

ТСХ И ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРИЯ, КАК ОСНОВА ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

Редькин Н.А.

*Самарский национальный исследовательский университет
им. академика С.П. Королева, Московское шоссе, д. 34, г. Самара, 443086,
redkin.na@ssau.ru*

Анализ многих современных материалов сопряжен со сложностями, которые обусловлены изменением химического состава компонентов в процессе их обработки, переработки или эксплуатации, в частности образованием и накоплением высокомолекулярных соединений или нерастворимых компонентов, таких как сажа или частицы металлов. Определение причин изменения состава материалов в процессе эксплуатации требует сравнения свойств материалов до и в процессе эксплуатации, а также обнаружения новых, не характерных для материала компонентов. Различная природа компонентов в материалах требует использования комплекса методов анализа для оценки их качества и определения причин изменения состава.

В данной работе в качестве основы анализа ряда материалов предложена система ТСХ-ИК-Фурье спектроскопия, позволяющая получить большой объем сведений о составе материала и природе его компонентов и обосновать необходимость использования иных аналитических методов.

В основе предложенной системы анализа лежат следующие принципы:

- идентификация основного компонента по ИК спектрам;
- определение тяжелых элементов методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА);
- извлечение и разделение растворимых компонентов методами экстракции и ТСХ;
- идентификация компонентов путем сравнения R_f и ИК спектров разделенных компонентов со стандартными образцами и данными библиотек спектров;
- привлечение дополнительных методов анализа.

В работе приводятся примеры успешного решения задач по определению состава технологических жидкостей, отложений на узлах технологического оборудования, клеев и мастик. Показано, что предложенная схема позволяет унифицировать анализ и сравнение между собой материалов, состав которых неизвестен или изменен в процессе эксплуатации.

УДК 543.544.5

МЕТОД КОМПЛЕКСНОЙ ДВУМЕРНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЛАВОНОИДОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЭКСТРАКТАХ

Фалёв Д.И., Фалёва А.В., Воронов И.С., Онучина А.А., Ульяновский Н.В., Косяков Д.С.

*ЦКП НО «Арктика», САФУ им. М.В. Ломоносова,
163001, Россия, Архангельск, наб. Северной Двины, 17;
d.falev@narfu.ru*

Предложен новый подход к определению 18 флавоноидов (аромадендрин гликозид - 1, эпикатехин - 2, рутин - 3, гиперозид - 4, аромадендрин метиловый эфир гликозид - 5, рейноутрин - 6, авикулярин - 7, гесперидин - 8, нарингенин гликозид - 9, сакуранин - 10, мирицетин - 11, аромадендрин - 12, лютеолин - 13, кверцетин - 14, нарингенин - 15, кемпферол - 16, изорамнетин - 17 и аромадендрин метиловый эфир - 18) в растительных экстрактах методом комплексной (comprehensive) двумерной жидкостной хроматографии (ЖХ×ЖХ) с УФ детектированием.

Высокие значения теоретической пиковой емкости (1430) при приемлемых параметрах ортогональности ($A_0=32\%$) были достигнуты при комплексном разделении

смеси аналитов между двумя обращенными неподвижными фазами: 1D : 0,05 мл/мин, Nucleodur C18 Isis, градиент от 10% до 70% ACN за 50 мин; 2D : 2,0 мл/мин, Nucleodur PolarTec, градиент от 20% до 100% ACN за 0,8 мин (Рисунок 1). Нижние пределы количественного определения флавоноидов находились в диапазоне 0,11–0,50 мг/л. Разработанный подход успешно апробирован на реальных объектах: ацетоновых экстрактах сучков осины (*Populus tremula*) и абрикоса (*Prunus armeniaca*), а также полярных фракциях экстрактов надземной части подбела (*Andromeda polifolia*), голубики (*Vaccinium uliginosum*), черники (*Vaccinium myrtillus*), брусники (*Vaccinium vitis-idaea*) и клюквы (*Vaccinium oxycoccos*). Установлено, что основными флавоноидами надземных частей растений рода *Vaccinium* и подбела являются эпикатехин (0,238–2,02 мг/г), рутин (0,152–0,820 мг/г), гиперозид (1,99–14,6 мг/г), рейноутрин (0,222–5,84 мг/г), авикулярин (0,065–3,97 мг/г) и гесперидин (0,121–0,512 мг/г). Для сучков осины и абрикоса характерны наличие аромандрина (0,607–17,0 мг/г), нарингенина (0,451–7,79 мг/г) и их производных.

Сочетание ЖХ×ЖХ с tandemным масс-спектрометрическим детектированием позволило дополнительно идентифицировать в растительных экстрактах 22 фенольных соединения, относящихся к производным гидроксикоричной кислоты, иридоидам и флавоноидам. Среди них можно выделить катехин, который содержался в экстрактах сучков абрикоса и надземной части брусники и клюквы, а также иридоид вакцинозид - ацетилированный *n*-кумаровой кислотой монотропин, содержащейся в экстрактах надземной части подбела, голубики и черники.

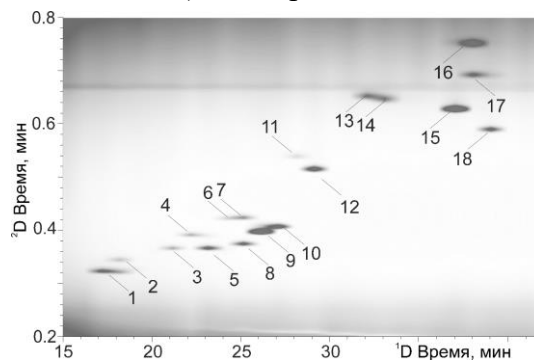


Рисунок 1. ЖХ×ЖХ-УФ
хроматограмма модельной смеси
аналитов (10 мг/л)

Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда № 24-73-00187, <https://rscf.ru/project/2>

УДК 504.3.054:543

НЕЦЕЛЕВОЙ СКРИНИНГ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В АТМОСФЕРНЫХ АЭРОЗОЛЯХ МЕТОДОМ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОЙ ГХ- МСВР

Шаврина И. С., Косяков Д. С.

Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова
наб. Северной Двины, 17, Архангельск, Архангельская обл.

i.shavrina@narfu.ru

Важным критерием оценки качества атмосферного воздуха является уровень аэрозольных частиц. Атмосферные частицы PM_{2.5} оказывают прямое негативное воздействие на организм человека, и, кроме того, способны сорбировать различные органические поллютанты, усиливая тем самым их потенциальную опасность. Данное исследование посвящено поиску и определению органических загрязнителей в частицах PM_{2.5}, отобранных в Архангельске — городе в Российской Арктике — в зимний и летний периоды. Впервые для нецелевого скрининга атмосферных аэрозолей была применена термическая десорбция в сочетании с газовой хроматографией и масс-спектрометрией высокого разрешения. В пробах двух сезонов (летний и зимний) были обнаружены представители различных классов соединений: СНО-соединения (включая фталаты), азотсодержащие соединения, фенолы и моноароматические соединения, полициклические