

дйная, материало- и трудозатратная пробобподготовка. Получение прямого аналитического сигнала от магнитной нанометки приведет к сокращению временных затрат и упрощению процедуры детектирования, а аминирование поверхности наночастиц позволит определять наличие в пробе грамположительных бактерий.

Целью настоящей работы является получение и исследование прямого электрохимического отклика от наночастиц  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2\text{-NH}_2$  для оценки перспективности их дальнейшего использования в качестве метки в электрохимическом иммуноанализе.

Наночастицы магнетита синтезировали методом соосаждения. Размеры наночастиц определяли методом электронной микроскопии. В 10 нм материале обнаружено 8,9 % наночастиц размером 50 нм и выше. Структуру полученных наночастиц подтверждали методом электронной дифракции. Аминирование поверхности проводили с использованием 3-аминопропилтриэтоксисилана в щелочной среде. Состав модифицированных наночастиц исследовали методом ИК-спектроскопии. Прямой аналитический сигнал от наночастиц получали в растворе ацетонитрила. Использование водных растворов фонового электролита в данном случае нецелесообразно вследствие мешающего влияния процессов разряда-ионизации воды. В результате проведенных экспериментов были выбраны оптимальные условия регистрации электрохимического отклика от наночастиц  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2\text{-NH}_2$  и получена градуировочная зависимость величины аналитического сигнала от концентрации наночастиц в модифицирующей суспензии.

## **СИНТЕЗ, ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК И АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ ТИТАНА И КРЕМНИЯ**

*Корюкова В.А.<sup>(1)</sup>, Собина Е.П.<sup>(1,2)</sup>, Неудачина Л.К.<sup>(1)</sup>*

<sup>(1)</sup> Уральский федеральный университет  
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

<sup>(2)</sup> Уральский научно-исследовательский институт метрологии  
620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

В рамках создания стандартных образцов сорбционных свойств на основе титана и кремния был проведен синтез диоксида титана и диоксида кремния методом темплатного синтеза, позволяющим получать высокопористые твердые вещества и материалы с контролируемыми величинами удельной поверхности, удельного объема и размер пор.

Выше перечисленные характеристики определяют эффективность твердых веществ и материалов непосредственно при применении в условиях лабораторного или промышленного процессов.

Целью синтеза являлось создание стандартных образцов с узким распределением пор по размерам и воспроизводимой величиной удельной поверхности, значение которой лежит для диоксида титана в пределах от 100 до 300 м<sup>2</sup>/г; для диоксида кремния от 250 до 500 м<sup>2</sup>/г. В процессе синтеза диоксида титана и диоксида кремния исследовалось влияние на сорбционные характеристики условий синтеза. При синтезе диоксида титана в качестве темплатов были применены катионный и анионный ПАВ: цетилтриметиламмония бромид и додецил сульфат натрия. При синтезе диоксида кремния в качестве темплата применялся высокомолекулярный полиэтиленмин.

Исследована зависимость удельной поверхности от температуры и времени отжига пористого диоксида титана. Показано, что величина удельной поверхности существенно зависит от температуры и продолжительности процесса гидролиза при синтезе образца. Результаты исследования образцов пористого диоксида титана на эталонной установке низкотемпературной сорбции азота ASAP 2020 показали, что величина удельной поверхности уменьшается с ростом температуры и времени отжига. Значения удельной поверхности образцов диоксида титана лежат в широком диапазоне от 0,7 м<sup>2</sup>/г (непористые образцы) до 100 м<sup>2</sup>/г (мезопористые образцы). Данные электронной микроскопии показали, что образцы имеют сферическую морфологию с размерами частиц порядка 0,5 мкм, что коррелирует с данными газоадсорбционного метода анализа. Температура и время отжига, необходимые для синтеза мезопористого образца диоксида титана с развитой удельной поверхностью, составляют 700 °С и 5 часов соответственно.

Исследована структура и сорбционные характеристики пористого диоксида кремния. Показано, что при применении в качестве темплата полиэтиленмина образцы обладают величиной удельной поверхности порядка 250 м<sup>2</sup>/г, с широким распределением пор по размерам и малой агрегативной устойчивостью, что не является приемлемым для материала-кандидата в стандартные образцы. Поэтому планируется подбор и оптимизация условий синтеза высокопористого диоксида кремния с развитой удельной поверхностью, а также исследование его однородности и стабильности.

Синтезированный материал пористого диоксида титана с применением цетилтриметиламмония бромида в качестве темплата и величиной удельной поверхности 100 м<sup>2</sup>/г выбран в качестве материала стан-

дартного образца утвержденного типа сорбционных свойств диоксида титана.

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ КВЕРЦЕТИНА МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ РЕЗОНАНСНОГО РЭЛЕЕВСКОГО РАССЕЙНИЯ ПО РОСТУ КОЛЛОИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА**

*Усольцева Л.О., Самарина Т.О.*

Московский государственный университет  
119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1

Метод резонансного рэлеевского рассеяния (PPC) впервые был предложен, для изучения структуры и свойств ионных ассоциатов, полученных при самоорганизации соединений ряда порфиринов с ДНК. При этом наблюдался исключительно мощный сигнал рассеяния света при длине волны близкой к максимуму поглощения порфирина. На основе PPC предложен ряд методик для целей химического (следовые количества Se, Hg, Cd, As; фарм. препараты, ПАВ) и биохимического (ДНК, полисахариды) анализа. Интерес к PPC вызван несомненными достоинствами метода: чувствительностью (0.1-10 нг/л), селективностью, удобством и простотой проведения измерений (обычный спектрофлуориметр, съемка сигнала в синхронном режиме при  $\Delta\lambda=0$ ).

Изначально, эффекты PPC изучались и использовались на системах аналитов и молекулярных красителей с высокими коэффициентами молярного поглощения (родаминовые красители, порфирины, хлорофиллы). Однако, в последнее время, все больше исследователей используют для создания аналитических систем наночастицы (НЧ) металлов, квантовые точки. НЧ золота и серебра, обладая эффектом плазмонного резонанса, могут давать рассеянный свет практически во всем видимом оптическом диапазоне за счет изменения размера НЧ, их состава, морфологии и структуры, они достаточно стабильны во времени.

Нами выбраны НЧ серебра для создания чувствительной и селективной методики определения кверцетина, основанной на росте предвзительно полученных НЧ серебра, стабилизированных цитратом.

Экспериментально установлено, что для получения стабильного и интенсивного сигнала PPC, необходимы небольшие по размеру и достаточно узкораспределенные НЧ. Постановка методики синтеза НЧ включала в себя варьирование концентрации стабилизатора (цитрата натрия), нитрата серебра, восстановителя (боргидрида натрия). Лучшие результаты получены для системы:  $c(\text{AgNO}_3)=2.5 \times 10^{-4}$  М,  $c(\text{NaBH}_4)=3 \times 10^{-4}$  М,  $c(\text{NaCit})=2.5 \times 10^{-4}$  М.