают в достоверную область оценки результатов, для бария в питьевой воде, если измерения проводились методом ААС с электротермической атомизацией.

Решение: ПДК бария в питьевой воде – 0,7 мг/дм³ [7], $\pm\delta_n = \pm 30\%$ [4], а δ , установленная методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой [10] – 15%. Поэтому границы, разделяющие подобласти 1 и 2, а также 3 и 4 нетрудно найти

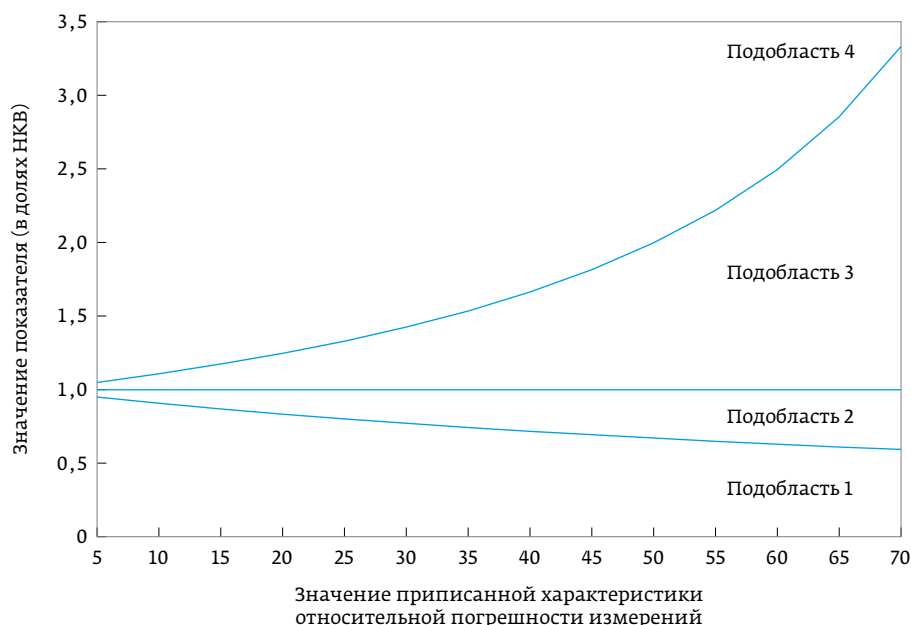


Рис. 5. Разделение области возможных значений концентрации подконтрольного вещества на подобласти в зависимости от приписанной характеристики относительной погрешности измерений, %

из уравнений $C = \text{ПДК} / (1 \pm 0,15)$. Результат приведен в табл. 4. Видно, что искомые границы лежат на уровне 0,608 и 0,82 мг/дм³.

Заключение: измерениям можно доверять только при условии, что концентрация вещества лежит в областях меньше 0,87 ПДК или больше 1,17 ПДК.

Анализ полученных результатов показывает, что достоверные выводы о соответствии/несоответствии получаются при соблюдении двух условий:

- при значительном отличии измеренного значения от ПДК;
- при малых погрешностях/неопределенностях методики измерения.

Как видно из рис. 5 [12], при работе с опасными веществами, для которых $\delta = 70\%$, нельзя доверять результатам, полученным в диапазоне $C \approx (0,5-3,3)$ ПДК. В целом, в исключительно значимых на практике областях погрешностей и концентраций результаты измерений находятся в сомнительной области и ненадежны. Как следствие, имеется высокий риск неправильных выводов при оценке качества воды, а значит и ошибочных управленческих решений. Все это влечет экологический и экономический ущерб. Чтобы минимизировать риск и удерживать его на уровне, «который в данной ситуации считают приемлемым при существующих общественных ценностях» [14], нужно установление максимально допустимых норм погрешности измерений, приемлемых для условий конкретных водных систем и реально достижимого уровня точности измерений. Это позволит обоснованно осуществлять выбор средств и методик измерений.

Выводы

В районе ПДК имеется область, где высока вероятность ошибочного вывода о соответствии/несоответствии воды установленным требованиям. Эта вероятность увеличивается с ростом погрешности измерений, которая, в свою очередь, зависит от ПДК – чем меньше ПДК, тем выше погрешность. Для наиболее опасных веществ погрешность доходит до $\pm 70\%$.

Диапазон значений сомнительной области увеличивается при возрастании приписанной характеристики погрешности δ

так, что при доверительной вероятности $P=0,95$ и $\delta=10\%$ она находится в диапазоне от 0,9ПДК до 1,2ПДК, а при $\delta=70\%$ – в диапазоне от 0,6ПДК до 3,3ПДК, что явно неприемлемо, например, при расчете суммы платы за водопользование.

В основу построения метрологического сопровождения водопользования в системе экологического регулирования должны быть положены принципы достоверности и надежности, когда применяемые методики и средства измерения обеспечивают показатели точности измерений, гарантирующие допустимый уровень риска при формулировании выводов о соответствии.

Литература

1. Данилов-Данильян В.И., Хранович И.Л. Гарантированное водопользование в рыночных условиях. *Водные ресурсы*. 2009;36(2):228–239.
2. Никаноров А.М. *Научные основы мониторинга качества вод*. Гидрометеиздат, С.Пб: 2005. 576 с.
3. ГОСТ Р 8.563-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.
4. ГОСТ 27384-2002. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.
5. МИ 1317-2004. Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров.
6. Белоусов Р.А., Назарова А.А., Розенталь О.М. Риск оценки соответствия качества воды установленным требованиям. *АНАЛИТИКА*. 2023; 13(2):126–130.
7. СанПиН 1.2.3685-21. Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания.
8. ГОСТ 31858-2012. Вода питьевая. Метод определения содержания хлорорганических пестицидов газожидкостной хроматографией.
9. РД 52.24.522-2009. Массовая концентрация хрома общего в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с дифенилкарбазидом.
10. ГОСТ 31870-2012. Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектроскопии.
11. Информационный листок EURACHEM/CITAC: Применение информации о неопределенности измерения при оценке соответствия. Доступно на www.eurachem.org.
12. ГОСТ Р 57554-2017. Охрана природы. Гидросфера. Учет показателей точности измерений контролируемых показателей при оценке соответствия качества воды установленным требованиям.
13. Приказ Министерства сельского хозяйства Российской Федерации от 13.12.2016 № 552 «Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения» (Зарегистрирован 13.01.2017 № 45203).
14. ГОСТ Р 51898-2002. Аспекты безопасности. Правила включения в стандарты.

Статья поступила в редакцию 03.05.2023

Принята к публикации 13.06.2023

XXVIII МЕЖДУНАРОДНАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ВЫСТАВКА

СУРГУТ. НЕФТЬ И ГАЗ 2023

XXVIII INTERNATIONAL SPECIALIZED TECHNOLOGICAL EXHIBITION

SURGUT. OIL & GAS 2023

2023
27-29 СЕНТЯБРЯ

+7 (3462) 94-34-54
sales@yugcont.ru
sngexpo.ru

г. Сургут,
СОК «Энергетик»
ул. Энергетиков, 47

Воронежские научные школы по хроматографическим и другим родственным методам

В. Ф. Селеменев, д. х. н.¹, О. Б. Рудаков, д. х. н.²

УДК 001.8, 543.54

В статье рассмотрены этапы становления научно-педагогических школ химиков в высших учебных заведениях Воронежа, которые занимаются подготовкой научных кадров, развитием хроматографии, ионного обмена, сорбционных и мембранных процессов разделения и концентрирования. Приведены некоторые итоги научной деятельности воронежских химиков.

Ключевые слова: высшее образование, научно-педагогические школы, аналитическая химия, хроматография

В 2023 году научная общественность отмечает 120-летие открытия хроматографии. В Воронеже провел последние годы жизни открыватель хроматографии Михаил Семенович Цвет в 90-е годы прошлого века. По инициативе ученых-хроматографистов ему установили кенотаф с эпитафией «Ему дано открыть хроматографию, разделяющую молекулы, объединяющую людей». Комиссия по культурному наследию Воронежа в этом году приняла решение увековечить память М. С. Цвета, установив бюст около главного корпуса Воронежского государственного университета, и назвать в его честь улицу в новом микрорайоне, близ ул. М. В. Ломоносова.

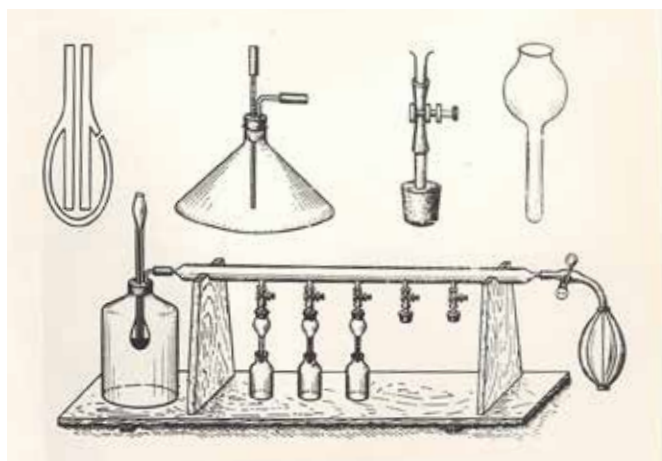
Целью данной статьи является подведение некоторого итога развития хроматографических и родственных им методов и показать их перспективы в коллективах воронежских ученых-химиков. М. С. Цвет создал по прибытии во вновь организованный Воронежский государственный университет (ВГУ) хроматографическую лабораторию, но не успел поставить в ней исследования по адсорбционному анализу (так он предпочитал называть хроматографические методики).

Знамя М. С. Цвета поднял В. П. Мелешко – основатель воронежской школы хроматографистов в ВГУ. К настоящему моменту в Воронеже функционируют семь научно-педагогических школ, занимающихся проблемами хроматографии, ионного обмена, сорбционных и мембранных процессов разделения и концентрирования химических соединений различных классов. Кроме ВГУ, это Воронежский государственный университет инженерных технологий,

Воронежский государственный технический университет, Воронежский государственный аграрный университет, Воронежский государственный лесотехнический университет и Воронежский государственный медицинский университет, в которых химики активно применяют сепарационные методы, продолжая развивать основанное М. С. Цветом научное направление. Необходимо отметить, что под научно-педагогической школой следует понимать коллектив, в котором работают не менее трех докторов наук по выбранной тематике.

Научные лидеры этих школ В. Ф. Селеменев, В. А. Шапошник, Т. А. Кравченко, О. Б. Рудаков, А. В. Шапошник, Л. И. Бельчинская, Л. В. Рудакова [1–6].

Воронежские хроматографисты, аналитики и физико-химики работают не в безвоздушном пространстве. Им всегда оказывали повседневную, эффективную помощь коллеги из Москвы, Петербурга и других научных центров нашей страны: Ю. А. Золотов, А. К. Буряк, О. А. Шпигун, Р. Х. Хамизов, А. В. Буланова, И. Н. Липунов, А. Л. Смирнов, С. А. Мечковский, Е. Г. Сумина, А. И. Ревельский, И. А. Ревельский, А. М. Долгоносков, С. Н. Ланин, В. А. Иванов, Е. П. Агеев, М. П. Цюрупа, С. М. Староверов, Ю. А. Лейкин, Б. Ф. Мясоедов, В. М. Мухин, В. Д. Копылова, А. И. Калиничев, Л. Н. Коломиец, В. Д. Красиков, И. Г. Зенкевич, В. И. Заболоцкий, В. В. Никоненко, Г. А. Евтюгин, Е. В. Веницианов, И. А. Платонов, Л. А. Онучак, Л. А. Карцова, В. И. Дейнека, А. А. Ревина, С. Н. Штыков, Я. И. Яшин. К великому сожалению, ряды ведущих ученых, с которыми



Первая хроматографическая установка

сотрудничают воронежские химики, хоть и не становятся короче, но из них уходят такие выдающиеся деятели науки, как В. А. Даванков [5].

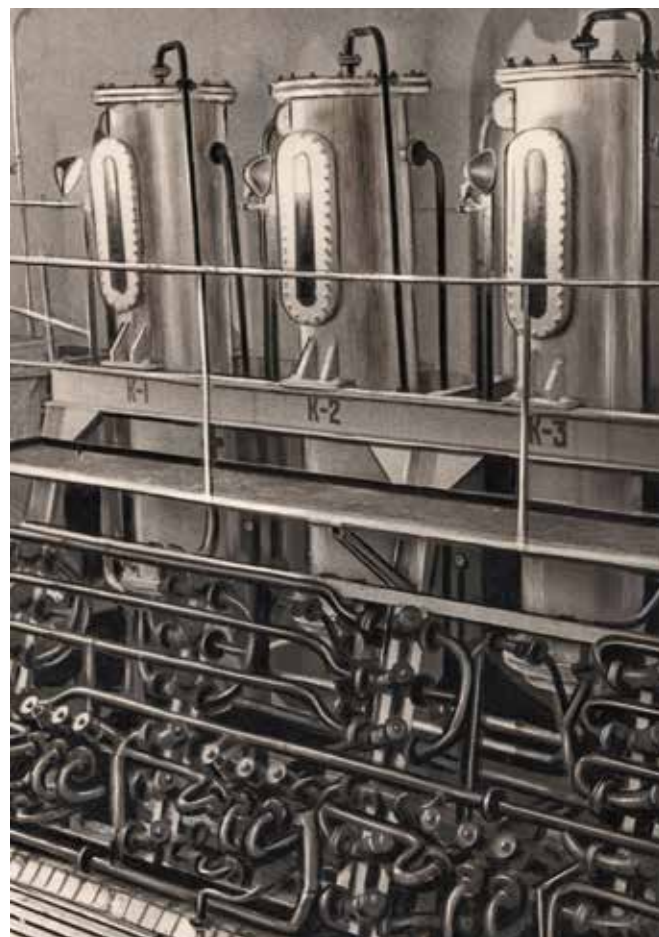
В Воронеже наряду с изданием журнала «Сорбционные и хроматографические процессы» (входит в Перечень ВАК, индексируется в Scopus, Russian Science Citation Index на платформе Web of Science (RSCI), Chemical Abstracts, РИНЦ), члены секции «Ионообменная хроматография» по традиции регулярно организуют и проводят Всесоюзные (Всероссийские) научные конференции «Физико-химические основы хроматографических и ионообменных процессов (Иониты)», основу которых заложил профессор В. П. Мелешко. Следует упомянуть и другой высокорейтинговый журнал, входящий в перечень ВАК и Scopus, выпускаемый в ВГУ, который публикует статьи по сепарационным методам – это «Конденсированные среды и межфазные границы».

Начиная с 1974 года, когда А. А. Мазо защитил докторскую диссертацию «Теория и практика глубокой очистки воды» по специальности 05.17.01 – технология неорганических веществ (научный консультант В. П. Мелешко), и по настоящее время в научных школах этого профиля защищено более 200 докторских и кандидатских диссертаций. В конце списка на данный момент докторская диссертация «Кинетика и динамика сорбции полифенольных физиологически активных веществ наноструктурированными материалами» 02.00.04 – Физическая химия, которую защитил в 2021 году С. И. Карпов [1–6].

В монографии [2], недавно изданной по результатам многолетних научных исследований воронежских химиков, работающих в области хроматографии, ионного обмена и мембранных процессов, приведены не только исторические

и биографические справки, но и оригинальные материалы по развитию и совершенствованию хроматографических, ионообменных и мембранных методов, выполненных в воронежских научно-педагогических школах, за 50-летний период и в последние годы.

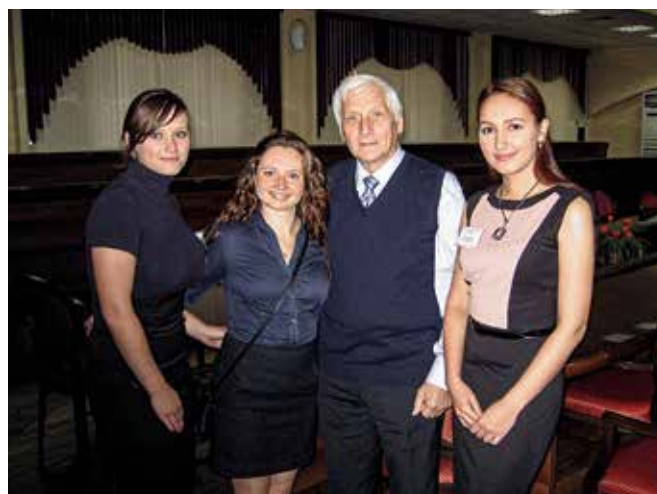
Приведем некоторые примеры. Под руководством В. А. Шапошника разработан электромембранный метод получения ультрачистой воды для предприятий электронной и радиотехнической промышленности, а также предложены математические модели электродиализа с ионообменными мембранами. Разработанный на кафедре аналитической химии ВГУ метод многочастотной лазерной интерферометрии позволил впервые визуализировать процессы в растворах на границе с ионообменниками. Методами квантовой химии, молекулярной динамики, ИК- и ЯМР-спектроскопии проведен структурный анализ ионообменников в различных ионных формах. Установлены наиболее вероятные структуры гидратированных ионогенных групп катионитов. Показано, что наибольший вклад в энергию активации



Ионообменная установка, 1961 год



Профессора В. Ф. Селеменов, Ф. Рёсснер (Германия), С. Ю. Доронин, Л. В. Рудакова с молодыми учеными на стендовой сессии (г. Тула)



Профессор В. А. Даванков после доклада на школе-семинаре в ВГУ (г. Воронеж)

транспорта в таких системах вносит энергия водородных связей между гидратными оболочками противоионов.

Наиболее важные результаты в научной школе В. Ф. Селеменова получены по следующим направлениям: обоснование физико-химических процессов и реализация процедур удаления гумусовых и фульвокислот из водных сред методом препаративной хроматографии; разработка теоретических основ ионнообменной очистки природных вод, сопутствующих газовым месторождениям; научное обоснование и разработка технологии промышленной очистки сточных вод и отработанных

электролитов гальванических производств с использованием ионообменников; общие принципы удаления несахаров из дефекационных и сатурационных соков ионообменниками при очистке свеклосахарных сиропов; технологическое решение для выделения гидроксикислот с использованием ионообменников; физико-химические основы выделения аминокислот из микробиологических сред и гидролизатов методами ионнообменной и препаративной хроматографии; математическое моделирование процессов электродиализа и физико-химические основы глубокого обессоливания воды.



День науки ВГТУ, 2015 год



Московские ученые на дне науки ВГТУ, 2015 год



Профессор В. Ф. Селезнев, московские ученые и воронежские аспиранты в центре коллективного пользования ВГТУ

В настоящий момент на кафедре аналитической химии ВГУ продолжаются научно-исследовательские работы по изучению физико-химических основ мембранно-сорбционных процессов выделения и очистки физиологически активных веществ (ФАВ); исследуется термодинамика неравновесных процессов в ионитах и мембранах; изучается синергетика в процессах, происходящих при взаимодействии ионита, растворителя и ФАВ; изучаются физико-химические процессы, наблюдаемые в ионитах под действием температурных, электрических, магнитных и механических полей. В перспективе намечается решение таких научных задач, как транспорт и химические реакции в ионообменных материалах, синергические процессы и стабильность образования полимолекулярных слоев в фазе сорбента. В планах – решение важных прикладных задач, связанных с деградацией ионообменных материалов при их длительной эксплуатации, их модификацией и утилизацией. Идет мониторинг качества воды и водоподготовки водоснабжения в системах искусственных и естественных водоемов.

Весьма перспективна работа, связанная с изучением гидратационных свойств образцов суперсорбента «Твердая вода», модифицированного солями сернокислого цинка и сернокислого марганца (II). Определена способность модифицированных образцов сорбента к влагопоглощению – до 390 л на 1 кг сорбента. Эти сорбенты могут успешно использоваться в растениеводстве для поддержания благоприятного уровня влаги в грунте в условиях сухого климата [6].

На кафедре химии и химической технологии материалов ВГТУ (коллектив О. Б. Рудакова) изучаются физико-химические и технико-эксплуатационные



Профессора Я. И. Яшин и О. Б. Рудаков на выставке аналитического оборудования в Сокольниках

свойства многокомпонентных органических растворителей, разрабатываются способы контроля содержания токсичных органических компонентов в композитных материалах и продуктах питания с применением хромато-масс-спектрометрии. В этом плане перспективным является метод пиролитической хромато-масс-спектрометрии, в котором практически отсутствует многостадийная пробоподготовка [7].

Таким образом, научно-педагогические школы воронежских вузов вносят весомый вклад в развитие научных направлений, классифицируемых как сепарационные методы.

Авторы статьи приветствуют создание Объединенной комиссии по хроматографии Научных советов РАН по физической и аналитической химии.



Обсуждение итогов симпозиума «Фагран-2009» учеными из Москвы, Петербурга и Карлсруэ (А. М. Долгоносков, В. Хель, А. А. Дёмин, Р. Х. Хамизов)

По нашему мнению, современное состояние хроматографии как науки и широкого комплекса методов промышленного разделения и химического анализа указывает на целесообразность возрождения диссертационных советов по специальности «Хроматография и хроматографические приборы».

Литература

1. Рудаков О. Б., Селеменев В. Ф. Российская хроматография – времена и люди. *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2014;14(3): 384–396.
2. Рудаков О. Б., Рудакова Л. В. Кто есть кто в аналитической хроматографии по данным Российского индекса научного цитирования. *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2016; 16(1): 123–135.
3. Селеменев В. Ф., Рудаков О. Б. Наука в лицах: очерки о воронежских хроматографистах. Часть 1. *Лаборатория и производство*. 2019;1(5): 122–127.
4. Селеменев В. Ф., Рудаков О. Б. Наука в лицах: очерки о воронежских хроматографистах. Часть 2. *Лаборатория и производство*. 2019;2(6): 168–175.
5. Шапошник В. А., Рудаков О. Б., Селеменев В. Ф. [и др.]. Памяти профессора Вадима Александровича Даванкова. *Химия, физика и механика материалов*. 2022;4(35): 124–126.
6. Наследие М. С. Цвета в трудах воронежских химиков: В 2 томах / В. Ф. Селеменев, О. Б. Рудаков, Д. Л. Котова [и др.]. Том 1.

Воронеж: Издательско-полиграфический центр «Научная книга», 2021, 358 с.

7. Рудаков О. Б., Хорохордин А. М., Рудаков Я. О., Хорохордина Е. А. Применение пиролитической хромато-масс-спектрометрии в контроле качества строительных полимеров и композитов. *Строительные материалы*. 2022; 8: 65–69.

References

1. Rudakov O. B., Selemenev V. F. Russian chromatography – times and people. *Sorption and chromatographic processes*. 2014;14(3): 384–396.
2. Rudakov O. B., Rudakova L. V. Who is who in analytical chromatography according to the Russian Science Citation Index. *Sorption and chromatographic processes*. 2016; 16(1): 123–135.
3. Selemenev V. F., Rudakov O. B. Science in faces: essays on Voronezh chromatographers. Part 1. *Laboratory and production*. 2019;1(5): 122–127.
4. Selemenev V. F., Rudakov O. B. Science in faces: essays on Voronezh chromatographers. Part 2. *Laboratory and production*. 2019;2(6): 168–175.
5. Shaposhnik V. A., Rudakov O. B., Selemenev V. F. [and etc.]. In memory of Professor Vadim Aleksandrovich Davankov. *Chemistry, physics and mechanics of materials*. 2022;4(35): 124–126.
6. Heritage of M. S. Tsveta in the works of Voronezh chemists: V. F. Selemenev, O. B. Rudakov, D. L. Kotova [and others]. Volume 1. Voronezh: Publishing and Printing Center Scientific Book. 2021, 358 с.
7. Rudakov O. B., Khorokhordin A. M., Rudakov Ya. O., Khorokhordina E. A. Application of pyrolytic chromato-mass spectrometry in quality control of building polymers and composites. *Construction Materials*. 2022; 8: 65–69.

ПОДПИСКА НА ЖУРНАЛЫ

www.technosphaera.ru

ЭЛЕКТРОНИКА НАУКА
ТЕХНОЛОГИЯ
БИЗНЕС

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

www.photonics.ru научно-технический журнал

ФОТОНИКА

Стоимость 1450 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.photonics.ru

Аналитика научно-технический журнал
www.j-analytics.ru

Стоимость 1450 р. за номер
Периодичность: 6 номеров в год
www.j-analytics.ru

Отраслевой научно-технический журнал

СТАНКОИНСТРУМЕНТ
НАУКА | ПРОЕКТИРОВАНИЕ | ПРОИЗВОДСТВО

Стоимость 1800 р. за номер
Периодичность: 4 номера в год
www.stankoinstrument.ru

NANOINDUSTRY
НАНОИНДУСТРИЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Стоимость 1300 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.nanoindustry.ru

LAST MILE ПЕРВАЯ
МИЛЯ

Стоимость 1300 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.lastmile.ru

25^{YEARS} pharmtech
& ingredients

25-я Юбилейная
Международная
выставка оборудования,
сырья и технологий
для фармацевтического
производства

**Забронируйте
стенд**

**21–24
ноября
2023**

Москва, Крокус Экспо

pharmtech-expo.ru

+7 (495) 799-55-85
pharmtech@ite.group

 **ОРГАНИЗАТОР**
ORGANISER



СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ



▷ СПЕКТРОФОТОМЕТР УФ-6900

- Двухлучевая оптическая схема
- Диапазон 190-1100 нм
- Изменяемая ширина щели, нм: 0,5;1,0;2,0;4,0;5,0
- Прибор соответствует стандартам GMP и ГОСТ ISO/IEC 17025-2019

Номер в госреестре: 78469-20
Валидация IQ/OQ



▷ СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ В-1200, УФ-1200 и УФ-1800

- Однолучевая оптическая схема
- Диапазон 190-1100 нм
- Конвертация результатов измерений в формат *.csv
- Прибор соответствует ГОСТ ISO/IEC 17025-2019

Идеальны для повседневной работы
Номер в госреестре: 63493-16



▷ СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ В-1100 и УФ-1100

- Однолучевая оптическая схема
- Диапазон 200-1050 нм
- Программные установки длины волны
- Подсказки оператору

**Для небольших лабораторий
и учебных заведений**
Номер в госреестре: 63493-16

Специалисты ждут Ваших вопросов и заказов:

Телефон: (812) 309-29-40
почта: info@pe-lab.ru

 **ECOVIEW**™
ЭКОВЬЮ.РФ